

Comportamiento a la fatiga de un cobre refinado sin y con severa deformación mediante Presión en Canal Angular Constante

Berrios Ortiz J.A.

Escuela de Ingeniería Mecánica,
Facultad de Ingeniería y Arquitectura Universidad de El Salvador.
Correo Electrónico:jaberriosortiz@gmail.com

Huaman Marros P.K.

Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica,
Universidad Politécnica de Catalunya, España.

Higuera-Cobos O.F.

Facultad of Ingenierías Mecánica,
Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia.

Resumen

Se realizó una investigación con el fin de estudiar el efecto de la severa deformación plástica mediante Presión en Canal Angular Constante (ECAP) en un cobre refinado, sobre el comportamiento a la fatiga. Los especímenes se recocieron y la mitad de éstos se deformaron mediante 8 pases siguiendo la ruta Bc, obteniendo un tamaño de grano micrométrico. El Cu deformado severamente presentó un incremento en el esfuerzo de fluencia y esfuerzo a carga máxima. Los ensayos de fatiga se realizaron en una máquina de carga axial aplicando ciclos de esfuerzo fluctuante a frecuencia de 150 Hz. Se obtuvo un incremento en la vida a la fatiga. Mediante un estudio fractográfico se observó que las grietas de fatiga tienen sus inicios en la superficie libre de la probeta, con lo cual se puede concluir que el incremento en el comportamiento a la fatiga es debido a la severa deformación plástica.

Palabras clave: resistencia, fatiga, cobre, refinado, ECAP

Abstract

An investigation has been carried out in order to study the effect of severe plastic deformation by Equal Channel Angular Pressing (ECAP) in a refined copper on fatigue behavior. Specimens were annealed and half of them were deformed through 8 ECAP passes following the route Bc, obtaining an ultrafine grain size. The severely deformed Cu showed an increase in the yield stress and tensile strength. The fatigue tests were performed on an axial load machine applying fluctuating stress cycles at 150 Hz frequency. An increase in fatigue life was obtained. By fractographic study it was found that fatigue cracks have their beginnings in the free surface of the specimens, thus it can be concluded that the increase in the fatigue behavior is due to the severe plastic deformation.

Key words: fatigue, strength, refined, copper, ECAP



Introducción

En los últimos años la sociedad cada día demanda un mejor uso de los recursos, menor consumo energético y mayor eficiencia en la producción de materiales para conseguir mayor resistencia y menor peso para una aplicación dada; así, el procedimiento preferido para aumentar el comportamiento a la fatiga de los metales consiste en afinar el tamaño de grano de los mismos. Motivo por el cual, en los últimos años ha surgido un notable interés en investigar rutas de producción de metales con grano ultrafino con el fin de comercializar los mismos a nivel industrial.

Tradicionalmente el tamaño de grano de las aleaciones metálicas, tras su solidificación o algún proceso termomecánico clásico, es del orden de 100 μm . Así, según la relación de Hall-Petch, y asumiendo su validez en el intervalo submicrométrico, una disminución del tamaño de grano a 1 μm , promovería un aumento de la resistencia mecánica por un factor 10, y además disminuye la temperatura a la cual el material en consideración presentará condiciones de superplasticidad, o bien se puede conseguir tal característica a mayores velocidades de deformación. Cabe mencionar que, en la literatura se ha reportado que la relación de Hall-Petch parece no sólo no cumplirse en el intervalo nanométrico, sino que incluso se vuelve opuesta. Sin embargo, todavía en el intervalo submicrométrico mantiene su validez [1]. Aunque, parece que, el límite de validez de la ecuación de Hall-Petch es incluso dependiente del tipo de material considerado. Así, por ejemplo, para el cobre dicho valor se centra en un tamaño de grano de 50 nm, mientras que

en los aceros parece ser algo inferior a 1 μm [1]. De hecho, algunos resultados [1] han mostrado que aunque efectivamente la obtención de grano submicrométrico promueve un aumento del límite elástico, la relación esfuerzo máxima/límite elástico disminuye en estos materiales, lo cual no genera endurecimiento por deformación, y a su vez produce inestabilidad plástica.

