



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

INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE Ti SOBRE LA RESISTENCIA MECÁNICA DE
ALEACIONES Cu-Ti-C OBTENIDAS POR MOLIENDA REACTIVA Y EXTRUSIÓN

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

ANDRÉS ANTONIO CONTRERAS CHACÓN

PROFESOR GUÍA:
RODRIGO PALMA HILLERNS

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
RODRIGO ESPINOZA GONZÁLEZ
AQUILES SEPULVEDA OSSES

SANTIAGO DE CHILE

2014

Resumen memoria para optar al título de
ingeniero civil mecánico
POR: ANDRÉS ANTONIO CONTRERAS
CHACÓN
FECHA:
PROFESOR GUÍA: RODRIGO PALMA
HILLERNS

INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE Ti SOBRE LA RESISTENCIA MECÁNICA DE ALEACIONES Cu-Ti-C OBTENIDAS POR MOLIENDA REACTIVA Y EXTRUSIÓN

Esta memoria forma parte de una investigación en la cual se busca mejorar las propiedades mecánicas del cobre. La forma de lograrlo consiste en incorporar una dispersión nanométrica de cerámicos in-situ, mediante molienda reactiva, los cuales dificultan el movimiento de dislocaciones y límites de grano.

El principal objetivo del proyecto, es estudiar la influencia de la composición de aleaciones Cu-Ti-C, (específicamente Cu - 0%v TiC, Cu - 5%v TiC, Cu - 7,5%v TiC, Cu - 10%v TiC), sobre el límite de fluencia a temperatura ambiente y sobre la resistencia al ablandamiento por recocido.

Se determina la resistencia al ablandamiento de 5 aleaciones en base Cu, empleando microdureza Vickers (100g), a temperatura ambiente. Una de las probetas no fue recocida y las otras sí lo fueron durante una hora a 400, 500, 600, 700, 800 y 900°C.

Se realizan ensayos de compresión a temperatura ambiente a una velocidad de 1 mm/m, para determinar el límite de fluencia de las aleaciones.

Se determina que efectivamente el material que tiene mayor límite de fluencia y mayor resistencia al ablandamiento es la que contiene la mayor cantidad de Ti, que a su vez valida la opción de formar precipitados y mejorar las propiedades mecánicas. Por otro lado se hace una estimación del límite elástico mediante el modelo de Besterci, que da resultados prácticamente el doble del experimental.

También se mide la conductividad eléctrica de las aleaciones, presentando los valores más bajo para aleaciones con la mayor cantidad de Ti, Cu - 7,5%v TiC y Cu - 10%v TiC, con valores de %IACS = 47% y %IACS = 69%, respectivamente.

Agradecimientos

Antes que todo, me gustaría agradecer al Profesor Rodrigo Palma y al Profesor Rodrigo Espinoza, por haberme dado la oportunidad de trabajar con ellos y cerrar esta etapa, ha sido un gran apoyo siempre y estoy muy contento por lo que se ha logrado, sin duda, de no haber sido por su constante buena voluntad y paciencia, esto no habría sido posible.

Quiero agradecer a mis padres, los cuales con su apoyo incondicional y empuje a toda prueba han hecho de mi lo que soy hoy día, muchas gracias por confiar en mí y en darme todo lo necesario para lograr terminar esta etapa de mi vida, que no cabe duda, nunca olvidaremos.

Por otro lado esta Marlene, mi futura esposa, que no sé qué habría sido de mi si no la hubiese encontrado, ha sido mi cable a tierra y una luchadora incansable que nunca ha dejado de estar ahí cuando la necesito y cuando las cosas no iban bien, gracias por todo lo que me das, este logro es también tuyo. También a Juan Carlos Bongo y a Lisa Loop, son mi familia.

También agradecer a Raúl, tú me enseñaste mucho, me mostraste el camino que hay que seguir y espero estar haciéndolo, eres un vivo ejemplo de vida, gracias por todo.

A mis suegros, Don Raúl y Señora Mariluz, que me levantaban en las mañanas para ir a clases y por entregarme tanto amor y cuidado cuando lo necesité, son unas personas increíbles y los quiero demasiado, muchas gracias.

A mis primos favoritos, que son todo para mí, muchas gracias.

A mis hermanas que son las que me ayudaron siempre.

Agradecer también a todo el Taller de Molina: Juan Carlos Salgado, Hugo Barrera, Oriel Feliu, Pedro Orostica, Bernardo Orostiga, Marcelo Vega, Luis Pérez, Carlos Parraguez y a la querida Chocolate. Fueron la experiencia y la voluntad para realizar todo esto, infinitas gracias, son grandes personas.

Al Profesor Aquiles Sepúlveda y Roberto Corvalán, por sus constantes consejos y buenas ideas.

A Paulina Quevedo, una excelente profesional y persona, que siempre me ayudó con todo lo que necesite y que me facilitó las cosas cuando parecían complicarse. A Marta López, Humberto Palza, Julián Bejarano, Catalia y Rocio, por ser claves en el desarrollo de la investigación.

Tabla de contenido

1	INTRODUCCIÓN	1
1.1	OBJETIVO GENERAL	2
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
2	ANTECEDENTES.....	3
2.1	MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN METALES.....	3
2.1.1	Endurecimiento por dispersión.....	3
2.2	ALEACIONES Cu-Ti-C	4
2.2.1	Endurecimiento por deformación plástica.....	5
2.2.2	Endurecimiento por Refinamiento de grano	5
2.3	ALEACIÓN MECÁNICA	5
2.3.1	Molino Atritor	6
2.3.2	Molienda Reactiva.....	7
2.3.3	Etapas del aleado mecánico.....	7
2.4	MODELO DE BERTERCI	8
2.4.1	Endurecimiento de Peierls - Nabarro	8
2.4.2	Endurecimiento por sustitución.....	9
2.4.3	Endurecimiento por dislocaciones.....	9
2.4.4	Contribución de subgranos.....	9

2.4.5	Endurecimiento por dispersión.....	10
2.5	DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	10
2.5.1	Análisis de Perfiles de DRX.....	11
2.6	RESULTADOS ANTERIORES	16
2.6.1	Comportamiento mecánico a alta temperatura de aleaciones Cu-Ti-C, Cu-Al y Cu-Ti-Al-C, obtenidas mediante molienda reactiva.....	16
2.6.2	Comportamiento en fluencia en caliente de aleaciones Cu-Ti-Al endurecidas por dispersoides obtenidas por molienda reactiva.....	16
2.6.3	Endurecimiento por dispersión en aleaciones de cobre.....	17
2.7	Fluencia lenta de aleaciones en base cobre endurecidas por dispersión, obtenidas por molienda reactiva	18
3	METODOLOGÍA	19
4	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	20
4.1	EQUIPOS	20
4.2	MOLIENDA	21
4.3	COMPACTACIÓN Y ENCAPSULAMEITNO DE POLVOS	23
4.4	EXTRUSIÓN DEL MATERIAL.....	24
4.5	DENSIDAD POST-EXTRUSIÓN.....	24
4.6	RESISTENCIA AL ABLANDAMIENTO	25
4.7	ENSAYOS DE COMPRESIÓN A TEMPERATURA AMBIENTE	26
4.8	ANALISIS DE CONDUCTIVIDAD ELECTRICA	26

4.9	DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	27
5	Resultados	28
5.1	POLVOS	28
5.1.1	Análisis químico.....	28
5.1.2	Análisis DRX	30
5.2	MATERIAL EXTRUIDO	34
5.2.1	Análisis Químico.....	34
5.2.2	Densidad post-extrusión.....	35
5.2.3	Análisis de DRX.....	35
5.3	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA	36
5.4	ENSAYOS DE COMPRESIÓN	38
5.4.1	Cu - 0% TiC	38
5.4.2	Cu - 5% TiC	39
5.4.3	Cu - 7.5% v TiC	40
5.4.4	Cu - 10% v TiC	41
5.5	RESISTENCIA LA ABLANDAMIENTO	42
5.6	MODELO DE BESTERCI.....	43
5.6.1	Endurecimiento de Peierls - Nabarro	43
5.6.2	Endurecimiento por sustitución.....	43

5.6.3	Endurecimiento por dislocaciones.....	43
5.6.4	Contribución de subgranos.....	44
5.6.5	Endurecimiento por dispersión.....	45
6	DISCUSIÓN	47
6.1	ANÁLISIS QUÍMICO	47
6.1.1	Polvos.....	47
6.1.2	Material extruido.....	49
6.2	ANÁLISIS DRX	50
6.2.1	Polvos.....	50
6.2.2	Material extruido.....	50
6.3	CODUCTIVIDAD ELÉCTRICA	51
6.4	DENSIDAD POST EXTRUSIÓN	51
6.5	RESISTENCIA AL ABLANDAMIENTO	52
6.6	ENSAYO DE COMPRESIÓN.....	53
7	CONCLUSIONES	57
	Recomendaciones.....	58
8	REFERENCIAS	59
9	Anexos.....	61

1 INTRODUCCIÓN

Hoy en día debido a los avances en tecnología nuclear, aeroespacial, electrodos [1], entre otros sectores, se están requiriendo materiales que posean alta conductividad térmica y eléctrica, en especial sistemas de enfriamiento térmico, donde el material debe resistir fatiga térmica y/o elevadas temperaturas [2].

El cobre entonces destaca como una buena alternativa, debido a su alta conductividad térmica y eléctrica, además de su bajo costo y alta disponibilidad en comparación con otros materiales con propiedades conductivas similares. El problema que presenta el cobre es que posee propiedades mecánicas relativamente bajas a temperatura ambiente y peor aún, es una mala alternativa si la aplicación se realiza a altas temperaturas o bajo fatiga térmica. Es por esto que muchas veces se discrimina el cobre y se reemplaza por otros materiales con mejores propiedades mecánicas, pero con menor conductividad térmica y eléctrica, bajando la eficiencia de procesos y eventualmente aumentando los costos de operación.

Debido a lo anterior, se vuelve necesario entonces estudiar la posibilidad de mejorar las propiedades mecánicas del cobre. Una manera efectiva de mejorar la resistencia mecánica y la dureza del cobre, es por medio de la precipitación de cerámicos manométricos in situ (molienda reactiva), los cuales tienen alta resistencia mecánica y son estables a alta temperatura [3]. Lo que generan estas partículas en el cobre es: interferir en el movimiento de dislocaciones y de límite de grano dentro de la matriz, impedir el ablandamiento del cobre por recuperación y crecimiento de tamaño de grano.

Se han realizado estudios sobre el cobre y sus propiedades a altas temperaturas, sin embargo, existe un interés en ver cómo se comportan las aleaciones en base cobre con distintos aleantes, en este caso se trata de Cu-Ti-C, a temperatura ambiente: su resistencia mecánica y su resistencia al ablandamiento.

1.1 OBJETIVO GENERAL

En base a lo expuesto, el presente estudio tiene por objetivo principal estudiar el efecto de la cantidad de Ti en aleaciones Cu-Ti-C, obtenidas por molienda reactiva y extrusión, sobre sus propiedades mecánicas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Se consideran como objetivos específicos:

- Estudiar el efecto de la cantidad de Ti, presencia de TiC, sobre la densidad de dislocaciones y tamaño de grano de los polvos molidos.
- Estudiar el efecto de la cantidad de TiC, densidad de dislocaciones y tamaño de grano de muestras extruidas, sobre su límite de fluencia en compresión, a temperatura ambiente.
- Estudiar el efecto de la temperatura de recocido sobre la dureza de muestras extruidas.
- Contrastar los resultados de límite de fluencia experimentales con los predichos por el modelo aditivo de Bestercei.

2 ANTECEDENTES

A continuación se presentan los antecedentes consultados para el desarrollo de este proyecto.

2.1 MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN METALES

La deformación plástica en metales cristalinos se produce principalmente por el movimiento de dislocaciones. Cualquier mecanismo que contribuya a entorpecer este movimiento produce un aumento del límite de fluencia, es decir, un reforzamiento del metal.

Los principales métodos de reforzamiento son los siguientes [4]:

- Refinamiento del tamaño de grano
- Formación de Subestructura o Subgrano:
- Endurecimiento por Solución sólida
- Dispersión de una Segunda fase.
- Endurecimiento por Deformación en frío.

Para efecto de la experiencia que se realiza, se hace una descripción detallada de los que tienen mayor relevancia para esta investigación, que corresponden a:

2.1.1 *Endurecimiento por dispersión*

Existen muchos mecanismos mediante los cuales se puede endurecer un metal [4], sin embargo la mayoría de los materiales pierde dicho endurecimiento a altas temperaturas. Resulta entonces importante destacar que el endurecimiento por dispersión, que es el método más efectivo para lograr buenas propiedades mecánicas a altas temperaturas, esto se logra mediante la dispersión homogénea de una pequeña cantidad en porcentaje del volumen de partículas termodinámicamente estables y muy finas en la matriz del metal a reforzar.

Para materiales endurecidos por dispersión, las partículas no tienen ninguna relación de tipo químico con la matriz, por lo que si se aumenta la temperatura, la partícula no se disolverá en la matriz.

Uno de los efectos que provocan las partículas es detener el crecimiento de grano. Como las partículas no se disuelven a altas temperaturas, el crecimiento de grano también es detenido a temperaturas elevadas.

Otro efecto importante es el de multiplicar las dislocaciones, esto se manifiesta en que al pasar una dislocación por una partícula, esta deja un anillo alrededor de esta, esto genera una necesidad de esfuerzo adicional, el cual se denomina, esfuerzo de Orowan.

$$S_o = 0.84 \frac{M}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{Gb}{d_p} \sqrt{\frac{6f_v}{\pi}} \ln\left(\frac{d_p}{2b}\right) \quad (2.1)$$

Donde:

M: Factor de Taylor

G: Módulo de corte

b: Vector de burgers

ν : Coeficiente d Poisson

f_v : Fracción en volumen del dispersoide

d_p : Diámetro promedio de la partícula.

2.2 ALEACIONES Cu-Ti-C

El cobre por si solo corresponde a un excelente material para aplicaciones donde es necesaria alta conductividad térmica y eléctrica, sin embargo, en algunos casos también resulta importante el que el material también tenga alta resistencia mecánica altas temperaturas [5]. Dado que el cobre por sí solo no puede cumplir con este propósito, existe la posibilidad de agregar pequeñas fracciones de partículas cerámicas.

Al contrario del endurecimiento por disolución sólida, el hecho de agregar partículas insolubles no tiene efectos sobre la conductividad térmica del material.

También el agregar partículas indisolubles en la matriz tiene un efecto en la resistencia mecánica de la aleación a temperatura ambiente, como se mencionó anteriormente, la presencia de estas

partículas dificulta el movimiento de dislocaciones en la red, generando un aumento del límite de fluencia y el UTS.

Por otro lado, por el hecho de agregar estas partículas, la resistencia mecánica a altas temperaturas depende, principalmente, de dos factores:

- Interacción partícula - dislocación, que involucra el llamado ascenso de dislocaciones.
- Interacción borde de grano - partícula, que provoca un impedimento en el deslizamiento de borde de grano.

Una manera de incorporar partículas cerámicas en una matriz de cobre es la molienda reactiva, la cual se detalla a continuación.

2.2.1 Endurecimiento por deformación plástica

Al aplicar un esfuerzo sobre un material metálico poli cristalino se generan dos fenómenos: el desplazamiento y la creación de dislocaciones. Al interactuar las dislocaciones entre sí, puede ocurrir que estas se traben mutuamente, lo que deriva en un aumento del esfuerzo que se debe aplicar para desplazar las dislocaciones, esto se traduce finalmente en que el material es más resistente a la deformación a medida que se deforma.

2.2.2 Endurecimiento por Refinamiento de grano

Para las dislocaciones, las discontinuidades resultan en impedimentos para su movimiento, es por eso que los bordes de grano son discontinuidades que perciben las dislocaciones, dado que pasan de un grano a otro. Por lo tanto, si se refina el tamaño de grano, mayor es la cantidad de bordes de grano, lo que implica mayor cantidad de discontinuidades para el movimiento de dislocaciones, generando un material más duro.

2.3 ALEACIÓN MECÁNICA

El aleado mecánico [6] es una técnica de pulvimetalurgia que consiste en producir la aleación de dos o más materiales particulados mediante un proceso mecánico de molienda, en el que se energizan los polvos y partículas involucrados por deformación plástica, favoreciendo la

sinterización posterior por la aplicación de temperatura y presión. La molienda de los polvos se realiza en recipientes que contienen bolas de acero en su interior, las que muelen constantemente el material mezclado, incrementando la deformación y energía interna de dichos polvos.

Un caso particular del aleado mecánico es la molienda reactiva, donde la formación de los dispersoides cerámicos se realiza in situ, al agregar los polvos elementales al recipiente del molino, obteniéndose partículas cerámicas de menos tamaño que en el caso de agregar dispersoides ya formados a los polvos de la matriz.

En el caso de este trabajo, se realizará molienda reactiva utilizando el molino atritor, el cual se detalla a continuación

2.3.1 Molino Atritor

El molino atritor consiste en una cubeta, la cual está atravesada axialmente por un eje, el cual consta de paletas, las que hacen girar las bolas al interior, a altas revoluciones, provocando gran deformación plástica en polvos próximos a las bolas y al líquido de molienda, que en este caso corresponde a Hexano.

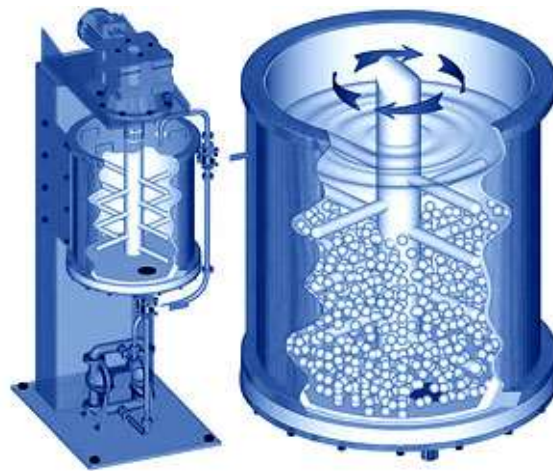


Ilustración 2-1 MOLINO ATRITOR

2.3.2 Molienda Reactiva

La molienda reactiva es un proceso utilizado para producir la dispersión de partículas en una matriz metálica, que se lleva a cabo atricionando polvos elementales en un molino de alta energía en presencia de un medio de aporte (O, C ó N) para producir la precipitación de cerámicos in situ.

Este proceso produce un refinamiento microestructural y aumenta la densidad de dislocaciones.

Con una adecuada dispersión de partículas nanométricas que anclen dislocaciones, subgranos y granos, se puede generar una demora o eliminación de los fenómenos de recuperación y recristianización.

2.3.3 Etapas del aleado mecánico

Durante el aleado mecánico, tienen lugar distintos procesos que afectan la microestructura y el tamaño de los componentes aleados. Una síntesis de estos procesos es lo que se describe a continuación:

- Aplanamiento de partículas: Esto se debe a la gran cantidad de deformación plástica producida en los polvos, lo que produce que las partículas se aplanen y reduzcan su tamaño a la vez.
- Soldadura: Debido a la gran cantidad de energía de las partículas, producto del aumento en la densidad de dislocaciones al interior de los polvos, se producen fenómenos de microsoldadura o sinterización en las partículas, aumentando el tamaño medio de los dispersoides finales.
- Formación de partículas equiaxiales: En esta etapa las partículas continuamente fracturadas y soldadas forman partículas equiaxiales de mayor tamaño.
- Soldadura y fractura: En esta etapa, las partículas son soldadas en orientación aleatoria, manteniendo el tamaño de las partículas casi invariante. Esta etapa se produce después de un determinado tiempo de molienda y se mantiene durante el resto del proceso de aleado.

2.4 MODELO DE BERTERCI

El modelo de Besterici [7] corresponde a una forma de determinar el límite de fluencia de un material, el cual considera distintos agentes que intervienen en el endurecimiento resultante en el material. En otras palabras, el modelo de Besterici es una sumatoria de mecanismos de endurecimiento.

La ecuación del modelo es:

$$R_p 0.2 = R_{PN} + R_S + R_D + R_{LC} + R_P \quad (2.2)$$

Donde:

R_{PN} : Endurecimiento de Peierls - Nabarro

R_S : Contribución endurecimiento por sustitución

R_D : Contribución endurecimiento por dislocaciones.

R_{LC} : Contribución endurecimiento por subgranos, de acuerdo a Langford - Cohen.

R_P : Contribución directa de endurecimiento por partículas.

2.4.1 Endurecimiento de Peierls - Nabarro

Corresponde al esfuerzo que se debe realizar para mover una dislocación en una red de átomos, principalmente corresponde a vencer el roce entre la dislocación y la red.

$$R_{PN} = \frac{2G}{(1 - \nu)} \exp\left(\frac{-2\pi w}{b}\right) \quad (2.3)$$

Donde:

ν : Módulo de Poisson.

w : Ancho de la dislocación o distancia entre planos.

G : Módulo de corte.

b : Vector de Burgers o distancia interatómica.

2.4.2 Endurecimiento por sustitución

Corresponde a la contribución al endurecimiento por presencia de partículas disueltas, que distorsionan la red.

$$R_S = \sum_{i=1}^n x_i k_i \quad (2.4)$$

Donde:

x_i : Concentración de átomos disueltos.

k_i : Coeficiente de endurecimiento.

2.4.3 Endurecimiento por dislocaciones

Corresponde al endurecimiento provocado por la presencia de dislocaciones

$$R_D = 2\alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (2.5)$$

Donde:

ρ : Densidad de dislocaciones.

α : Coeficiente de esfuerzo de dislocación.

2.4.4 Contribución de subgranos

El aporte al endurecimiento provocado por la alineación de dislocaciones, a los cuales se les llama sub bordes de grano, se puede cuantificar mediante la siguiente ecuación.

$$R_C = k_{LC}d^{-1} \quad (2.6)$$

Donde:

k_{LC} : Constante.

d : Dimensión promedio de los subgranos.

2.4.5 Endurecimiento por dispersión

Corresponde a la influencia en el endurecimiento provocada por partículas introducidas en la red, los cuales distorsionan la red y dificultan la movilidad de las dislocaciones.

$$R_p = 165 + 85 \left(\frac{f}{r} \right)^{0.5} \quad (2.7)$$

Donde:

f : Corresponde a la fracción en volumen de las partículas presentes.

r : Radio de las partículas presentes.

2.5 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos x (DRX) es uno de los principales y más antiguos mecanismos para el estudio detallado de la estructura de materiales cristalinos. El procedimiento consiste en irradiar rayos x sobre la muestra en un rango angular de incidencia y recolectando la información de la radiación refractada por la muestra se logra determinar características del material.

La ecuación que explica este fenómeno es la llamada Ley de Bragg, que indica a que ángulo la estructura cristalina creará interferencia constructiva en la señal recibida. Esto ocurrirá cuando la onda emitida por los átomos de una red cristalina esté en fase, creando interferencia constructiva y generando un peak en la señal. La Ley de Bragg indica cuando ocurre este peak en la señal.

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad (2.8)$$

En donde n es un entero positivo, λ es la longitud de onda es la distancia interplanar y θ es el ángulo incidente de la radiación.

2.5.1 Análisis de Perfiles de DRX

Los perfiles de difracción presentan forma de peaks ubicados en los ángulos que predice la Ley de Bragg (por la geometría del experimento, los resultados se muestran en función del ángulo 2θ), los cuales varían en posición, intensidad y ancho dependiendo de la muestra analizada.

Un desplazamiento del centro de los peaks en el ángulo θ indica que las distancias interplanares se han modificado. En el caso de este estudio, dicho fenómeno se atribuirá principalmente a la inserción de partículas en solución sólida en la matriz de cobre, lo que generaría una distorsión en la red cristalina.

El ancho de los peaks entrega la mayoría de la información acerca de la estructura cristalina de la muestra, ya que se ve afectado tanto por el tamaño de cristalina promedio, L , como la microdeformación de las distancias interplanares, $e \approx \Delta d/d$ [10]. El ancho de los peaks se mide (en radianes y en a escala 2θ) como el ancho equivalente de un triángulo isósceles a media altura, cuyo centro corresponde al centro del peak y cuya área sea igual a la integral de éste. Esta medida se conoce como el ancho integral y es la que predice de mejor forma la contribución de los distintos anchos de los perfiles. [10].

Antes de analizar la contribución de ambos factores al ancho del peak, es muy importante notar que el ancho medido directamente de los resultados está afectado por un error experimental, ya que inevitablemente el equipo tiene errores de medición.

Existen tres tipos de distribuciones asumidas comúnmente par a describir estos perfiles, cada uno de los cuáles se han derivado de la manera en que distintos fenómenos afectan el ensanchamiento, como el ensanchamiento por efecto Doppler y por colisión, entre otros. Dichas distribuciones son:

- Gaussiana o normal:

$$f(x; x_o, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-(x - x_o)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (2.9)$$

En donde x_o corresponde al centro del peak (promedio) y σ^2 a la varianza.

- Lorentziana o Cauchy:

$$f(x; x_o, \gamma) = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\gamma}{(x - x_o)^2 + \gamma} \right) \quad (2.10)$$

En donde x_o corresponde al centro del peak y γ al ancho del peak a la mitad de su altura total (FWHM).

- Pseudo - Voigt

Esta distribución es una simplificación de la distribución de Voigt, cuya PDF es la convolución de una curva Gaussiana y una Lorentziana. Esta distribución asume entonces que el ancho del perfil total está compuesto por una combinación de dos aportes, cada uno con su distribución correspondiente. Debido a que esta distribución queda definida con una integral complicada de computar rápidamente, es poco práctica a la hora de manipular datos, por lo que se definió a la pseudo Voigt simplemente como una combinación lineal de ambas distribuciones:

$$f(x; x_o, \sigma, \gamma, \eta) = \eta \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-(x - x_o)^2}{2\sigma^2}\right) + (1 - \eta) \frac{1}{\pi} \left(\frac{\gamma}{(x - x_o)^2 + \gamma} \right) \quad (2.11)$$

Con $0 < \eta < 1$.

Se puede determinar entonces las contribuciones al ángulo β por parte del tamaño de cristalita, L y por la microdeformación de las distancias interplanares, e . El primer factor influye ya que a menor tamaño de cristalita hay una mayor dispersión en el ángulo de difracción, lo que genera un

ensanchamiento de los peaks correspondientes. La contribución de dicho factor al ensanchamiento es la llamada ecuación de Scherrer [11].

$$\beta_s = \frac{K\lambda}{L\cos(\theta_b)} \quad (2.11)$$

En donde $K=0.9$ es un factor de forma y θ_b corresponde al ángulo de difracción del peak correspondiente.

El aporte de la microdeformación es:

$$\beta_D = 4e\tan(\theta_b) \quad (2.12)$$

En donde $e \approx \Delta d/d$ es un límite superior aproximado para la distorsión de las distancias interplanares. Este valor se relaciona con el módulo raíz del promedio de la deformación como $e=1.25\langle e^2 \rangle^{1/2}$.

La metodología de Rietveld [19] consiste en ajustar un modelo teórico a un patrón experimental de difracción de rayos x utilizando el método de mínimos cuadrados. Rietveld sugiere la medición cuidadosa de un patrón de difracción de polvos, punto a punto en un intervalo angular amplio tomando en cuenta las zonas donde hay picos de difracción y donde sobresale el fondo, ya que las intensidades del patrón de difracción son originadas por un conjunto de factores físicos susceptibles de ser cuantificados (estructura cristalina, característica de la muestra y las condiciones instrumentales).

La intensidad de un pico de difracción de rayos x se calcula empleando la siguiente ecuación:

$$Y_{i,c} = \sum_j S_j \sum_K L_{K,j} F_{K,j}^2 \phi_{K,j} (2\theta_i - 2\phi_{K,j}) P_{K,j} A + y_{b,i} \quad (2.13)$$

Donde, $Y_{i,c}$ es la intensidad calculada en el punto i del patrón de difracción, S_j es el factor de escala correspondiente a la fase j , K_j representa los índices de Miller que producen la difracción para la

reflexión de Bragg de la fase j , $L_{k,j}$ representa los factores de Lorentz, polarización y factor de multiplicidad, $F_{k,j}^2$ es el factor de estructura de la fase j , $\phi_{k,j}(2\theta_i - 2\theta_k)$ es la función que describe el perfil del pico de difracción centrado en el ángulo de Bragg $2\theta_k$ de la fase j , $P_{k,j}$ es la función que describe la orientación preferencial cuando los cristales de la fase j no se encuentran en forma aleatoria, A es el factor de absorción el cual depende del espesor de la muestra y de la geometría del equipo de difracción, $y_{b,i}$ es la intensidad del fondo en el punto $2\theta_i$ del patrón de difracción.

El cálculo del factor de estructura, el que indica la capacidad de difracción de la celda unitaria y está integrado por el factor atómico de dispersión de los átomos de la fase j y la posición de los átomos en la celda unitaria, se calcula con la siguiente ecuación:

$$F_k = \sum_j N_j F_j \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)] \exp[-M_j] \quad (2.14)$$

Donde, F_k es el factor de estructura, N_j es el sitio de ocupación de los átomos de la fase j que se encuentran en la unidad asimétrica, F_j es el factor atómico de dispersión del átomo j , h k l son los índices de Miller que producen la difracción, x_j y_j z_j son las coordenadas relativas de las posiciones de los átomos en la celda unitaria.

$$M_j = 8\pi^2 \bar{u}_s^2 \sin^2 \theta / \lambda^2 = B_j \sin^2 \theta / \lambda^2 \quad (2.15)$$

Donde, \bar{u}_s^2 es el desplazamiento cuadrático medio del átomo j provocado por vibraciones térmicas y $B_j = 8\pi^2 \bar{u}_s^2$ es el coeficiente de temperatura isotrópico y está relacionado con la vibración de los átomos originado por el efecto de la temperatura.

Por otro lado también se puede modelar el fondo de un patrón de difracción, éste puede tener distintos orígenes, ya sea debido a la presencia de una fase amorfa en la muestra, a la fluorescencia producida por ésta o bien es la señal del soporte. Por ello resulta importante el modelado de la intensidad del fondo. Hay tres formas de hacerlo: escribiendo manualmente una tala que proporcione los valores del fondo durante cada paso, mediante una interpolación lineal entre puntos seleccionados del patrón de difracción y la utilización de una función que modele el fondo.

Hay criterios de ajuste durante el refinamiento, los cuales indican al usuario el avance del mismo y ayudan a decidir si el modelo propuesto es correcto y también si se ha caído en un falso mínimo, por lo que es importante tener varios indicadores para cada ciclo. Así el usuario puede juzgar si el proceso de refinamiento es satisfactorio y además cuando se debe detener el refinamiento.

El criterio más utilizado es El residuo del patrón pesado (R_{wp}). Este criterio muestra el progreso del refinamiento, ya que el numerador contiene la función residuo que está siendo minimizada durante el refinamiento Rietveld. El residuo del patrón pesado se calcula de la siguiente manera:

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum w_i (y_{i(obs)} - y_{i(calc)})^2}{\sum W_i (y_{i(obs)})^2} \right]^{1/2} \quad (2.16)$$

Donde, $y_{i(obs)}$ es la intensidad observada en el paso i , $y_{i(calc)}$ es la intensidad calculada en el punto i y W_i es el peso asignado.

Finalmente, los requisitos principales para el uso del método de Rietveld son: tener una muestra cristalina, identificar las fases cristalinas presentes en la muestra, contar con un programa para realizar el refinamiento, contar con datos cristalográficos de cada una de las fases presentes en el material (grupo espacial, posición de los átomos, tipo de estructura cristalina, parámetros de red, etcétera), realizar una medición lenta de la muestra y contar con la función instrumental del difractómetro de rayos X.

El método de Rietveld es una herramienta poderosa, que permite obtener parámetros estructurales del patrón de difracción. Algunas de las aplicaciones del método son:

- Refinamiento de las coordenadas de los átomos y factores de ocupación.
- Análisis cuantitativo de fases cristalinas.
- Estudio de microdeformaciones
- Refinamiento de parámetros reticulares
- Análisis de textura.

2.6 RESULTADOS ANTERIORES

Como parte de la investigación, se han recopilado antecedentes de experiencias anteriores realizadas con prestaciones similares a las que se buscan en este proyecto, las cuales son:

2.6.1 Comportamiento mecánico a alta temperatura de aleaciones Cu-Ti-C, Cu-Al y Cu-Ti-Al-C, obtenidas mediante molienda reactiva

Se estudia el comportamiento mecánico entre 673 y 1123°K de Cu-5%v Al₂O₃, Cu-5%v TiC y Cu-2,5%v TiC-2,5%v Al₂O₃ (composición nominal), preparados mediante molienda reactiva y extrusión a 1023°K.

Tanto la resistencia al ablandamiento por recocido como la resistencia a la compresión a temperaturas elevadas crece de acuerdo al siguiente orden; Cu-5%v Al₂O₃, Cu-5%v TiC y Cu-2,5%v TiC-2,5%v Al₂O₃. Esto se explica dado que la adición de Al-Ti-C en Cu produce un mayor nivel de endurecimiento, en comparación con la adición de Al o TiC por separado.

En las aleaciones de Cu-Al y Cu-Ti-C, los dispersoides finos de Al₂O₃ y TiC se forman respectivamente. Mientras que en el caso de Cu-Al-Ti-C, ambos dispersoides se forman, aumentando el nivel de endurecimiento para una misma fracción en volumen de dispersoides.

En términos de los exponentes de fluencia en caliente, se obtuvo que el set completo de estos resulta ser mayor que los esperados de los modelos convencionales de creep, sin embargo, están cercanos a los valores entregados por aleaciones endurecidas mediante dispersoides.

2.6.2 Comportamiento en fluencia en caliente de aleaciones Cu-Ti-Al endurecidas por dispersoides obtenidas por molienda reactiva

En esta experiencia se presentan los resultados de creep y ajustes a los modelos actuales de fluencia en caliente para una aleación endurecida por dispersoides de composición nominal Cu-2,5%v Ti-2,5%v Al. La aleación es preparada mediante molienda reactiva. Los test de creep son realizados a 773, 973 y 1123°K, bajo cargas cuasi estáticas entre 9×10^{-7} y $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Se consideran dos modelos de creep:

- Creep por dislocación: La velocidad de deformación depende principalmente de la interacción partícula-dislocación.
- Creep difusional: Esta gobernada por la interacción entre bordes de grano, dislocación y partículas.

En todos los casos los exponentes de creep obtenidos son altos, como se esperaba de aleaciones endurecidas por dispersoides.

Finalmente se logra determinar los rangos de temperatura, entre los cuales un modelo de creep gobierna, entre 773 y 1123°K predomina interacción partícula dislocación, que ocurre principalmente en la matriz y los bordes de grano respectivamente, mientras que a 973°K, temperatura intermedia, la interacción dislocación partícula ocurre tanto en la matriz como en los bordes de grano.