En el mismo sentido se entienden por técnicas de deformación plástica severa, aquéllas que ofrecen deformaciones verdaderas del orden de 7, las cuales existen en procesos de laminación, forja, estirado de alambre e incluso en extrusión. No obstante, dado que casi todas éstas involucran cambios de forma en el material de modo que el producto final es de bajo espesor, lo que limita sus aplicaciones en productos para uso estructural.

Dado lo anterior, se han propuesto técnicas de severa deformación con cambios mínimos en las dimensiones del material, donde la única limitación al proceso de deformación es la ductilidad intrínseca del material. Así, una de estas técnicas es el Conformado por Presión en Canal Angular Constante (ECAP, Equal Channel Angular Pressing), ya sea estirado o por extrusión. El proceso desarrollado por Segal en 1972, consiste en deformar por cizalladura simple una porción de material confinado en un molde con dos canales que se interceptan y que tienen idéntica sección transversal [2-5]. Bajo estas condiciones el espécimen metálico a deformar se introduce dentro del canal como un cuerpo rígido y en la zona de intersección entre los dos canales, en una fina capa, se produce la cizalladura simple del mismo. De este modo el espécimen completo (excepto pequeñas

porciones de la cabeza y cola) se deforma de manera uniforme, manteniendo la geometría constante. Cabe destacar, que tanto la presión de conformación como también la temperatura no parecen tener excesiva influencia en los resultados de la deformación, especialmente cuando la temperatura se mantiene por debajo de la de recristalización [6]. Por el contrario, las rutas de procesamiento, esto es rotar 90 o 180° el espécimen antes de continuar con el siguiente pase de deformación, parece inducir estructuras más finas. Así, se ha demostrado que todas las rutas de procesado pueden resumirse en cuatro variantes, siendo una de ellas la que produce mejores resultados [6]. No obstante el proceso se debe repetir n veces hasta completar ciclos de deformación.

Por lo tanto, la presente investigación ha sido realizada con la finalidad de desarrollar una microestructura de grano ultrafino en un cobre refinado mediante ECAP utilizando 8 pases y siguiendo la ruta Bc, con el fin de estudiar la resistencia a la fatiga. Además, realizar un estudio fractográfico de la superficie de la falla de las probetas ensayadas a tracción y por fatiga.

Metodología Experimental

Se maquinaron 20 especímenes cilíndricos de 60 mm de longitud y 10 mm de diámetro. A los especímenes se les realizó un tratamiento térmico de recocidos a 600 °C durante 30 minutos, en un horno tubular de 80 mm de diámetro, en una atmósfera inerte de argón y en cada recocido se trataban térmicamente 6 especímenes soportados en un accesorio cerámico.

Estos recocidos se condujeron con la finalidad de homogenizar e incrementar el tamaño de grano del Cu refinado al fuego con una pureza 99.91%.

Se deformaron severamente 10 especímenes, mediante ECAP, usando un dado de acero de bajo carbono con un inserto y un punzón de acero indeformable para herramienta. Los dos canales se cortan a un ángulo interno de 90° y un ángulo exterior de 37° , produciendo una deformación de aproximadamente 1 por pasada. La deformación se llevó a cabo a temperatura ambiente usando un lubricante MoS₂ y una velocidad de deformación de 2 cm/s. A cada espécimen se les aplicó 8 pases de deformación por ECAP, siguiendo la ruta de deformación Bc, la cual consiste en girar el espécimen en el eje longitudinal 90° en el mismo sentido después de cada pase (Fig. 1). Además, posterior a cada casada por ECAP cada espécimen se enderezó en un canal simple de la misma geometría.

Para datar condición de material, Cu sin y con ECAP, se preparó una muestra para metalografía, con el fin de determinar el tamaño de grano antes y posterior a la severa deformación, sin y considerando maclas. La preparación de la superficie de estas muestras fue hasta alúmina de $1 \mu\text{m}$. Para determinar el tamaño de grano se utilizó un microscopio óptico y un software para definir los límites de grano, subgranos y maclas, y mediante un analizador de imágenes se cuantificó dichos tamaños de grano.

Las dimensiones de la sección de ensayo de las probetas de fatiga se obtuvieron a partir de la norma ASTM designación E 466 (Figs. 2a y b).

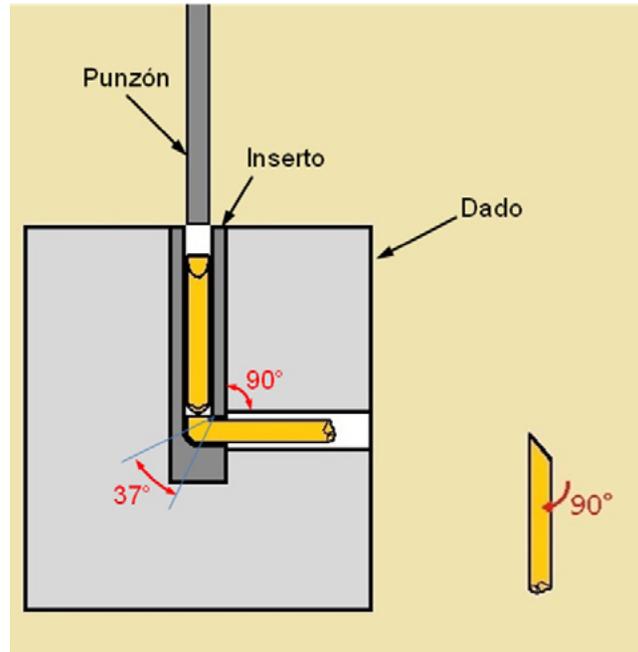


Figura 1. Esquema del corte de los elementos utilizados en el proceso de ECAP.

Cabe destacar que la longitud total de las probetas de fatiga para la condición de Cu con ECAP, es menor por deformación irregular en la cola de dichos especímenes (Fig. 2b).

En el mismo sentido, para cada condición de material se maquinaron 8 probetas para ensayos de fatiga.

Las dimensiones de las probetas para ensayos de tracción se subescaladas a partir de la norma ASTM designación E8 (Fig. 3). Cabe destacar que la ubicación de las probetas para el Cu con ECAP corresponde a la misma zona de la sección reducida

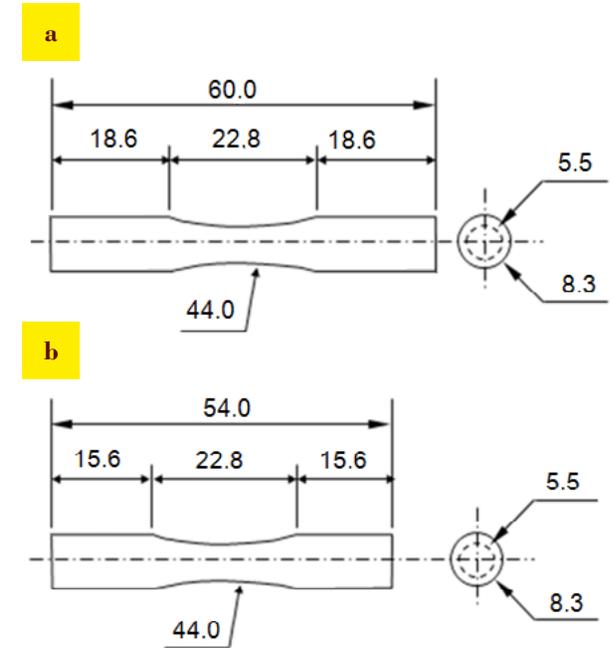


Figura 2. Esquemas de las probetas de fatiga: (a) Probeta de Cu sin ECAP y (b) Probeta de Cu con 8 pases de ECAP. Cotas en mm.

de las probetas de fatiga para la misma condición de material. En el mismo sentido, para cada condición de material se maquinaron 3 probetas subescalas para ensayos de microtracción a partir de un mismo espécimen.

Además, es importante destacar que a partir de los especímenes de donde se maquinaron las probetas subescalas para ensayos de microtracción, se maquinaron 2 muestras, una para determinar la microdureza y la otra se utilizó para determinar los tamaños de grano de material.