Para todas las temperaturas se obtienen factores de relajación entre 0,75 y 0,80, los que corresponden a una alta resistencia al desprendimiento de dislocaciones de las partículas.

2.6.3 Endurecimiento por dispersión en aleaciones de cobre

Se muestra que se pueden fabricar aleaciones de cobre que tengan buena conductividad eléctrica combinado con alta resistencia mecánica a temperaturas elevadas, agregando dispersoides finos de TiC o CuTi₄.

En este caso la preparación de aleaciones se realiza mediante molienda en molino planetario, adicionando polvos pre aleados de CuTi y polvo de grafito.

Esta técnica de producción de dispersoides genera distintos tamaños y se localizan preferentemente en los bordes de grano. La matriz resultante es microcristalina.

La investigación prueba que ésta aleación tiene una alta resistencia al creep, esto si los dispersoides son muy finos y preferentemente situados en los bordes de grano.

La principal conclusión es que para una aleación de cobre con 3%v de TiC los resultados muestran que el principal mecanismo de endurecimiento es la interacción partícula dislocación y no la difusión controlada.

En este caso particular, también hay presencia de una fase beta (Cu_4Ti), la cual ayuda aún más a impedir el movimiento de las dislocaciones.

2.7 Fluencia lenta de aleaciones en base cobre endurecidas por dispersión, obtenidas por molienda reactiva

En este caso se trabaja con molienda reactiva tanto de molino planetario como de molino atritor.

El objetivo de este trabajo consiste en estudiar el efecto del tipo de molienda y de composición en aleaciones en base cobre sobre la fluencia lenta (Cu-10%v TiC, Cu-5%v VC) y sobre la resistencia al ablandamiento por recocido (Cu-10%v TiC, Cu-10%v Al_2O_3 , Cu-5%v TiC-5%v Al_2O_3 , Cu-5%v VC).

Se determina resistencia al ablandamiento de las cuatro aleaciones empleando dureza Vickers (100g), a temperatura ambiente. Una de las probetas no está recocida y las otras si, durante 1 hora a 400, 650, 750 y 900°C. También se realizan ensayos de compresión en caliente, a una velocidad de $0,83 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, para determinar los rangos de trabajo en los ensayos de fluencia lenta (creep).

Se mide conductividad eléctrica (%IAC) de la aleación Cu-5%v VC, cuyo valor es 69%.

Las aleaciones obtenidas en el molino planetario presentaran propiedades inferiores en relación a otros trabajos similares (utilizando tanto el mismo tipo de molino como spex). La aleación obtenida en el molino atritor también tiene propiedades mecánicas inferiores que otras aleaciones obtenidas en el mismo tipo de molino.

La aleación Cu-10%v TiC presenta mejor resistencia al creep que la Cu-5%v VC. La primera de ellas, a 500°C indicó difusión a través del borde de grano y a 700°C, autodifusión en la red. La segunda aleación indica que el mecanismo de creep, actúa para ambas temperaturas por ascenso de dislocaciones en el interior del grano.

3 METODOLOGÍA

Las aleaciones de cobre se obtienen por medio de molienda reactiva, en particular se utiliza un molino atritor, (Ubicado en el Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile). Los porcentajes de Ti agregados de cada aleación estudiados son: 0%v, 5%v, 7,5%v y 10%v, respectivamente.

Durante la molienda se toman muestras cada cinco horas, a las cuales se les realiza difracción de rayos X.

Luego de obtenidos los polvos, se compactan uniaxialmente en frío y se les hace vacío, del orden de los 10^{-2} [mbar], para luego extruir en caliente.

Del material obtenido, se confeccionan probetas para ensayo de compresión y ensayo de microdureza.

La resistencia al ablandamiento se realiza midiendo las respectivas microdurezas Vickers de las aleaciones después de haberles aplicado un recocido a 400, 500, 600, 700, 800 y 900 °C durante una hora

Finalmente se realizan ensayos de compresión a temperatura ambiente.

4 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el siguiente capítulo se describe el procedimiento seguido para realizar el trabajo.

- Mediante un molino atritor se obtienen las cuatro aleaciones utilizadas para el estudio.
- Dentro de la molienda se toman muestras cada segmentos de cinco horas, las cuales son estudiadas mediante difracción de rayos x.
- Los polvos obtenidos mediante molienda, fueron compactados y se les realizó un vaciado de los gases interiores.
- Posteriormente, se realiza extrusión en caliente
- Se fabrican probetas para ensayo de compresión en frío y para micro dureza
- Se realizan ensayos de compresión y se mide la micro dureza.

4.1 EQUIPOS

Los principales equipos utilizados para la experiencia son los siguientes:

- Cámara de guantes (Laboratorio de cerámicos avanzados del Departamento de Ciencia de los Materiales).
- Molino atritor basado en el modelo Szegvari Atritor Grinding Mill (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).
- Foco de luz halógena (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).
- Prensa hidráulica manual de capacidad para 3000psi (Laboratorio metalurgia del departamento de ingeniería mecánica).
- Bomba de vacío Edwards RV3, capacidad hasta 10^{-3} mbar (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).
- Hornos Mufla Eléctricos (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).
- Balancín (Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica).
- Horno Mufla Nabertherm (Laboratorio de Materiales del Departamento de Ciencia de los Materiales).
- Microdurómetro (Laboratorio de Polímeros del Departamento de Física).
- Máquina universal Instron modelo TTDM para ensayo de compresión (Laboratorio de Materiales del Departamento de Ciencia de los Materiales).

4.2 MOLIENDA

De cada aleación se prepararon 250gr, para los que se deben calcular la cantidad en gramos de cada aleante, para el cálculo se utilizan las siguientes ecuaciones:

$$M_{Cu}[g] = C_T[g] \left\{ \frac{\rho_{Cu}(1 - \alpha)}{\rho_{Cu}(1 - \alpha) + \rho_{TiC}} \right\} \quad (4.1)$$

$$M_{Ti}[g] = C_T[g] \left\{ \frac{\rho_{Ti}\alpha \cdot P \cdot A_{Ti}}{\rho_{Cu}(1 - \alpha) + \rho_{TiC}\alpha(P \cdot A_{Ti} + P \cdot A_C)} \right\} \quad (4.2)$$

Donde:

M : Masa en gramos del polvo elemental.

C_T : Carga total en gramos de la mezcla a moler. Para la experiencia son 250 g.

ρ : Densidad en g/ml del elemento y/o compuesto. ρ_{Cu} : 8,96 g/ml y ρ_{Ti} : 4,93 g/ml.

$P \cdot A$: Peso atómico del elemento. $P \cdot A_{Ti}$: 47,9 g/mol y $P \cdot A_C$: 12,011 g/mol.

α : Fracción volumétrica del dispersoide, para el proyecto se utilizaron: 0 (0%), 0,05 (5%), 0,075 (7,5%) y 0,1 (10%).

Los resultados en porcentaje en peso para cada aleación se detallan en la tabla siguiente:

Tabla 4-1 Porcentajes en peso para cada aleación

Elemento	Cu-5,0%v TiC	Cu-7,5%v TiC	Cu-10,0%v TiC
	[%p]	[%p]	[%p]
Cu	97,1855	95,7292	94,2386
TiC	2,8144	4,2707	5,7613
Ti	2,2501	3,4145	4,6063
C	0,5642	0,8562	1,155

Como resultado de los cálculos efectuado se obtienen las siguientes cantidades para cada aleación.

Tabla 4-2 Cantidad de gramos de cada aleante para 250g

CARGA TOTAL [g]	250		
	Cu-5,0%v TiC	Cu-7,5%v TiC	Cu-10,0%v TiC
Cu	242,964	239,323	235,597
Ti	5,625	8,536	11,516
C	1,411	2,141	2,888
Suma	250,0	250,0	250,0

Los polvos son obtenidos y mezclados en el laboratorio de cerámicas del Departamento de Ciencia de los Materiales de la Universidad de Chile. Estos son mezclados en la cámara de guantes con atmosfera controlada, para evitar contaminaciones y la oxidación de los polvos.

Una vez obtenidos los polvos, se procede con una homogeneización, cual consiste en hacer girar el recipiente con los polvos en forma excéntrica. Para esto se utiliza uno de los tornos del Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica. La velocidad utilizada es 40 rpm y la duración 2 horas.

El medio de aporte de carbono para la molienda que se utiliza es hexano, esto con el fin de se formen TiC.

La razón entre la cantidad de polvos/bolas utilizada es de 1:10, en este caso para 250 g de polvos, se utilizan 2500 g de bolas.

El procedimiento de llenado del molino atritor parte con el llenado con los 2500 g de bolas, se agregaron los 250 g de polvos y finalmente 750 ml de hexano, cumpliendo el requisito que tanto las bolas como los polvos quedaran bajo el hexano en al menos 5cm aproximadamente.

Las bolas utilizadas son de acero al carbono de 5mm de diámetro.

La molienda se realiza durante 20 horas a 500 RPM, con atmosfera controlada de nitrógeno, con un caudal aproximado de 1 l/min.

Dentro de las 20 horas de molienda se van extrayendo muestras de polvos cada 5 horas, vale decir, a la hora 0, 5 10, 15 y 20. Estas muestras se envían al Laboratorio de Física de la Universidad de Chile, para realizarles difracción de rayos X.

El procedimiento para extraer las muestras se basa en depositar todo el contenido del vaso en un colador, se vierte hexano para hacer decantar los polvos, del polvo que cae se extrae una muestra de aproximadamente 4 g y luego se procede con el llenado del molino tal cual como se explicó anteriormente.

Una vez finalizada la molienda, luego de separar los polvos de las bolas mediante un colador, los polvos se colocan en papel aluminio, el cual se posa bajo una lámpara halógena. Gracias a esto el hexano remanente se evapora, secando los polvos. Una vez evaporado todo el hexano, los polvos se guardan en un recipiente limpio.

4.3 COMPACTACIÓN Y ENCAPSULAMIENTO DE POLVOS

Luego del secado de los polvos viene el turno de compactación. Para realizarla se deben seguir los siguientes pasos.

- Lo primero que se debe hacer es fabricar las capsulas donde se depositan los polvos. Estas consisten de una cañería de 3/4", a la cual se le suelda una tapa de cobre, del mismo espesor que la cañería de cobre.
- La capsula vacía se sitúa en una matriz de extrusión modificada, la que permite introducir polvos sobrepasando la altura de la capsula, de tal forma que al compactar estos polvos queden situados en su totalidad dentro de la capsula.
- La compactación se realiza en una prensa hidráulica, alcanzando 8000 psi para todas las aleaciones.
- Posterior a la compactación, se suelda una tapa, también de cobre y del mismo espesor que la cañería. Además a la tapa, se le suelda un tubo de 1/4" de diámetro, el que en su extremo no soldado, tiene un cono y una tuerca.
- Finalmente, utilizando una bomba de vacío conectada al extremo de la capsula, se procede a vaciar el interior, eliminando la presencia de gases contaminantes para el material. Las presiones alcanzadas con la bomba resultaron menores a 10^{-1} mbar.

Todo lo anterior se desarrolla en el Laboratorio de Metalurgia del Departamento de Ingeniería Mecánica.

4.4 EXTRUSIÓN DEL MATERIAL

El procedimiento de extrusión es desarrollado en su totalidad en el Taller del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile.

Dentro de los parámetros que se consideran para su realización, se tienen:

- Velocidad del pistón: 5mm/s aproximadamente.
- Presión del pistón 2000 psi.
- Temperatura Guía principal, Guía secundaria, punzón: 150°C.
- Temperatura Matriz: 700°C.
- Temperatura Cápsula: 750°C.

Para desarrollar la extrusión se toman en consideración los siguientes requerimientos:

- Tanto la matriz, como las guías y el punzón se dejan en el horno a la temperatura correspondiente durante una hora.
- La cápsula se introduce en el horno en los últimos 20 minutos de la hora cronometrada para la matriz, guías y punzón.
- Para el posterior despegue de las piezas, se utiliza un horno para recalentar el conjunto a 700 °C, para luego mediante un balancín, separar todo.
- Para evitar la posible deformación de la matriz, guías o punzón, se les aplica un templado y posterior revenido. Este tratamiento se volvió a aplicar luego de las dos primeras extrusiones.

4.5 DENSIDAD POST-EXTRUSIÓN

Luego de obtener la barra de material extruido se procede a maquinar las probetas que serán destinadas a los respectivos ensayos de compresión a temperatura ambiente y microdureza. Las dimensiones de las probetas son:

- Ensayo de Compresión a Temperatura Ambiente: 6,5 mm de diámetro y 9,8 mm de largo.
- Ensayo de microdureza: 6,5 mm de diámetro y 5 mm de largo.

Se disminuye el diámetro original de la barra al maquinarla para eliminar el material correspondiente a la cañería de cobre y aumentar también así la densidad de la probeta final.

Se mide en primer lugar la masa de cada probeta en una balanza digital de dos cifras significativas.

Las dimensiones de la geometría cilíndrica de las probetas son medidas con un pie de metro, obteniendo así el volumen de la probeta.

La densidad es calculada con la fórmula:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (4.3)$$

Donde m es la masa de la probeta y V el volumen de la misma. Para obtener el resultado de cada aleación se toma el promedio de los resultados de las densidades de cada probeta.

Con el propósito de obtener la densidad relativa se compara la densidad obtenida con la densidad teórica, que se calcula con la ley de mezcla:

$$\rho_T = \sum \alpha_i \rho_i \quad (4.4)$$

Donde:

α_i es la fracción volumétrica de la matriz y/o del dispersoide.

ρ_i es la densidad de la matriz y/o del dispersoide.

4.6 RESISTENCIA AL ABLANDAMIENTO

Se mide microdureza Vickers a las distintas aleaciones con una carga de 100 g durante 10 segundos. Estas medidas son tomadas a probetas sin recocer y también a las probetas recocidas a 400, 500, 600, 700, 800 y 900 °C durante una hora y enfriadas en el horno.

Se eligen las probetas que tenían sus respectivas durezas lo más similar posible para cada aleación.

Para cada probeta se miden cinco puntos: al centro, a la derecha, a la izquierda, arriba y abajo, estos cinco puntos se promedian y se obtiene finalmente la dureza de la probeta.

El durómetro utilizado es del Laboratorio de Polímeros del Departamento de Física de la Universidad de Chile.

4.7 ENSAYOS DE COMPRESIÓN A TEMPERATURA AMBIENTE

El ensayo de compresión corresponde a un método para determinar el comportamiento de materiales bajo cargas aplastantes. La probeta se comprime y se registra la deformación con distintas cargas. El esfuerzo y la deformación de compresión se calculan y se trazan como un diagrama carga-deformación, con el fin de obtener el límite de fluencia del material se realizan ensayos de compresión a temperatura ambiente a una velocidad de 1 mm/min.

Estos ensayos se realizan en la máquina Instron, la cual está conectada a una computadora la cual tiene un registro en tiempo real del ensayo y permite almacenar todos los datos obtenidos de manera ordenada.

En este caso la temperatura a la cual se desarrollan los ensayos es de aproximadamente 23°C.

Con los resultados obtenidos se obtienen el gráfico esfuerzo v/s deformación, del que se pueden extraer tanto el rango elástico del material, como el rango de deformación plástica del mismo, distinguiendo puntos importantes como el límite elástico, punto de fluencia, el límite proporcional y esfuerzo de fluencia.

No se desarrollan ensayos a una velocidad menor, pues ya se sabe de trabajos anteriores que a menor velocidad menor es el esfuerzo obtenido.

4.8 ANALISIS DE CONDUCTIVIDAD ELECTRICA

El análisis de conductividad de las aleaciones estudiadas se realiza en el Departamento de Materiales de la Universidad de Concepción, siguiendo la siguiente estructura:

1. Asegurarse de las condiciones de operación normal del equipo y de los accesorios necesarios para la medición.
2. Medición y determinación de parámetros físicos de la muestra: longitud y diámetro.
3. Definir los puntos de medición.
4. Anotar las condiciones bajo las cuales se realiza la medición: condiciones ambientales del laboratorio, hora, fecha y lugar. Equipos utilizados: N° serie, modelo y marca.
5. Realizar las conexiones de acuerdo al protocolo de mediciones de baja resistividad, colocando el torque adecuado para minimizar la resistencia de contacto.
6. Conectar los terminales $C_1(+)$ y P_1 a una de las puntas de prueba y los terminales C_2 y P_2 a la segunda punta de prueba, conectar el otro extremo de ambas puntas firmemente en el punto definido a medir en la barra.
7. Realizar la medición con el equipo en modo FORWARD (dirección de la corriente en el sentido "normal").
8. Realizar la medición con el equipo en modo REVERSE (dirección de la corriente en sentido inverso).
9. Una vez realizada la medición desplazar las puntas de prueba a otro punto definido a medir en la barra y realizar las mediciones siguientes, con igual protocolo.

A todas las barras se les realizan 2 mediciones, considerando sus dimensiones de longitud y diámetro, para determinar su resistencia en μOhms . A cada barra se les mide la conductividad en el largo total y en la mitad del largo. Finalmente la conductividad se estima como el promedio de las conductividades medidas en la barra.

4.9 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Todos los análisis de difracción son realizados con el Bruker D8 perteneciente al Departamento de Física de la Universidad de Chile. Para analizar los espectros de difracción obtenidos, se utiliza el método de Rietveld.

5 Resultados

5.1 POLVOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos para los polvos, vale decir, los polvos, antes, durante y finalizada la molienda. Más adelante se detallan los resultados obtenidos para el material ya extruido.