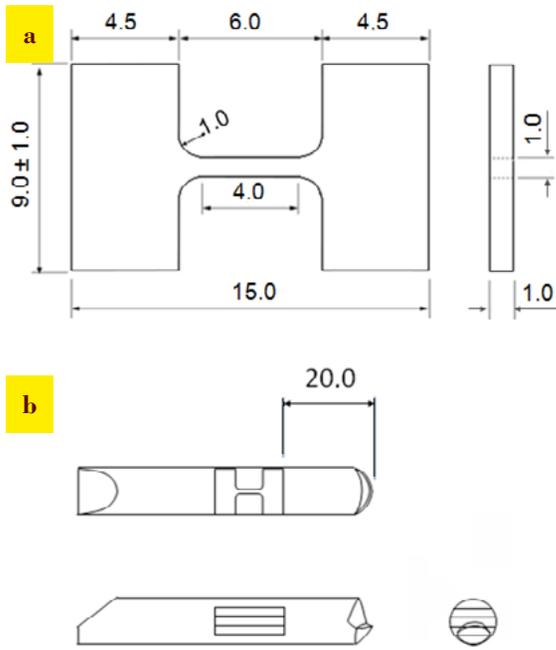


Figura 3. Esquemas de la probetas subescaladas de tracción: (a) Dimensiones y (b) Posición de maquinado de las probetas. Cotas en mm.

El maquinado de las probetas para los ensayos de fatiga se realizó en un torno de control numérico, para lo cual en las últimas 3 pasadas se utilizaron bajas profundidades de corte de 0.125 mm, con el fin de disminuir al máximo la introducción de esfuerzos residuales. El maquinado de las probetas para ensayos de microtracción y para las muestras para determinar la microdureza y los tamaños de grano, se realizó en una cortadora por hilo con el fin de no introducir esfuerzos residuales en el material.

Las probetas para ensayos de fatiga se pulieron en tres etapas, primeramente se pulió circunferencialmente con una máquina utilizando un disco de felpa y pasta abrasiva roja, luego se lijaron longitudinalmente con lija de SiC número 2400 hasta eliminar las entallas circunferenciales producidas durante el maquinado, y finalmente circunferencialmente en la máquina de pulido.

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina de Microtest DEBEN, utilizando una velocidad de carga de 3.3×10^{-3} mm/s. Las indentaciones de microdureza se realizaron mediante una máquina para ensayos de dureza (microscopio óptico) marca Akashi, modelo MUK-H0 el cual tiene acoplado un indentador Vickers, utilizando una carga aplicada de 50 g durante 15 s y se realizaron cinco (5) indentaciones en una zona aproximadamente correspondiente al volumen de la sección reducida de las probetas de fatiga y alineadas en el eje longitudinal de la probeta.

Los ensayos de fatiga se realizaron en una máquina marca RUMUL de carga axial, a una alta frecuencia de operación de 150 Hz. Los ciclos de esfuerzos aplicados fueron del tipo fluctuante; es decir, una relación de esfuerzos mínimo entre máximo de 0.1 ($R = S_{\min}/S_{\max}$). Se ensayaron 6 probetas para cada condición de material.

Mediante la técnica de Microscopía Electrónica de barrido (MEB), en un microscopio marca JEOL modelo JSM 6400, se realizó un estudio fractográfico de la superficie de fractura para probetas ensayadas a tracción y por fatiga. Para las superficies de fractura por fatiga, utilizando 4 probetas correspondientes a los menores y mayores

números de ciclos a la fractura para la condición de material de Cu sin y con deformado por ECAP. El objetivo del estudio fractográfico de las superficies de falla por fatiga fue, principalmente, identificar la zona de inicio de la o las grietas por fatiga.

Resultados

En la Figura 4 se presentan las metalografías del Cu sin deformación por ECAP, donde se evidencia el proceso de definición tanto de los límites de granos y subgranos como también las maclas.

Así, en la Tabla 1 se presentan los tamaños de grano sin y considerando maclas para el Cu sin y con 8 pases por ECAP. También, en la Tabla 2 se presentan los resultados de la determinación de la microdureza del Cu sin y con 8 pases por ECAP.