5.1.1 Análisis químico

Se mandó a realizar un análisis químico a MOLYMET, en busca de la cantidad de C, O y N, con el fin de obtener cuánto Carbono hay después de la molienda, verificando si efectivamente el hexano aportó como se esperaba, si el titanio efectivamente está presente y cuanta contaminación se adquirió.

Los resultados de éste análisis son los siguientes:

Tabla 5-1 Análisis químico de Cu - 0%v TiC

Cu-0%v TiC		
Análisis	Resultado	Unidad
Carbono	0,1197	%p
Oxígeno	0,2182	%p
Titanio	0,0001	%p
Hierro	0,0321	%p
Cromo	0,0025	%p
Nitrógeno	0,0074	%p

Tabla 5-2 Análisis químico de Cu - 5%v TiC

Cu-5%v TiC		
Análisis	Resultado	Unidad
Carbono	0,2217	%p
Oxígeno	0,4626	%p
Titanio	0,8414	%p
Hierro	0,0585	%p
Cromo	0,0078	%p
Nitrógeno	0,0087	%p

Tabla 5-3 Análisis químico de Cu - 7.5%v TiC

Cu-7.5%v TiC		
análisis	Resultado	Unidad
Carbono	0,1997	%p
Oxigeno	0,7146	%p
Titanio	0,6593	%p
Hierro	0,0462	%p
Cromo	0,0035	%p
Nitrógeno	0,0098	%p

Tabla 5-4 Análisis químico de Cu - 10%v TiC

Cu-10%v TiC		
Análisis	Resultado	Unidad
Carbono	0,24	%p
Oxigeno	0,3984	%p
Titanio	0,8155	%p
Hierro	0,0605	%p
Cromo	0,0089	%p
Nitrógeno	0,2119	%p

Tabla 5-5 Resumen composiciones obtenidas por el análisis químico realizado a los polvos

	0%v TiC	5%v TiC	7,5%v TiC	10%v TiC
Análisis	%p	%p	%p	%p
Ti	0,0001	0,8414	0,6593	0,8155
O	0,2182	0,4626	0,7146	0,3984
C	0,1197	0,2217	0,1997	0,24
Fe	0,0321	0,0585	0,0462	0,0605
Cr	0,0025	0,0078	0,0035	0,0089
N	0,0074	0,0087	0,0098	0,2119

Viendo estos resultados y comparándolos con la cantidad teórica tanto de carbono como titanio se puede ver que en ningún caso son idénticos.

5.1.2 Análisis DRX

A continuación se muestran los espectros de los polvos muestreados cada 5 horas de molienda:

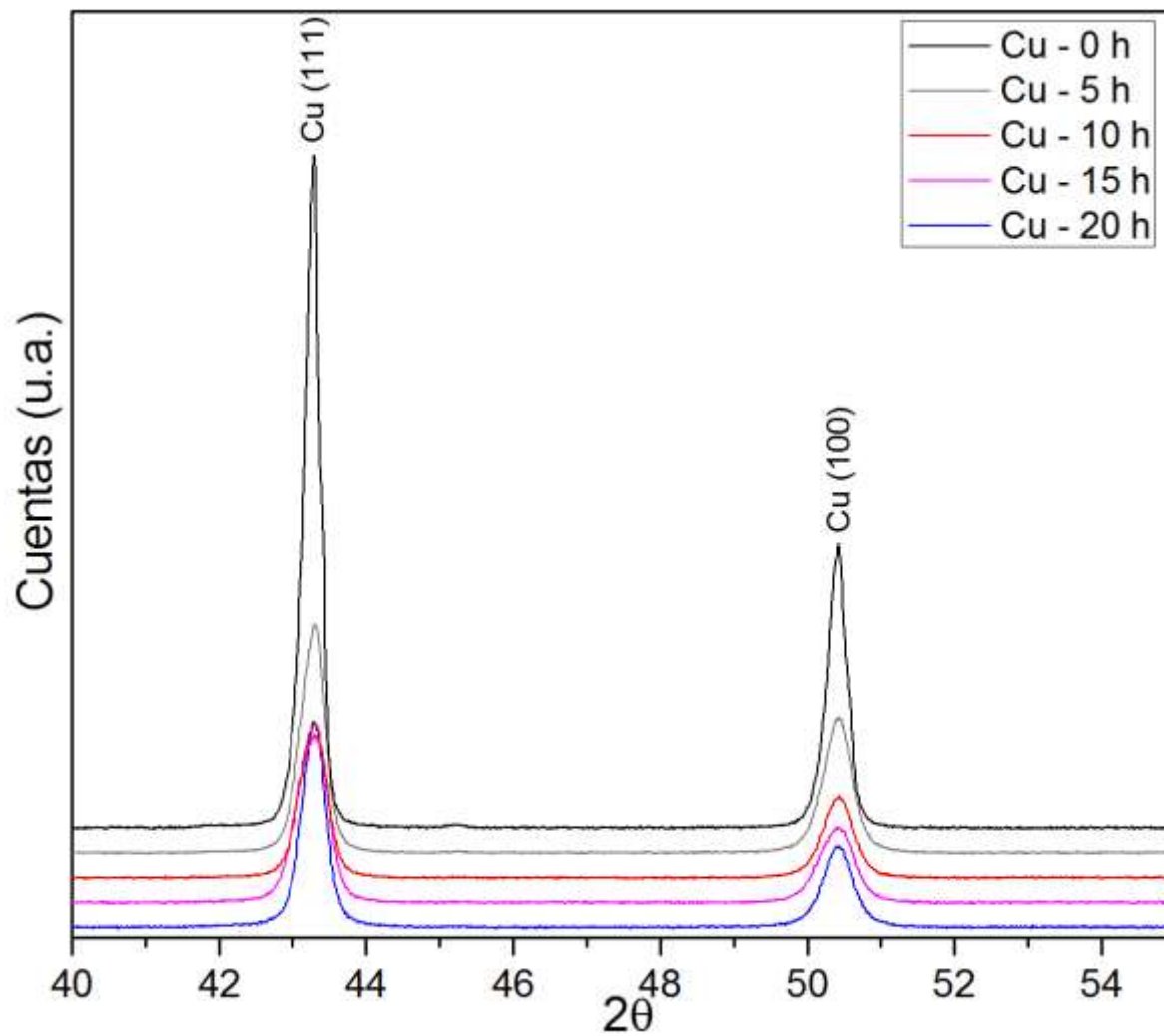


Gráfico 5-1 Espectro difracción rayos x de polvos de cobre puro que muestra la evolución durante la molienda

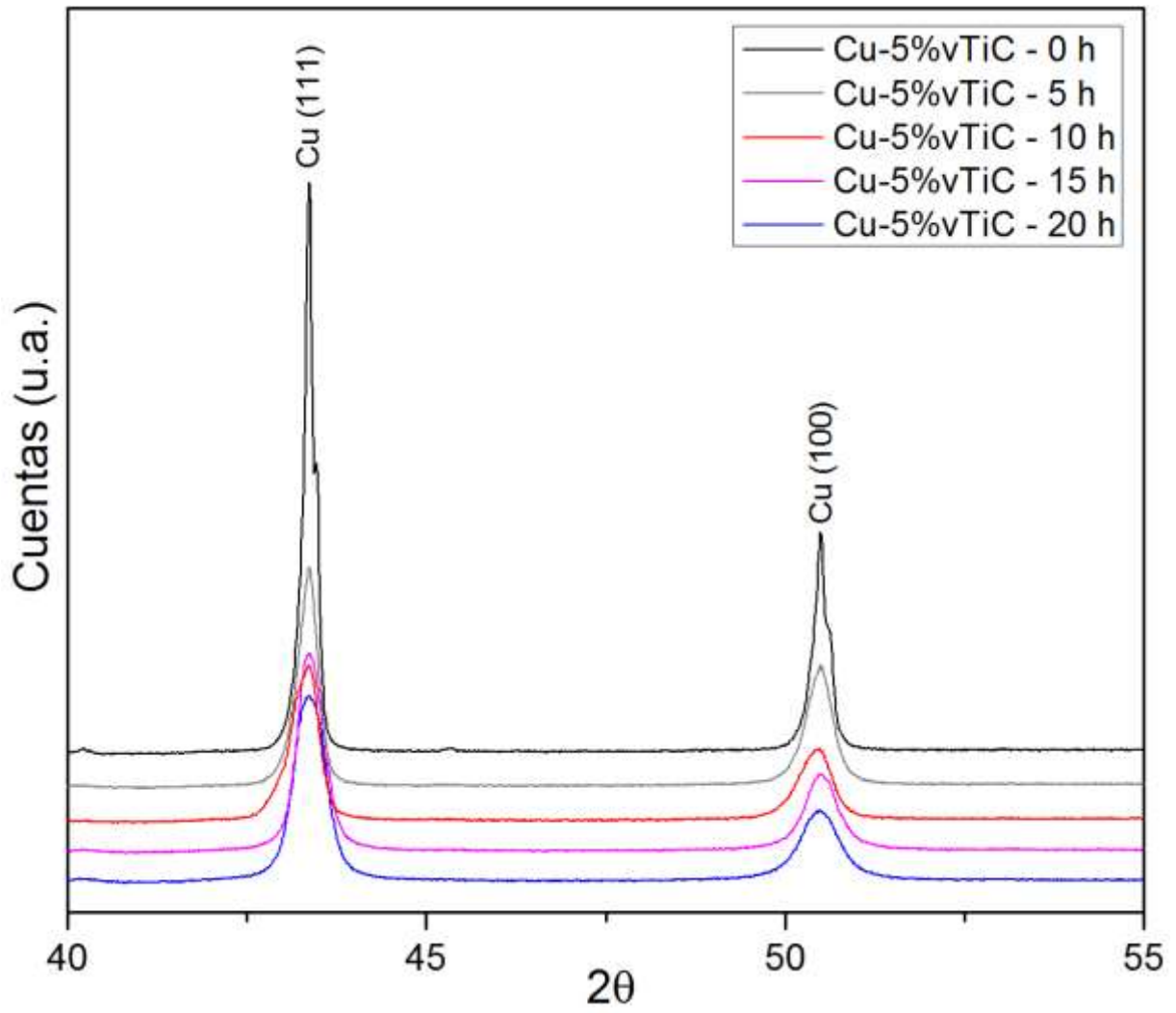


Gráfico 5-2 Espectro difracción rayos x de aleación Cu 5%v TiC que muestra la evolución durante la molienda

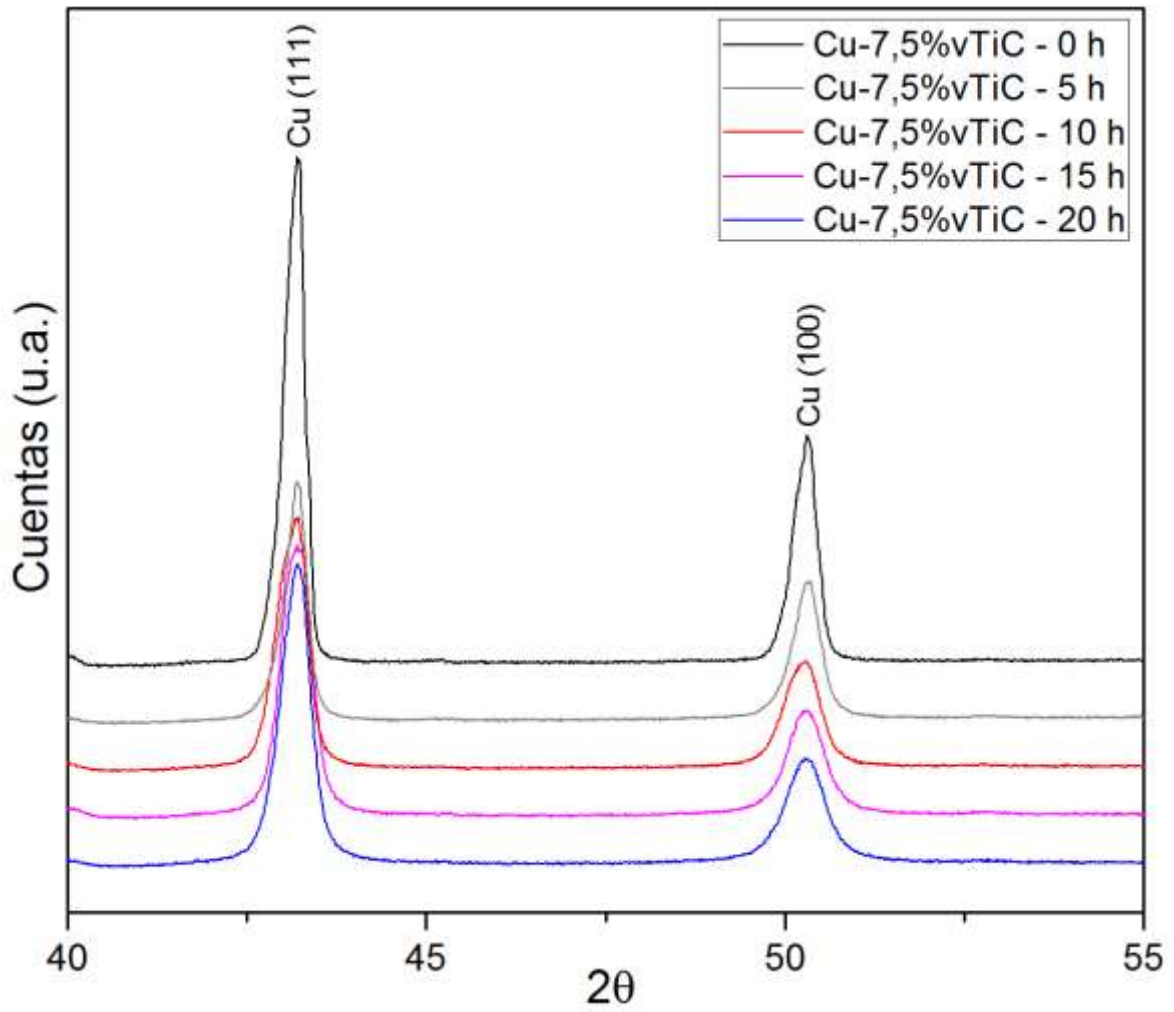


Gráfico 5-3 Espectro difracción rayos x de aleación Cu 7,5%v TiC que muestra la evolución durante la molienda

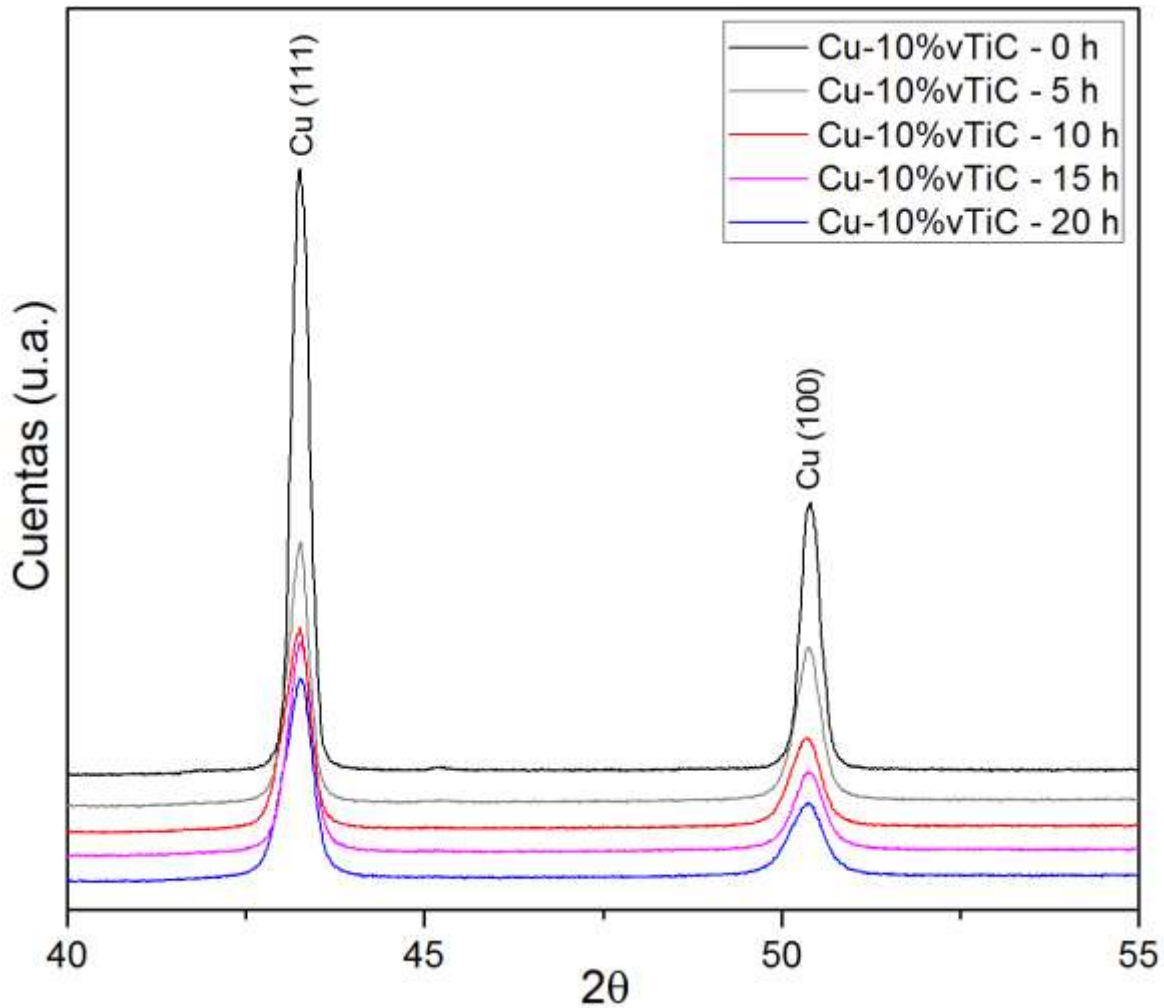


Gráfico 5-4 Espectro difracción rayos x de aleación Cu 10%v TiC que muestra la evolución durante la molienda

En general, todos los patrones de difracción muestran sólo señales correspondientes a Cu metálico puro, por lo que para representar los cambios microestructurales asociados al proceso de molienda, se grafica la región correspondiente a los picos 111 y 100 del Cu. Para seguir un poco el proceso de evolución durante la molienda, se tabula la altura relativa entre los picos 111 y 100, que teóricamente debiera tener un valor de $\text{Int}(100)/\text{Int}(111) = 0.5$.