En la Figura 5 se presentan las curvas esfuerzo vs deformación nominales obtenidas de los ensayos de tracción del Cu sin y con 8 pases de ECAP. Además, en la Tabla 3 se presentan los resultados con sus correspondientes desviaciones estándar de los ensayos de tracción del Cu sin y con 8 pases por ECAP. También, en la Figura 6 se presentan fotomicrografías de la superficie de fractura de una probeta ensayada a tracción para el Cu con 8 pases por ECAP, en la cual se presenta una secuencia de detalles con el fin de presentar a mayor aumento los microhoyuelos característicos de dicha fractura.

En las Tablas 4 y 5 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga para el Cu sin y con ECAP, respectivamente. Así, en estas tablas se presentan los esfuerzos máximos fluctuantes, el correspondiente % del esfuerzo a carga máxima a la que está siendo ensayada la probeta y el número de ciclos a la fractura.

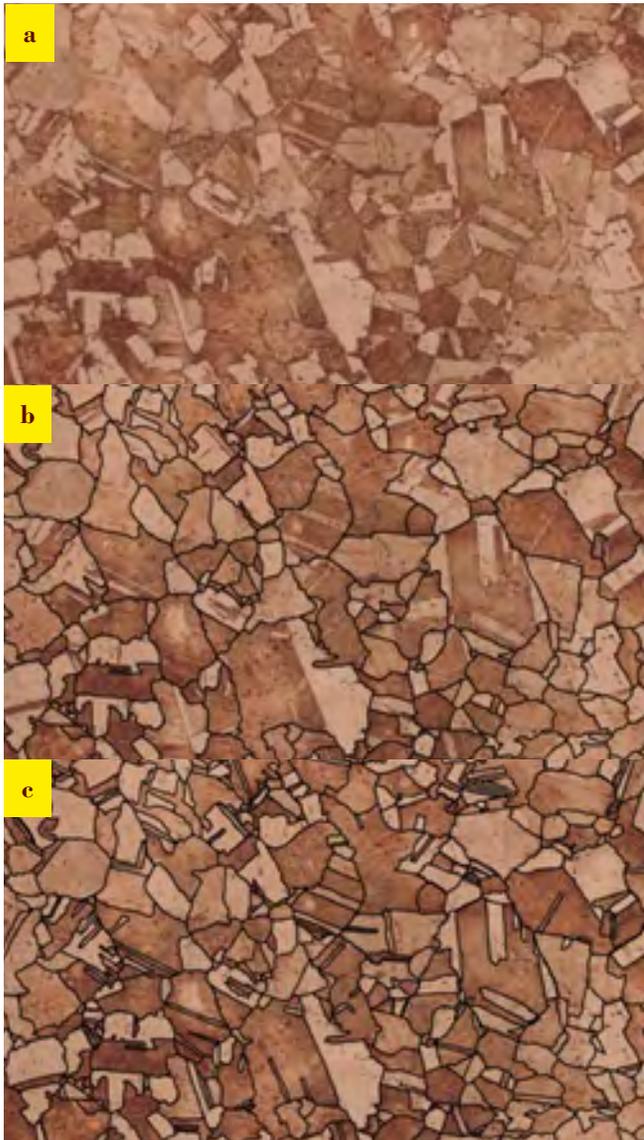


Figura 4. Metalografías del Cu sin ECAP: (a) sólo metalografía; (b) metalografía con las definiciones de límites de granos y subgranos; (c) metalografía con definiciones de límites de granos, subgranos y maclas.

Tabla 1. Tamaño de grano del Cu sin y con 8 pases por ECAP y sin y considerando maclas.

Condición de material	Microestructura	Tamaño de grano, μm	Desviación Estándar, μm
Cu sin ECAP	Sin macla	12.28	3.03
	Con macla	6.09	1.22
Cu con ECAP	Sin macla	0.69	0.98
	Con macla	0.66	0.73

Tabla 3. Resultados de los ensayos de tracción del Cu sin y con 8 pases por ECAP.