Según los espectros entregados del análisis, se puede ver claramente, que los picos pierden altura y se ensanchan a medida que se avanza en horas de molienda.

Por otro lado, los picos presentes se ve que todos son correspondientes a planos de cobre fcc.

5.2 MATERIAL EXTRUIDO

5.2.1 Análisis Químico

Se mandó a realizar análisis químico a MOLYMET, en busca de las cantidades presentes de cada componente en el material una vez hecha la molienda y la extrusión, los resultados fueron los siguientes:

Tabla 5-6 Análisis químico materiales extruidos

	0%v TiC	5%v TiC	7,5%v TiC	10%v TiC
Análisis	%p	%p	%p	%p
Ti	0,0134	1,7487	1,7567	2,2768
Cr	0,0029	0,0018	0,0027	-
Ni	0,0025	0,0018	0,0022	-
Fe	0,0215	0,0210	0,0242	-
Cu	99,5843	97,2078	97,1453	97,1580
N	0,1242	0,4330	0,4812	0,2196
C	0,1225	0,2058	0,1741	0,0944
O	0,1283	0,3796	0,4133	0,2509

Producto de estos valores obtenidos y mediante el balance molar, se puede ver que en todos los casos, el carbono es el reactante mandante en la cantidad de TiC que se forma, en otras palabras, el carbono que ingresó en la matriz, en caso de que en su totalidad forme TiC, se acabará antes que lo haga el Ti. A consecuencia de esto, se puede entonces determinar la cantidad de TiC que se formaría con todo el carbono presente, obviamente este es una afirmación muy optimista, pero que es la que tomaremos, dado que no contamos con más información.

Las fracciones en volumen de TiC que se obtuvieron fueron:

Tabla 5-7 Porcentajes en volumen estimados de TiC

	fv
0%v TiC	0,0
5%v TiC	1,85
7.5%v TiC	1,56
10%v TiC	0,85

Como se mencionó anteriormente, existe titanio que no reacciona con el carbono porque el segundo mencionado se acaba antes, entonces se asume que el resto reacciona, pero no es claro determinar

como lo hace, sin embargo es la razón por la que el material aumenta su resistencia mecánica, porque como se verá más adelante, los materiales con mayor resistencia mecánica son los que en este caso tienen la menor fracción en volumen de TiC.

Es importante mencionar, que a pesar que los materiales resultantes tienen distintas fracciones en volumen de TiC que las esperadas, se les seguirá mencionando como su composición nominal lo dice.

5.2.2 Densidad post-extrusión

Las densidades relativas calculadas para cada aleación estudiada se resumen a continuación:

Tabla 5-8 Densidades obtenidas post extrusión

Aleación	Densidad teórica	Densidad medida	Densidad relativa
	g/ml	g/ml	%
Cu-0% TiC	8,96	8,03	89,65
Cu-5% TiC	8,92	8,44	94,64
Cu-7,5% TiC	8,79	8,45	96,14
Cu-10% TiC	8,73	8,35	95,67

5.2.3 Análisis de DRX

El espectro obtenido gracias a la difracción de rayos x sobre el material extruido resultó el siguiente:

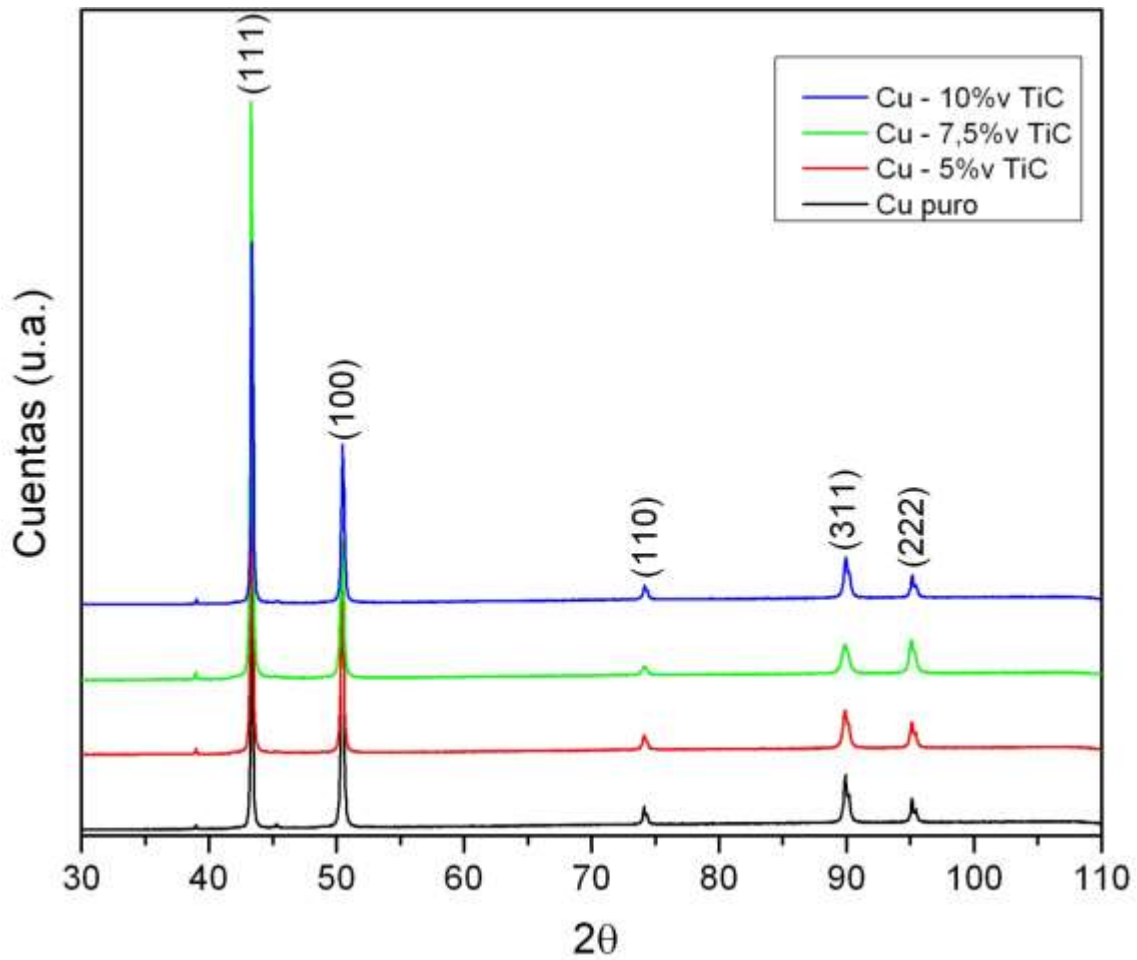


Gráfico 5-5 Espectro difracción rayos x de los 4 materiales ya extruidos

Se pueden apreciar los picos más grandes están en los planos [111] y [100], al igual que en los casos de los polvos de molienda.

5.3 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

La conductividad eléctrica fue medida en las cuatro aleaciones fabricadas: Cu-0%v TiC, Cu-5%v TiC, Cu-7.5%v TiC y Cu-10%v TiC, obtenidas en el molino attritor y posterior extrusión. Éste ensayo se realizó en el Departamento de Materiales de la Universidad de Concepción, con un equipo basado en el Puente Kelvin. En la tabla (5.9) se presentan los resultados obtenidos para estas aleaciones.

Tabla 5-9 Resumen resultados Conductividad eléctrica

Aleación	R	ÁREA	LARGO	ρ	%IACS
	[$\mu\Omega$]	[cm²]	[cm]	[$\mu\Omega\text{cm}$]	%IACS
0%v TiC	31,1	0,3	5,6	1,6	99,9
5%v TiC	26,1	0,3	4,2	2,1	82,6
7.5%v TiC	53,5	0,3	4,4	3,6	47,9
10%v TiC	22,3	0,3	3	2,5	69,4

Las dimensiones de las probetas fueron:

Cu-0%v TiC: 6mm diámetro y 56mm largo.

Cu-5%v TiC: 6.5mm diámetro y 41.5mm largo.

Cu-7.5%v TiC: 6.1mm diámetro y 43.5mm largo.

Cu-10%v-TiC: 6.5mm diámetro y 29.8mm largo.

Los cálculos del porcentaje IACS se basan en que el valor de IACS es de 58.1 [S/m].

5.4 ENSAYOS DE COMPRESIÓN

Se realizaron ensayos de compresión a las 5 aleaciones estudiadas, que corresponden a Cu 0%v TiC, 5%v TiC, 7,5% TiC y 10%v TiC.

Todos los ensayos fueron realizados bajo las mismas condiciones de temperatura y velocidad de compresión como se detalló anteriormente.

5.4.1 Cu - 0% TiC

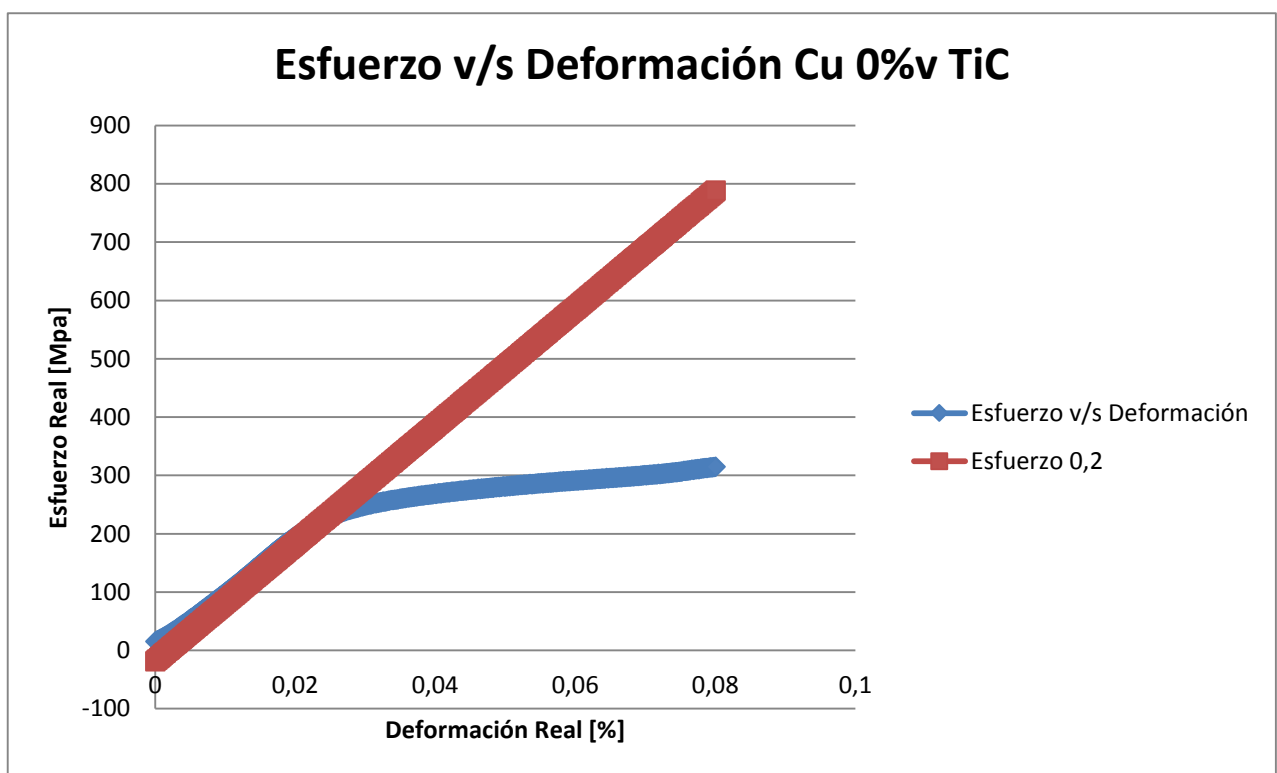


Gráfico 5-6 Ensayo Compresión Cu - 0% TiC

Como se puede apreciar en el gráfico 5-6, el límite de fluencia del material estudiado corresponde a la intersección de ambas curvas, que en este caso corresponde a [259.2, 0.036].

5.4.2 Cu - 5% TiC

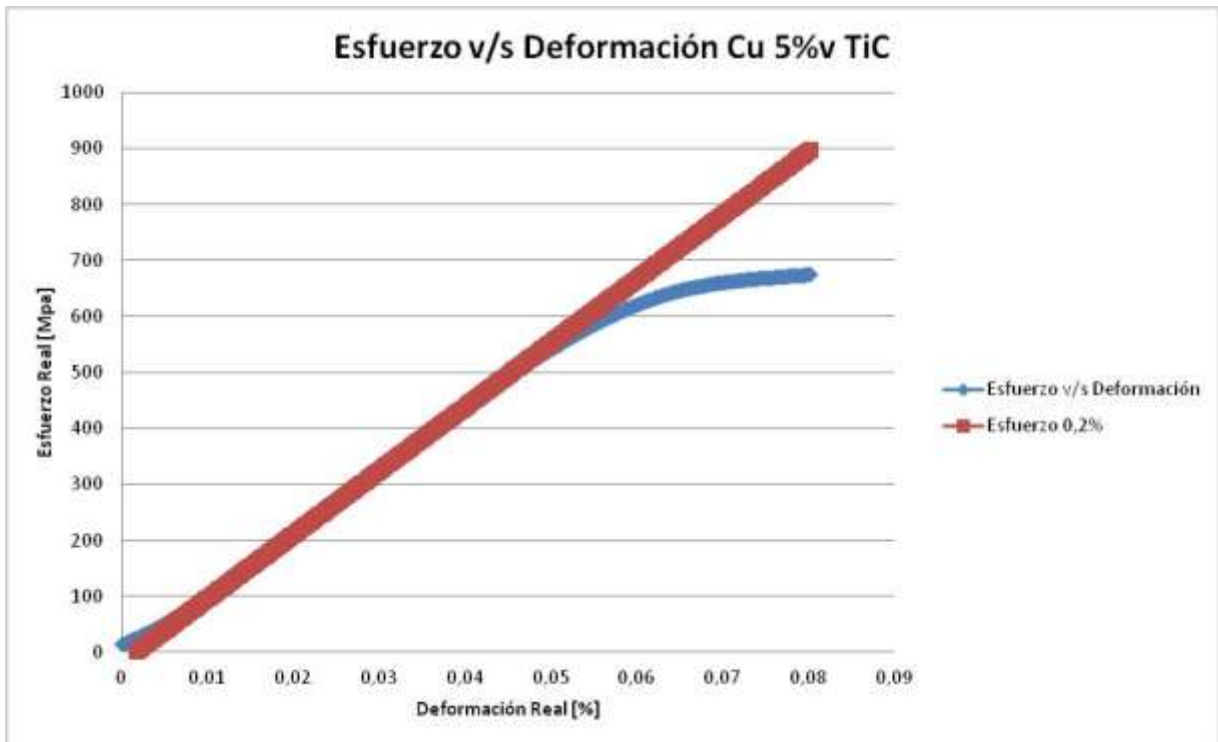


Gráfico 5-7 Ensayo Compresión Cu - 5% TiC

Como se puede apreciar en el gráfico 5-7, el límite de fluencia del material estudiado corresponde a la intersección de ambas curvas, que en este caso corresponde a [406,0.051].

5.4.3 Cu - 7.5%v TiC

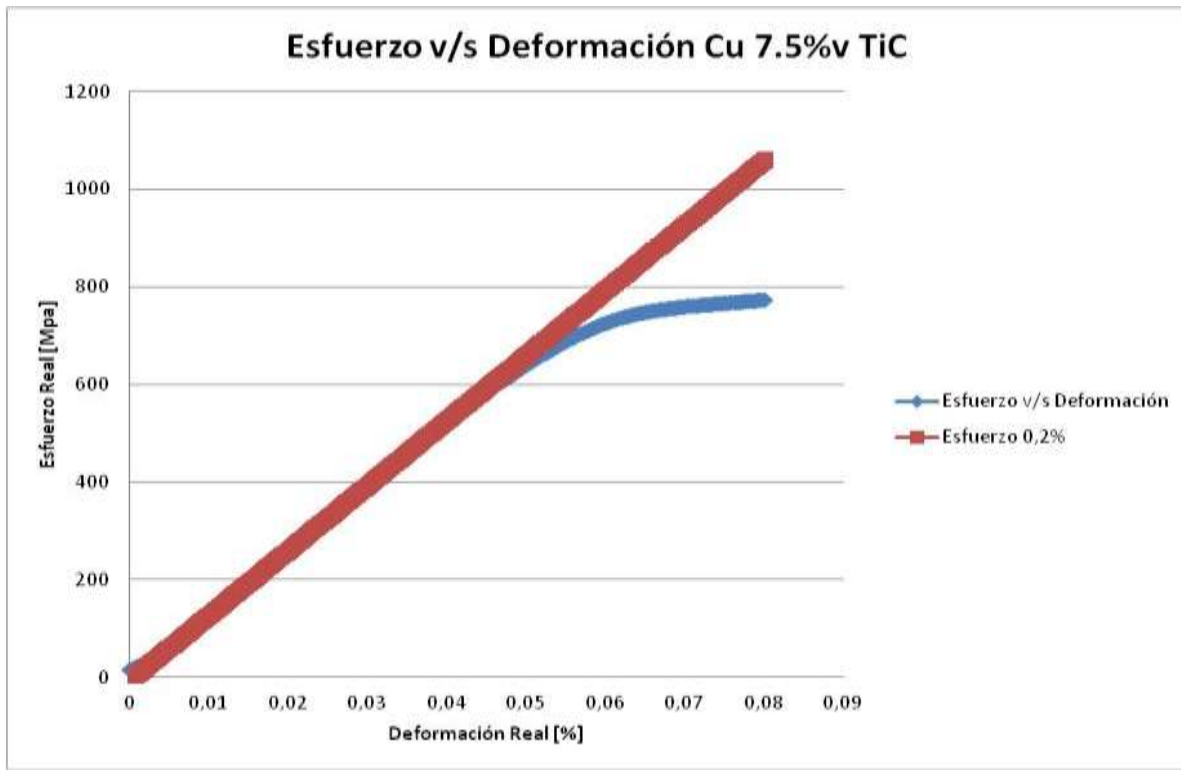


Gráfico 5-8 Ensayo Compresión Cu - 7.5% TiC

Como se puede apreciar en el gráfico 5-8, el límite de fluencia del material estudiado corresponde a la intersección de ambas curvas, que en este caso corresponde a [600,0.051].

5.4.4 Cu - 10%v TiC

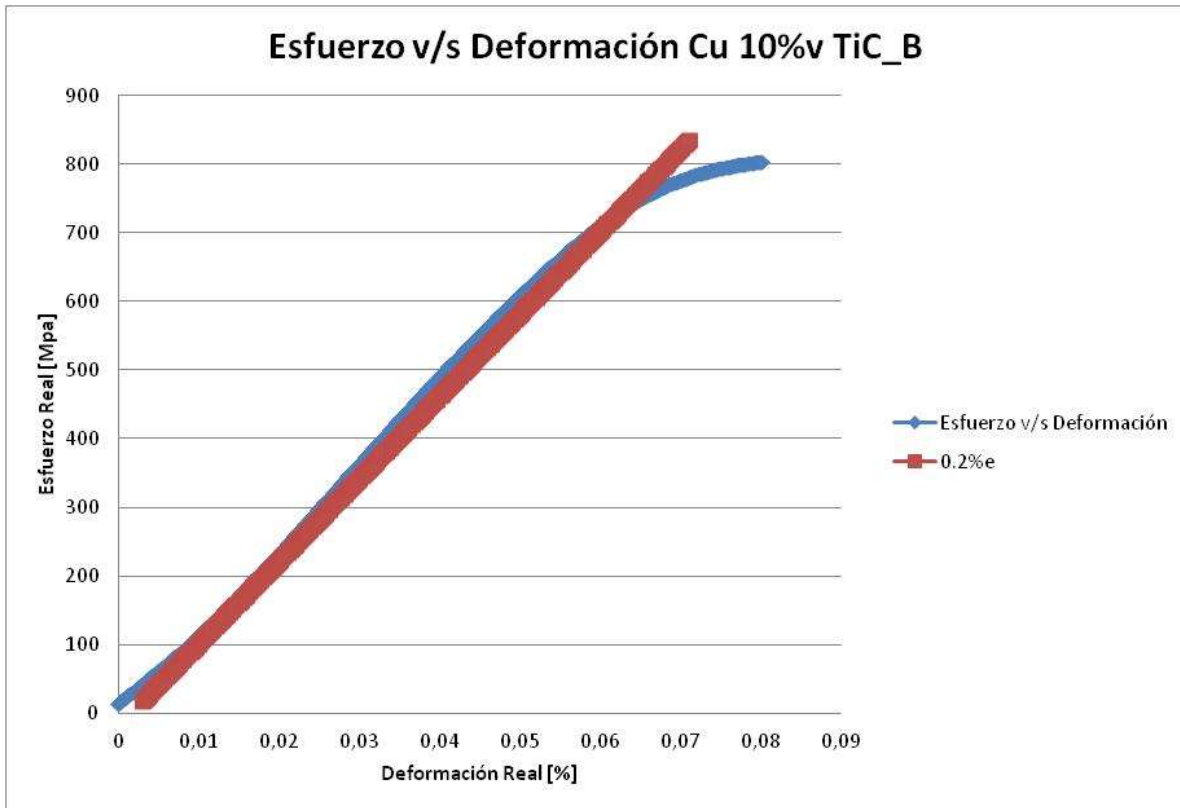


Gráfico 5-9 Ensayo Compresión Cu - 10% TiC

Como se puede apreciar en el gráfico 5-9, el límite de fluencia del material estudiado corresponde a la intersección de ambas curvas, que en este caso corresponde a [702,0.06].

En la tabla (5-10) se resumen los parámetros obtenidos de las curvas de compresión expuestas anteriormente.

Tabla 5-10 Resumen límites de fluencia obtenidos experimentalmente

Aleación	Límite Fluencia [Mpa]
Cu-0%v TiC	259
Cu-5%v TiC	406
Cu-7,5%v TiC	600
Cu-10%v TiC	702

5.5 RESISTENCIA LA ABLANDAMIENTO

La dureza medida (microdureza Vickers) fue obtenida en las probetas maquinadas de las barras provenientes del proceso de extrusión, en donde se escogieron las probetas con durezas similares para poder someterlas y medir la dureza posterior a dicho tratamiento.

Las mediciones en las probetas presentan diferencias en cuanto a la ubicación de éstas con respecto a la barra original de extrusión, es por ellos que se seleccionó las probetas con dureza similar y elevada.

En el gráfico (5-10) se presenta la resistencia al ablandamiento de las cuatro aleaciones estudiadas.

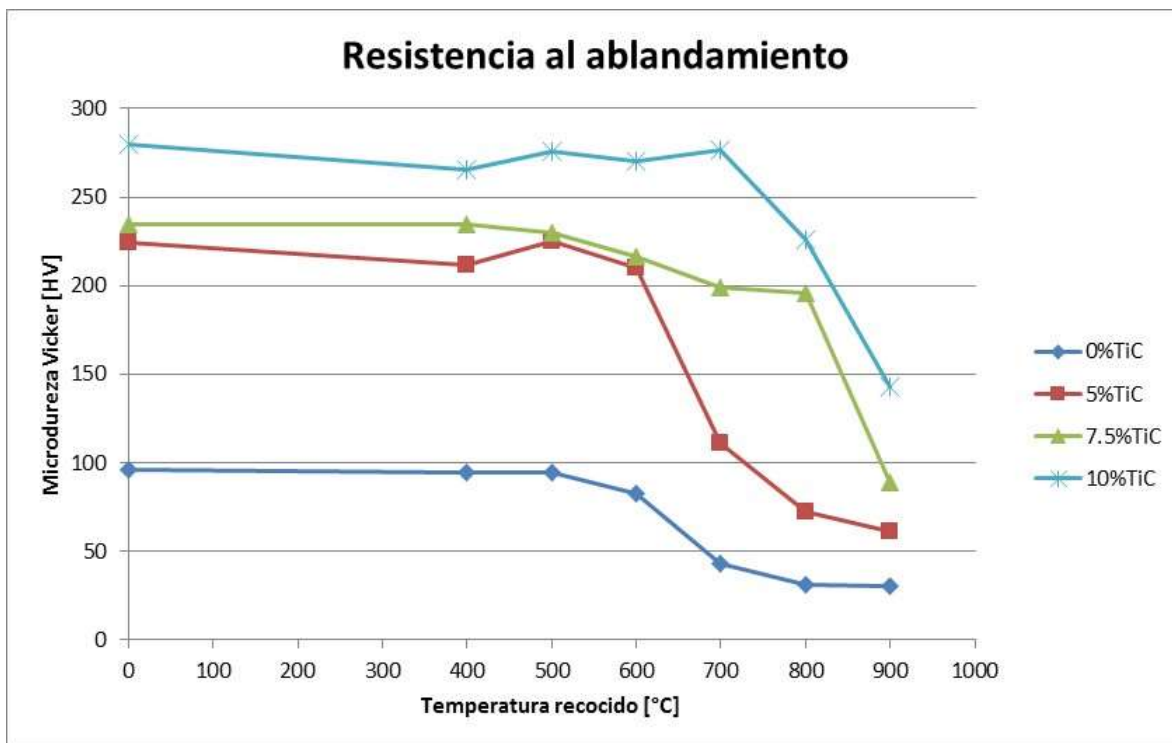


Gráfico 5-10 Microdureza Vickers 100 g medida en frío, versus temperatura de recocido (1 hora), para las distintas aleaciones estudiadas

Es importante mencionar que estos resultados obtenidos concuerdan con trabajos previos como el de Zamorano [13], pero a diferencia de él, en este caso también se encontraron segregaciones al

observar las probetas, distinguiéndose zonas circulares más oscuras. Las durezas medidas tanto en la zona clara como en la zona oscura, resultaron similares, contrario a lo que Zamorano encuentra en su trabajo, donde estas mediciones arrojan resultados muy distintos.

5.6 MODELO DE BESTERCI

A modo de comparación, se toma el modelo de Besterci [7] para determinar, de acuerdo a sus distintos agentes aditivos de la ecuación, el límite de fluencia teórico que cada material debía entregar experimentalmente.

La ecuación del modelo es la (2.2), de la cual se desprenden los siguientes factores aditivos:

R_{PN} : Endurecimiento de Peierls - Nabarro

R_S : Contribución endurecimiento por sustitución

R_D : Contribución endurecimiento por dislocaciones.

R_{LC} : Contribución endurecimiento por subgranos, de acuerdo a Langford - Cohen.

R_P : Contribución directa de endurecimiento por partículas.

En la siguiente sección se detalla cómo se obtuvo cada factor aditivo de la ecuación de Besterci:

5.6.1 *Endurecimiento de Peierls - Nabarro*

Correspondiente a la ecuación (2.2), se consideró que al igual que en el trabajo de Espinoza [5], tomando como referencia los parámetros del cobre puro [13], la contribución de Peierls - Nabarro equivale a $\sigma_0=26$ [MPa].

5.6.2 *Endurecimiento por sustitución*

Según Besterci [7] este factor se puede considerar como $\sigma_s=5$ [MPa], para metales donde su red se ve distorsionada por átomos sustitutos.

5.6.3 *Endurecimiento por dislocaciones*

La contribución por la densidad de dislocaciones, la que puede ser calculada por la ecuación (2.5), y en donde: $\alpha=0.2$ [7], $G=42.1$ [GPa], [15], $b=0.256$ [nm] para cobre [5].

Por otro lado, la densidad de dislocaciones se tuvo que calcular a partir de los datos entregados por el análisis de difracción de rayos x, se pudo determinar directamente el parámetro de red y el factor de forma. Entonces es a partir de estos dos parámetros, que se logra hacer una estimación de la densidad de dislocaciones en la red. Aunque cabe destacar, que esta aproximación a la densidad de dislocaciones es bastante gruesa, pero como su contribución resulta bastante menor que otras, se toma como aceptable los valores obtenidos.

La tabla a continuación resume las densidades de dislocación obtenidas par las cinco aleaciones estudiadas:

Tabla 5-11 Densidades de dislocación obtenidas para todas las elaciones

Aleación	a [Å]	e	Densidad de dislocaciones
Cu-0%v TiC	3,6168E-08	0,0319	9,75443E+14
Cu-5%v TiC	3,1683E-08	0,0417	1,66166E+15
Cu-7,5%v TiC	3,6195E-08	0,0566	1,72814E+15
Cu-10%v TiC	3,6210E-08	0,0258	7,88002E+14

Utilizando entonces estas densidades de dislocaciones, las contribuciones por este mecanismo para cada aleación resultaron alcanzar los siguientes valores

Tabla 5-12 Esfuerzo por densidad de dislocaciones

Aleación	Esfuerzo por Densidad de dislocaciones [Mpa]
Cu-0%v TiC	134
Cu-5%v TiC	153
Cu-7,5%v TiC	179
Cu-10%v TiC	120

5.6.4 Contribución de subgranos

La cuantificación del aporte al límite elástico provocado por el tamaño de grano presente en el material se puede calcular usando la ecuación (2.6), en la que están presentes dos factores: la

constante k_{LC} que según Anderson[14] se estima en $0.16 [MPa\sqrt{m}]$. El otro factor que incide en este mecanismo es la dimensión promedio del tamaño de grano en el material. Para tener un estimación aceptable de este parámetro, se recurrió a los resultados obtenidos del DRX, del que se pudo desprender los tamaños de cristalita, entonces se toma como primera aproximación el tamaño de grano como el tamaño de cristalita presente encontrado.

Los tamaños de grano encontrados para cada aleación en estudio resultaron:

Tabla 5-13 Tamaños de grano de las aleaciones

Aleación	Tamaño de grano [nm]
Cu-0%v TiC	119
Cu-5%v TiC	146
Cu-7,5%v TiC	118
Cu-10%v TiC	43

A raíz de los tamaños de grano obtenidos, se pudo estimar el aporte al endurecimiento por este mecanismo, los cuales resultaron para cada aleación los valores mostrados a continuación:

Tabla 5-14 Esfuerzo de Hall Petch

Aleación	Hall Petch [Mpa]
Cu-0%v TiC	463
Cu-5%v TiC	418
Cu-7,5%v TiC	465
Cu-10%v TiC	771

5.6.5 Endurecimiento por dispersión

Finalmente, el aporte al endurecimiento provocado por partículas, también llamado de Orowan, se pudo determinar gracias a la ecuación (2.7), en la que intervenían los siguientes parámetros: $M=3.07$ para materiales fcc [8], $\nu = 0.34$ (Modulo de Poisson), $G=42.1 [GPa]$, $b=0.256$, ambos igual que para el caso de Endurecimiento por dislocaciones, f_v : fracciones en volumen reales presentes en cada aleación, presentadas en la tabla (5-7) y finalmente el diámetro de partícula, el cual se adopta como $6.1[nm]$ según Espinoza[5].

Los resultados obtenidos finalmente para cada aleación son los siguientes:

Tabla 5-15 Esfuerzo por partículas en dispersión

Aleación	Orowan [Mpa]
Cu-0%v TiC	0
Cu-5%v TiC	415
Cu-7,5%v TiC	318
Cu-10%v TiC	281

A modo de resumen se puede ver la tabla (5-16) que contiene todas las contribuciones y el resultado de la adición de todos los mecanismos, que resultan en el límite de fluencia que se esperaría para las aleaciones en estudio:

Tabla 5-16 Resumen de todos los aportes considerados por Besterci

Aleación	Peiels Nabarro [Mpa]	Sustitución [Mpa]	Densidad de dislocaciones [Mpa]	Tamaño de Grano [Mpa]	Partículas [Mpa]	TOTAL [MPa]
Cu-0%v TiC	26	5	134	463	0	627
Cu-5%v TiC	26	5	153	418	415	1017
Cu-7,5%v TiC	26	5	179	465	318	1055
Cu-10%v TiC	26	5	120	771	281	1205

6 DISCUSIÓN

En los siguientes párrafos se discuten los resultados obtenidos mostrados en el punto 5

6.1 ANÁLISIS QUÍMICO

6.1.1 Polvos

Como se puede apreciar en las tablas (4-1) de porcentajes en peso nominales y las (5-1), (5-2), (5-3), (5-4) y (5-5) de porcentajes en peso reales obtenidos luego de la molienda, se puede ver que los polvos reales contienen mucho menos cantidades en peso que las esperadas:

Cantidad de Titanio: Para el caso de 0%v TiC la cantidad de titanio es prácticamente nula, que es lo que se esperaba. Para 5%v TiC la cantidad esperada era de 2.25%p, sin embargo lo que quedó solo alcanzó al 0,84%p. Para 7,5%v TiC el porcentaje en peso esperado era 3,41%p, pero lo que realmente quedó fue solamente un 0,65%p. Para el caso de 10%v TiC se esperaba un 4,61%p, pero lo que realmente quedó fue un 0.81%p.

Para todos los casos se puede apreciar un gran déficit del titanio incorporado en la matriz, en todos los casos se alcanzan déficits del orden incluso inferior a la mitad de lo requerido teóricamente. Esto se puede haber producido debido a que durante el estudio de la molienda, el proceso de tomar las muestras cada cinco horas implicó el vaciado de las bolas de molienda y polvos en otros recipientes, dado que era imposible tomar muestras de una forma menos invasiva para los polvos. Todo esto implicaba un lavado con hexano repetitivo, el cual se sabe que se lleva gran cantidad del titanio en el proceso de la molienda, provocando una disminución mayor de lo esperado en el que ingresó en la matriz de cobre.

Cantidad de Carbono: Para el caso de 0%v TiC la cantidad de carbono alcanza el 0,11%p. Para 5%v TiC la cantidad esperada era de 0,56%p, sin embargo lo que quedó solo alcanzó al 0,22%p. Para 7,5%v TiC el porcentaje en peso esperado era 0,86%p, pero lo que realmente quedó fue solamente un 0,19%p. Para el caso de 10%v TiC se esperaba un 1,16%p, pero lo que realmente quedó fue un 0.09%p.