Condición	$S_{0.002}$, MPa	$S_{m\acute{a}x}$, MPa	$\sigma_{m\acute{a}x}$, MPa	Elongación en 4 mm, %
Cu sin ECAP	80 ± 13.5	201 ± 3.3	279 ± 6.0	60 ± 2.5
Cu con ECAP	343 ± 12.0	361 ± 6.3	370 ± 4.9	19 ± 1.4

Tabla 5. Resultados de los ensayos de fatiga del Cu con 8 pases por ECAP.

	tracción, MPa		
1	370	102.5	363500
2	330	91.4	870600
3	290	80.3	1667800
4	250	69.3	2886400
5	210	58.2	5958000
6	170	47.1	16439600

Tabla 2. Valores de microdureza del Cu sin y con 8 pases por ECAP.

	HVN ₅₀	DE
Cu sin ECAP	90.3	1.30
Cu con 8 pases por ECAP	145.7	1.08

Tabla 4. Ecuaciones de Basquin, coeficientes de resistencia a la fatiga, exponentes de resistencia a la fatiga y coeficiente de correlación lineal correspondientes a cada condición del material ensayado a fatiga.

Aleaciones	Ecuaciones de Basquin	A, MPa	b, MPa	R ²
Cu sin ECAP	$\text{Log } S = -0.1012 \text{ Log } N_f + 2.8789$	757	0.1012	0.992
Cu con 8 pases por ECAP	$\text{Log } S = -0.2299 \text{ Log } N_f + 3.8858$	7687	0.2299	0.998

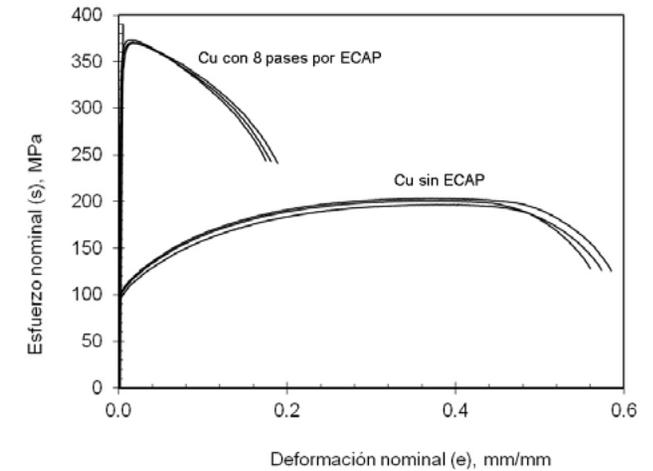


Figura 5. Curvas de esfuerzo nominal vs deformación nominal de un Cu sin y con 8 pases por ECAP.