Para todos los casos se puede apreciar un gran déficit del carbono incorporado en la matriz, en todos los casos se alcanzan déficits del orden incluso inferior a la mitad de lo requerido teóricamente. Lamentablemente, en estos casos es el carbono el que determina la cantidad final de carburo de titanio que se podría llegar a formar, porque es el que se acaba primero, esto implica, que viendo que a medida que se requería más carbono, porque el porcentaje de TiC aumentaba, este resultó ir disminuyendo para las aleaciones estudiadas, dando como resultado final que la cantidad de TiC formada fuese muy por debajo de los porcentajes teóricamente esperados.

El siguiente gráfico muestra la relación existente entre la cantidad de titanio presente en la matriz de cobre, versus la cantidad de carbono que ingresa también en la matriz de cobre.

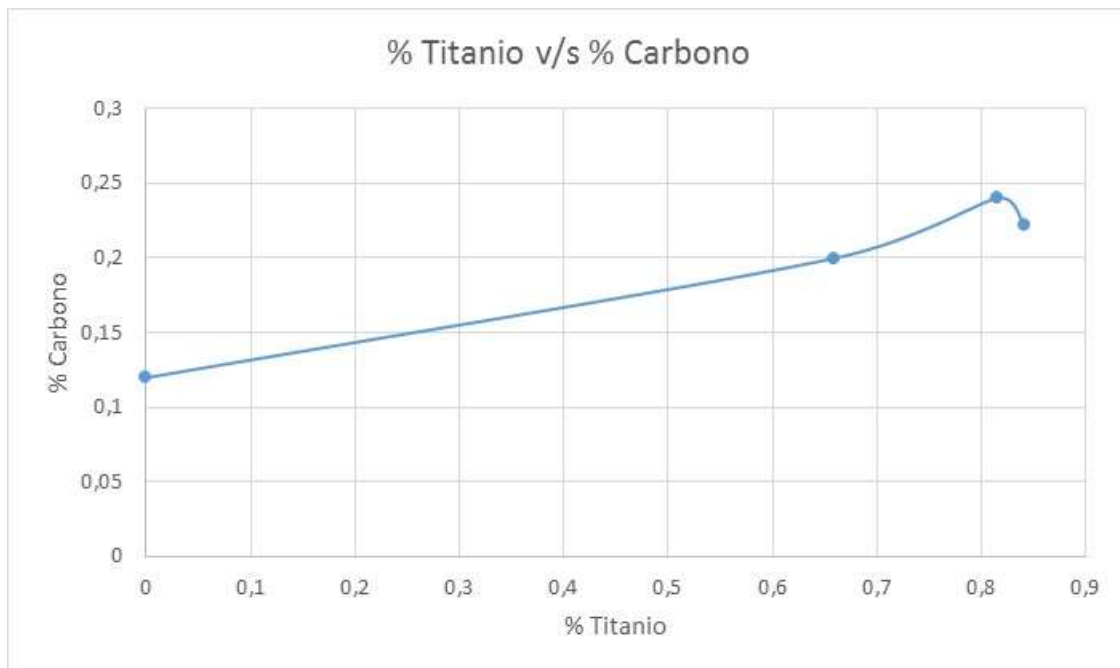


Gráfico 6-1 Porcentaje Ti v/s Porcentaje C

Lo que muestra el gráfico (6-1) es que hay una tendencia a que el Titanio en cierta medida atrae carbono hacia la matriz, es decir, mientras mayor es la cantidad de Ti presente en la matriz, mayor va a ser la cantidad de carbono que ingrese en el cobre.

6.1.2 *Material extruido*

En la tabla (5-6) se pueden apreciar las cantidades presentes tanto de carbono como de titanio en el material una vez extruido. Entonces analizando cantidades presentes de titanio y carbono, se puede afirmar lo siguiente:

Cantidad de Titanio: Para el caso de 0%v TiC la cantidad de titanio es prácticamente nula, que es lo que se esperaba. Para 5%v TiC la cantidad esperada era de 2.25%p, sin embargo lo que quedó solo alcanzó al 1.74%p, valor que dista mucho de lo que se tenía previo a la extrusión, por lo que se puede afirmar que había más titanio en la matriz que el análisis anterior no detectó. Algo similar ocurre con el resto de los casos. Para el caso de 7,5% TiC el porcentaje en peso esperado era 3,41%p, pero lo que realmente quedó fue solamente un 1.75%p, valor nuevamente muy superior a lo obtenido en el análisis de los polvos antes de ser extruidos. Por otro lado, para el caso de 10%v TiC se esperaba un 4,61%p, pero lo que realmente quedó fue un 2,27%p, valor muy por sobre lo obtenido en los polvos sin extruir.

Para todos los casos se puede apreciar un gran déficit del titanio incorporado en la matriz, en todos los casos se alcanzan déficits del orden incluso inferior a la mitad de lo requerido teóricamente. También es importante destacar las diferencias existentes entre la composición medida antes y después de la extrusión. Viendo esto se puede afirmar que ninguna medición entonces resulta confiable, dadas las diferencias, pero para casos de esta investigación se tomará como datos para los cálculos posteriores, las composiciones del material extruido, porque es el material extruido el que es sometido a las pruebas mecánicas, no son los polvos.

Cantidad de Carbono: Para el caso de 0%v TiC la cantidad de carbono alcanza el 0,12%p. Para 5%v TiC la cantidad esperada era de 0,56%p, sin embargo lo que quedó solo alcanzó al 0,20%p. Para 7,5%v TiC el porcentaje en peso esperado era 0,86%p, pero lo que realmente quedó fue solamente un 0,17%p. Para el caso de 10%v TiC se esperaba un 1,16%p, pero lo que realmente quedó fue un 0.09%p.

6.2 ANÁLISIS DRX

6.2.1 *Polvos*

Viendo las figuras (5-1), (5-2), (5-3) y (5-4), las cuales muestran la evolución de los polvos durante la molienda, se puede afirmar:

Se logra observar alta deformación de la microestructura de la aleación, que es deducido por la rápida disminución de la altura de los picos [111] y [100], así como la intensidad relativa entre ambos. En el caso de la disminución de la altura, se puede afirmar que esta puede deberse a una disminución de la cristalinidad acompañada por una disminución del tamaño de cristalita (también llamadas dominios coherentes). Esto último se infiere del ensanchamiento de los picos a medida que la molienda avanza en el tiempo. Para el caso de la intensidad relativa medida, ésta da cuenta de la textura u orientación preferencial que se produce en los polvos durante la molienda. Al inicio de la molienda se puede apreciar que hay un brusco aumento en la razón inicial entre los picos [111] y [100], lo que se puede deber al proceso inicial de "amorfización", que afectaría primeramente a los planos [111], disminuyendo su cantidad relativa. Posteriormente, durante la molienda, habría un efecto de texturización de los polvos, debido a la deformación preferencial de los planos [111], graficado en la disminución por debajo del valor inicial de la razón en la altura relativa de ambas reflexiones, es decir, durante la molienda, no se observan grandes diferencias entre el material puro y los distintos porcentajes de TiC.

6.2.2 *Material extruido*

Comparando los patrones de difracción de rayos x de los materiales extruidos se pueden observar diferencias más definidas entre los distintos porcentajes de TiC:

Para el caso del material puro, se observa una fuerte textura de los dominios cristalinos representados por los planos [100], reflejado en el alto contenido cociente entre los picos [111] y [100], producto tanto del proceso de molienda como del de extrusión en caliente.

Para el caso del 5% v TiC, se observa que la proporción entre ambas señales es cercana a la teórica, de 0,5, en fuerte contraste con lo observado para 7,5% v TiC y 10% v TiC, en los que la textura está marcada por una gran presencia de dominios orientados en los planos [111].

Finalmente, lo más importante de éste estudio consistió en lograr determinar los valores de densidad de dislocaciones y dado que no se contó con análisis de microscopía, aproximar el tamaño de grano de la red por el tamaño de cristalita obtenido en este análisis.

6.3 CODUCTIVIDAD ELÉCTRICA

El resultado obtenido, en la determinación de la conductividad eléctrica, realizado por el Departamento de Materiales en la Universidad de Concepción, fue prácticamente 100% para 0%v TiC, que era lo esperado. Para el caso del 5%v TiC el resultado fue %IACS = 82%, para 7,5%v TiC fue %IACS = 47,9%, para 10%v TiC_A fue %IACS = 98.6% y finalmente para 10%v TiC_B fue %IACS = 69.43%. Comparando estos valores con estudios previos, como por ejemplo el de Zamorano [13] para Cu 5%v VC %IACS = 69%, o el caso de Pincheira [16] que para Cu - 2,5%v ZrO₂ - 2,5%v TiC %IACS = 80,04%, el material del presente trabajo no está muy lejos de ellos, era de esperarse una disminución de la conductividad en comparación con el cobre puro. Esta disminución de la conductividad es un indicio de que los polvos elementales de Ti no reaccionaron todos con el C del hexano y/o a que las aleaciones pudieron haberse contaminado durante el proceso de fabricación y por lo tanto quedó Ti o elementos contaminantes en solución sólida.

Otro factor que pudo afectar la conductividad, aunque menos importante que el anteriormente mencionado, es la diferencia microestructural entre los materiales, debido principalmente a una mayor densidad de dislocaciones, refinamiento de tamaño de grano y la interacción propiamente tal de las partículas de refuerzo de la matriz.

En el caso de la porosidad que se puede apreciar a simple vista en las aleaciones y la cantidad de partículas son otros factores importantes en la disminución de la conductividad del material.

6.4 DENSIDAD POST EXTRUSIÓN

El resumen de densidad para las aleaciones estudiadas se encuentra en la tabla (5-8), en donde se puede ver que la aleación que obtuvo densidad relativa mayor fue el 7,5%v TiC. Seguido muy de cerca por 10%v TiC, 5%v TiC y 0%v TiC, respectivamente. Estos resultados con bastante parecidos a lo obtenido por Zamorano [13] y Pincheira [16], sin embargo, en comparación con el trabajo de Villavicencio [17], los resultados son diferentes. Se utilizó el mismo método de trabajo de este

trabajo para medir densidad, con los mismos equipos, por lo que no es factible que haya errores de medición.

6.5 RESISTENCIA AL ABLANDAMIENTO

En el gráfico (5-6) se muestran las curvas de dureza en función de la temperatura de recocido medida a temperatura ambiente para las 5 aleaciones estudiadas en el presente trabajo. El material que obtuvo mayor dureza fue el Cu - 10%v TiC, con un valor de 279 HV, que se mantuvo relativamente constante entre las temperaturas 400 y 700°C, sin embargo decae a 225 HV y 143 HV después de un recocido a 800 y 900°C respectivamente.

Las aleaciones Cu - 5%v TiC, 7,5%v TiC presentaron durezas muy similares, del orden de 230 HV, la cual se mantiene constante hasta los 600°C, sin embargo el Cu - 7,5%v TiC mantiene relativamente constante su dureza aun hasta los 800°C, pero finalmente también decae después de un recocido a 900°C, midiéndose un valor cercano a las otras aleaciones antes nombradas.

Se observó también que la dureza obtenida de la aleación Cu - 10%v TiC es bastante más baja que la obtenida por Montecinos (430 HV) [20], para una aleación que apunta a la misma fracción volumétrica de dispersoide. Cabe destacar que el caso de Montecinos se utilizó un molino del tipo Spex, de más alta energía que el atritor, y se agregó grafito como fuente de C, lo que explicaría en cierto modo la notable diferencia de microdurezas. Por otra parte cabe agregar también que las aleaciones de 5%v TiC y 7,5%v TiC sufrieron oxidación al momento de ser secadas, previo a la compactación y posterior extrusión, esto pudo mermar la resistencia de estas aleaciones.

En todas las aleaciones, salvo la de 0%v TiC, se pudo observar segregación en las probetas, pues se distinguieron dos zonas (clara y oscura). En ambas zonas se midieron durezas, pero ambos resultados resultaron ser similares al resto de las mediciones en la probeta, se menciona esto para mostrar que si hubo segregación y que claramente la conformación final del material no fue lo teóricamente esperado.

Para el caso específico del 0%v TiC, se obtuvieron durezas del orden de 96 HV, que están muy cerca de lo obtenido en cobre puro por molienda reactiva [18], estudio en el cual se obtuvieron durezas del orden de 104 HV, sin embargo, para los recocidos a mayor temperatura, se llegó a durezas del orden de 30 HV, que es un valor muy bajo, esto ocurrió debido a la alta porosidad del

material, que se puede presenciar a simple vista. Caso similar se observa para recocidos sobre 800°C para las aleaciones de 5%v TiC, 7,5%v TiC y 10%v TiC, donde las durezas medidas están por debajo de los 100HV, bordeando los 60 HV. En estos casos también se observó porosidad a simple vista, incluso, algunas probetas crecieron en tamaño mucho, debido a la liberación de gases o del mismo aire de los poros. Por otro lado, esta baja dureza presente en los casos mencionados previamente, se puede atribuir a la fuerza impulsora presente en el proceso de molienda. Pues dado que se utilizó un molino atritor durante 20 horas, a diferencia de otras experiencias como la de Zamorano o Montecinos, donde la molienda es de 6 horas en algunos casos, la densidad de dislocaciones es muy superior en el primer caso y hay mucha energía acumulada en el material, que al ser recocido a alta temperatura (900°C) hay una recuperación y recristalización. La energía acumulada durante la molienda tiende a ser liberada velozmente, lo que explicaría las caídas abruptas de dureza entre 700 y 900°C.

6.6 ENSAYO DE COMPRESIÓN

El ensayo de compresión realizado durante este trabajo, tiene por objetivo determinar el límite de fluencia de los materiales en estudio.

Viendo el gráfico (6-1) se puede distinguir que hay una tendencia relativamente lineal entre la comparación del modelo teórico con lo medido experimentalmente. Esto significa, que a pesar que la pendiente del gráfico no es 1, hay una tendencia entre la diferencia entre ambos valores.

Dentro de los resultados finales también se puede observar que a medida que la cantidad de Ti nominal aumenta, se ve un incremento en el límite de fluencia del material, ver gráfico (6-2), incluso viendo que las cantidades nominales no se cumplen. Por otro lado, observando el gráfico (6-3) se logra ver con claridad que los valores reales de TiC son bajos, pero que no hay una correspondencia clara de que a mayor concentración de TiC mayor es su resistencia mecánica, lo que demuestra que existe otro factor que mejora las propiedades mecánicas y que no todo es gracias a la presencia de TiC.

En el caso del 0%v TiC, el límite de fluencia calculado mediante el modelo de Besterci, se aleja mucho del observado experimentalmente, el teórico resulta más del doble que el experimental. Dentro del modelo teórico, los mayores contribuyentes resultan el del tamaño de grano, el que aporta cerca del 83% del endurecimiento total, le sigue la densidad de dislocaciones, con cerca del

21% de aporte al endurecimiento, el 5% restante corresponde a P-N y sustitución, en general el aporte de estos dos últimos es igual en todos.

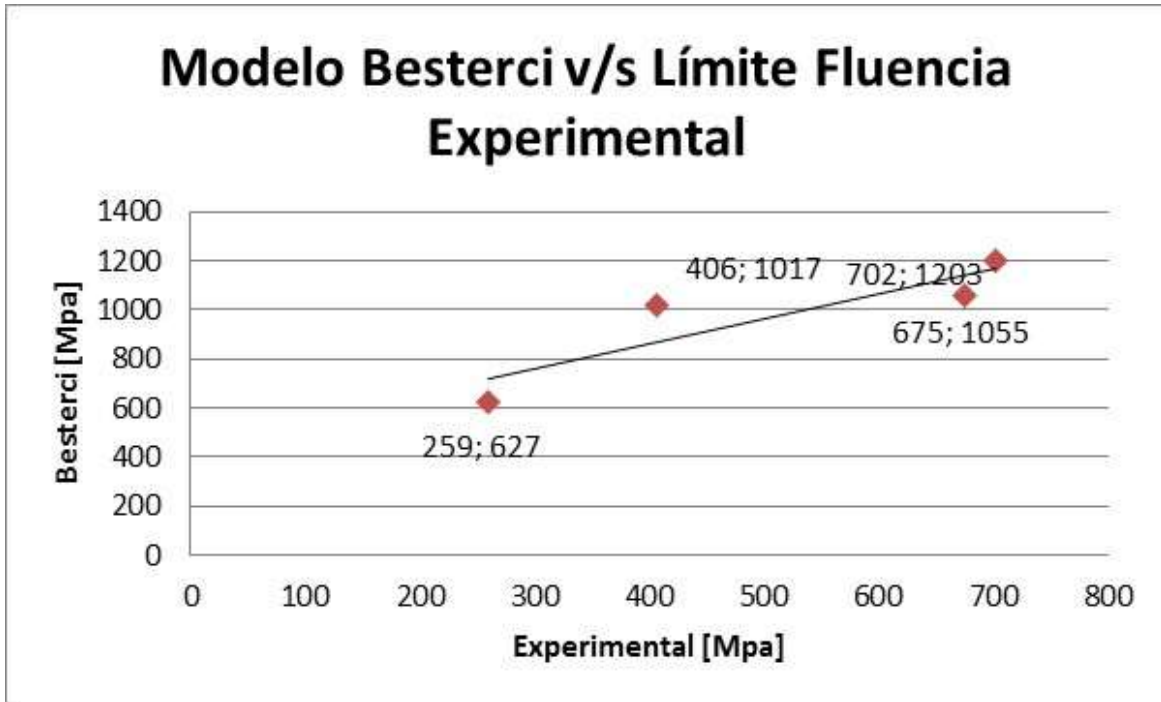


Gráfico 6-2 Límite de Fluencia v/s Modelo Besterci

Para el caso de 5%v TiC, el límite de fluencia obtenido por el modelo teórico corresponde, al igual que el caso anterior, a más del doble que el obtenido experimentalmente. Dentro del modelo de Besterci los mecanismos que más destacan aportando son tamaño de grano y Orowan, que en su conjunto adicionan el 81% de las contribuciones totales, les sigue densidad de dislocaciones, con un 15% y el resto corresponde a P-H y Sustitución.

Por otro lado la aleación de 7,5%v TiC el límite de fluencia calculado a través de Besterci, entrega algo un poco menor al doble del límite medido experimentalmente. En el modelo teórico los aportes de tamaño de grano y Orowan ascienden al 74%, menos que los dos anteriores, a continuación viene el aporte por la densidad de dislocaciones, que en este caso es el mayor de todos los aportes por dislocaciones, cuyo valor llega al 16%, dejando el resto para P-H y sustitución.

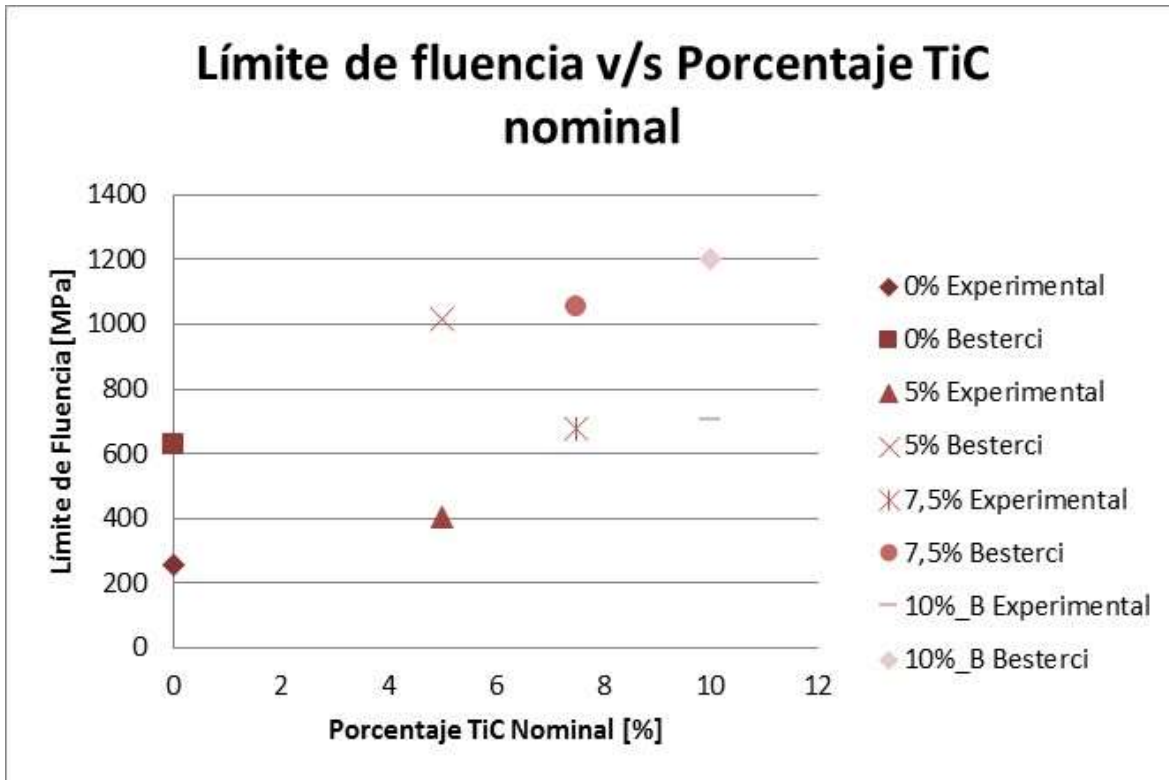


Gráfico 6-3 Límite de fluencia v/s Porcentaje de TiC nominal

Finalmente, el caso del 10%v TiC se muestra que al igual que para el caso de 7,5%v TiC, el límite elástico obtenido mediante la fórmula de Besterci es un poco menor que el doble del valor encontrado experimentalmente. Considerando como mayores aportes al modelo de Besterci están Hall Petch, donde acá cabe destacar que el aporte por si solo representa el 63%, el valor más alto de todos los aportes Hall Petch registrados, seguido por Orowan y Densidad de dislocaciones, que ascienden al 33%. Es muy importante destacar que en el caso del 10%v TiC_B, la cantidad de carbono es la más baja de todas, esto implica que el TiC que se forma es el menor, sin embargo, al contener una gran cantidad de Ti, superior a todas las otras aleaciones y asumiendo que todo el carbono presente reacciona con el Ti, queda un remanente de Ti, que tiene que haber reaccionado de otra forma, como por ejemplo, formando la fase Cu_4Ti , la cual contribuye al endurecimiento por precipitados. Esta posible formación de otras fases se justifica aún más viendo el tamaño de grano estimado que se obtiene para esa aleación, resulta el menor de todas las aleaciones en estudio. Esto se consideró aplicarlo en el modelo de Besterci, sin embargo se desechó porque los valores resultaron ser demasiado grandes, dejando sólo el aporte de precipitados considerando únicamente carburo de titanio.

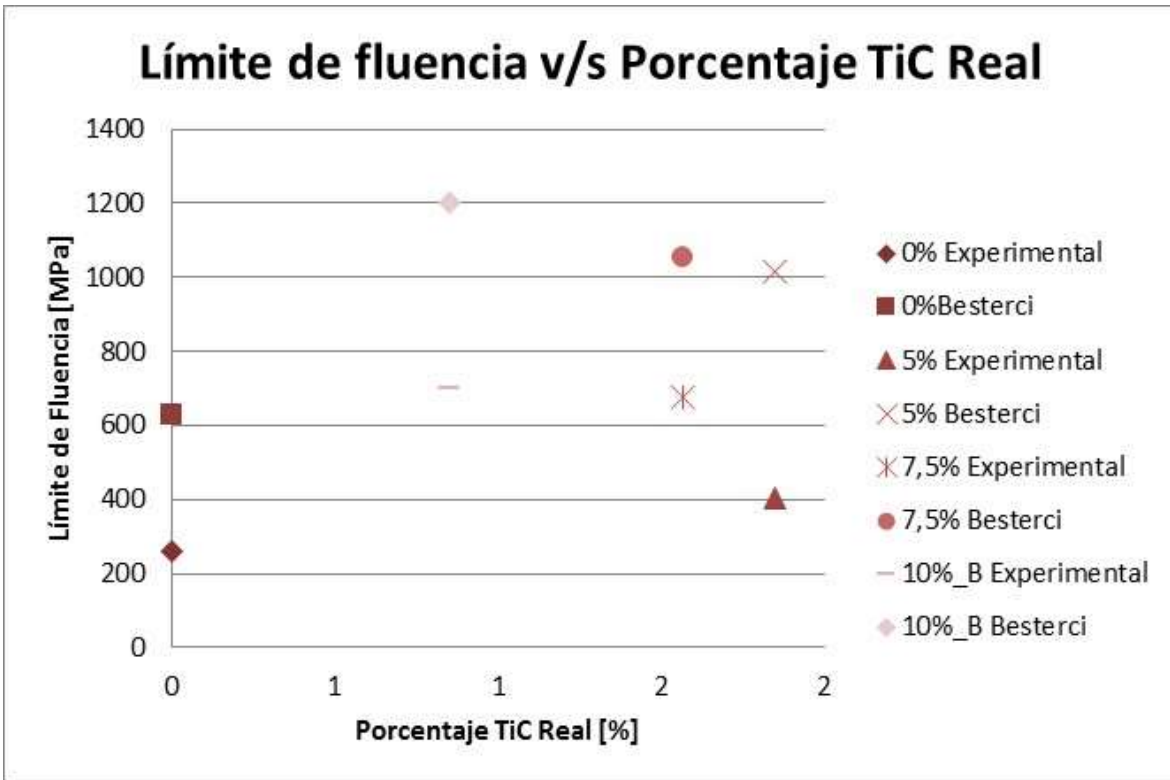


Gráfico 6-4 Límite de Fluencia v/s porcentaje de TiC Real

7 CONCLUSIONES

Las conclusiones son las siguientes:

- El análisis de composición muestra que gran parte del Ti que se incluye al inicio de la molienda se pierde, por lo que se vuelve necesario agregar más titanio del necesario, para lograr formar las fracciones en volumen esperadas.
- En general, en ninguna de las aleaciones estudiadas en este trabajo se formó la cantidad del posible dispersoide buscado, donde la aleación que más Ti alcanzó no supera el 3%p. y el resto no sobrepasan del 2%p.
- Dentro de los resultados obtenidos por DRX de los polvos se puede concluir que la molienda de 20 horas y extrusión en caliente resulta efectiva para lo que se busca: disminuir tamaño de grano y aumentar la densidad de dislocaciones.
- Los valores de conductividad obtenidos, 99%IACS, 82%IACS, 47%IACS, y 69%IACS, para las aleaciones 0%v TiC, 5%v TiC, 7,5%v TiC y 10%v TiC respectivamente, están dentro de los rangos esperados, por un lado el cobre puro tiene la mejor conductividad, y por otro la aleación de 7,5%v TiC es la que menor conductividad muestra, pero que está bastante cercana a la de 10%v TiC, que debiese ser la de menor conductividad, porque tiene la mayor cantidad de Ti.
- Con relación a la resistencia al ablandamiento de los materiales estudiados, se concluye que efectivamente hay una consistencia con los resultados con relación a su disminución de dureza a partir de cierta temperatura de recocido, vale decir, las partículas presentes en las aleaciones efectivamente impiden el movimiento de dislocaciones y crecimiento de tamaño de grano, en las aleaciones con mayor cantidad de Ti, desplazando el efecto de la temperatura a mayores grados, en comparación al material sin dispersoides presentes.
- Efectivamente se puede apreciar, que como se esperaba, al incrementarse la cantidad de Ti presente en las aleaciones, sus propiedades mecánicas, en este caso límite elástico y resistencia al ablandamiento, mejoran considerablemente, sin disminuir en exceso su conductividad eléctrica.
- El modelo teórico utilizado en el trabajo, se puede afirmar que como aproximación es buena, pero para cálculos posteriores es bueno saber que sobreestima los aportes, dando resultados, que en algunos casos sobre pasa el doble de lo medido experimentalmente, pero que en todos los casos la tendencia es similar.

Recomendaciones

- Se aconseja que para trabajos posteriores, la molienda se realice para gramajes que no superen los 150 g , esto porque en el caso de este trabajo, se utilizaron 250 g, lo que implica 2,5 kg de bolas, lo cual dificulta mucho el trabajo del molino atritor perteneciente al Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile
- Se aconseja realizar algún tipo de estudio de microscopía detallado a las probetas utilizadas en este proyecto, dado que no se tiene claridad de las fases y las cantidades de cada una presentes en las aleaciones desarrolladas, por lo que sería muy clarificados para depurar el trabajo, tener estudios de microscopia que refinan los datos y el modelo de Besterci utilizado.
- No cambiar el líquido de molienda durante la molienda, esto perjudica la cantidad de Ti que logra ingresar en la matriz.

8 REFERENCIAS

- [1] Rodrigo H. Palma, Aquiles H. Sepúlveda, Rodrigo A. Espinoza, Roberto C. Montiglio, "Performance of Cu-TiC alloy electrodes Developer by reaction milling for electrical-resistance welding", *Journal of Materiales Processing Technology*, 169,2005, pp.62-66.
- [2] C. English and D. Mazey, *Nuclear Energy*, Vol. 29, 1990, pp. 67-80.
- [3] Rodrigo H. Palma, Aquiles H. Sepulveda, Rodrigo Espinoza, M. Jesús Diáñez, José M. Criado, M. Jesús Sayagués, "High temperature deformation of dispersion-strengthened Cu-Zr-Ti-C alloys", *Materiales science and Engineering*, Vol. 391 A, 2004, pp-60-65.
- [4] W. Hayden, W Moffat, J Wulff, "Propiedades Mecánicas", Editorial Limusa-Valley S.A, 2^{da} edición, 1968.
- [5] Rodrigo G. Espinoza, Rodrigo H. Palma, Aquiles O. Sepúlveda, Alejandro Zúñiga, "Creep behavior of dispersion-strengthened Cu-Ti-Al alloy obtained by reaction milling", *Materials Science and Engineering A* 498, 2008, pp. 397-403.
- [6] Li Lu Man On Lai, "Mechanical alloying", Kluwer academic publishers, 1998.
- [7] M. Besterci, "Structure analysis of dispersion strengthening", Institute of Materials research of Slovak Academy of Sciences, *Scripta Metallurgica et materialia*, Vol. 30, No. 9, pp 1142-1150, 1994.
- [8] G.I Taylor, *J. Inst. Met.* 62 (1938) 307.
- [9] H.J Frost, M.F Ashby, *The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press, Oxford, 1982, p. 21.
- [10] Z. Zang, F. Zhou, and E.J. Lavernia. On the analysis of grain size in bulk nanocrystalline materials via x-ray diffraction. *Metallurgical and Materials transactions A*, 34A, June 2003.
- [11] J.M Cowley and J. Maxwell. *Diffraction Physics*. North-Holland, 2nd edition, 1981.
- [12] H. P. Klug and L.E. Alexander. *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*. John Wiley and Sons, 2nd edition, 1974.
- [13] S. A. Zamorano Ulloa, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, "Fluencia lenta de aleaciones en base cobre endurecidas por dispersión, obtenidas por molienda reactiva", 2006.
- [14] K. R. Anderson, J. R. Groza, *Met. Mater. Trans. A*26 (2001) 1211-1223.
- [15] H.J Frost, M.F. Ashby, *The plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press, Oxford, 1982, p. 21.

- [16] David Pincheira D, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico: "Deformación en caliente de aleaciones de Cu endurecidas por dispersión de TiC y ZrO₂", Universidad de Chile, 2003.
- [17] Juan Villavicencio, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, "Deformación en caliente de aleación de cobre obtenida por molienda reactiva criogénica", Universidad de Chile, 2003.
- [18] José Ignacio García Guerra, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico: "Deformación en caliente de aleaciones de cobre endurecidas por dispersión", Universidad de Chile, 2002.
- [19] María Luisa Ramón García, Centro de investigación en energía Universidad Nacional Autónoma de México, "Introducción a la Metodología de Rietveld", Septiembre 2007.
- [20] Susana Montecinos E., Rodrigo Palma H., "Caracterización de la aleación Cu – 10%v nominal TiC obtenida mediante molienda reactiva". Universidad de Chile.

9 Anexos

DIAGRAMA DE FASES Cu - Ti

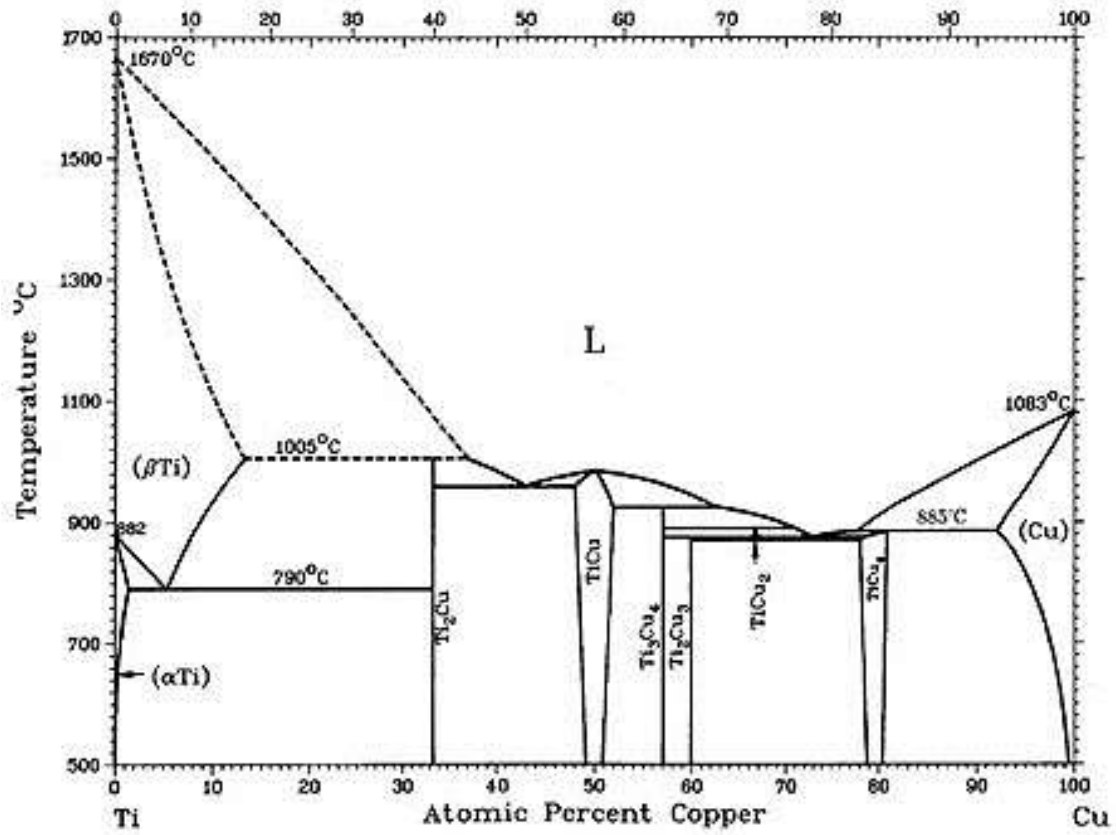


Gráfico 9-1 Diagrama de Fase Cu-Ti