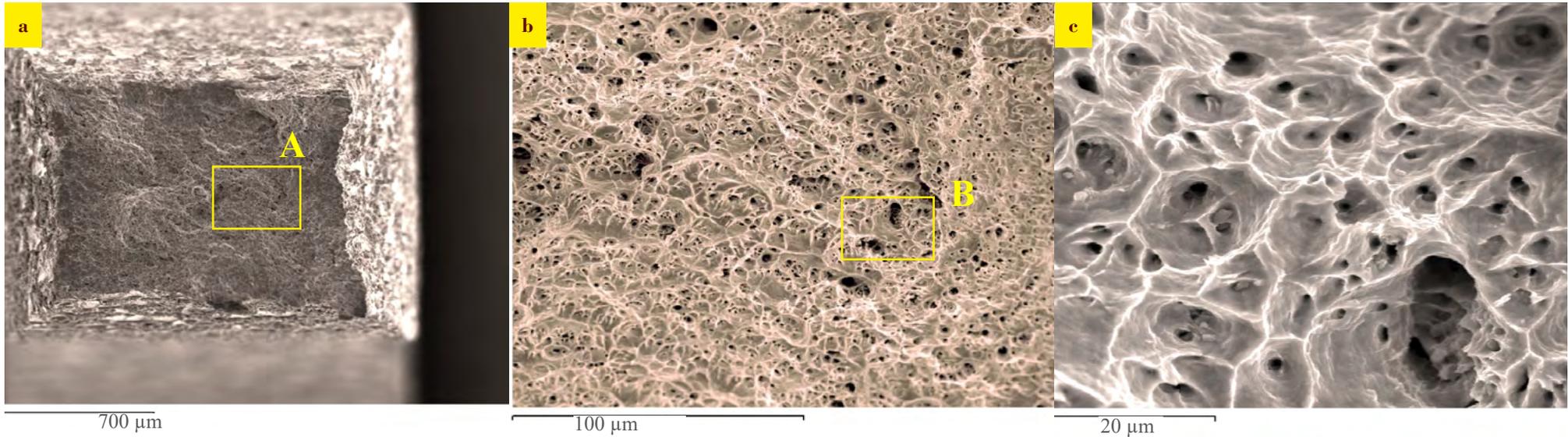


Figura 6. Fotomicrografías obtenidas por MEB de probetas ensayadas a tracción de un Cu con 8 pases por ECAP: (a) Vista general a 80x, (a) Detalle A a 500x y (c) Detalle B a 3000x.

En el mismo sentido, en la Fig. 7 se presentan los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga. Además, en la Tabla 4 se presentan las ecuaciones de Basquin, los coeficientes de resistencia a la fatiga (A), los exponentes de resistencia a la fatiga o exponentes de Basquin (b) y los coeficientes de correlación lineal (R2), para cada condición del material.

Cabe destacar que, los ensayos a un esfuerzo máximo de 200 MPa para Cu sin deformación por ECAP y a 370 MPa para Cu con 8 pases por ECAP, no se incluyen en la regresión lineal debido a que estos valores de esfuerzos están muy próximos al 100 % del esfuerzo a carga máxima en tracción ($S_{m\acute{a}x}$), lo cual propicia que dichos resultados se alejen de las tendencias de las curvas de resistencia a la fatiga obtenidas para cada condición de

material o produzcan una disminución del R2 para cada curva.

En las Figuras 8 - 11 se presentan las fotomicrografías correspondientes al estudio fractográfico de probetas que fallaron por fatiga por carga axial a sollicitaciones fluctuantes ($R = 0.1$), de aleaciones de Cu sin y con 8 pases por ECAP. Las Figuras. 8 y 9 corresponden al Cu sin ECAP ensayadas a esfuerzos máximos fluctuantes de 160 y 190 MPa, respectivamente. Las Figs. 10 y 11 corresponden al Cu con 8 pases por ECAP ensayadas a esfuerzos máximos fluctuantes de 210 y 330 MPa, respectivamente.

Es importante destacar que este estudio se basa en identificar el o los inicios (I) y propagación de la o las grietas por fatiga, destacando ya sea si el inicio está confinado a un sitio o una zona de inicios.

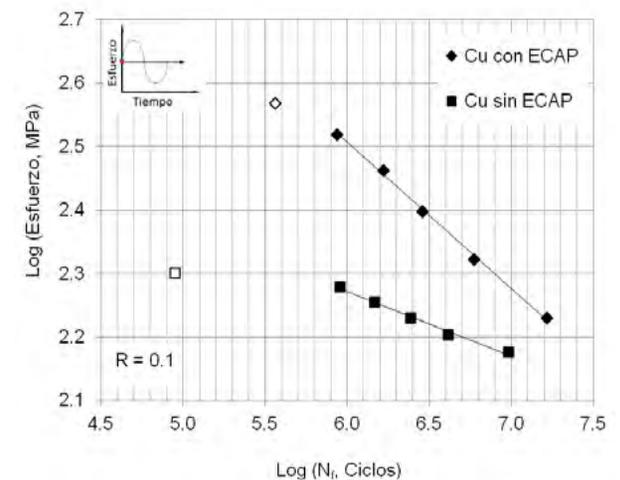


Figura 7. Curvas Log(S)-Log(N) obtenidas de ensayos de fatiga por carga axial en una aleación de Cu refinado sin y con 8 pases por ECAP.

Discusión

De los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga se obtuvo un incremento en la vida a la fatiga entre 67 y 28 % para valores de aproximadamente 1 y 10 millones ciclos, respectivamente. Esto está de acuerdo con los resultados obtenidos de los ensayos de tracción, lo cual se atribuye al marcado fino del tamaño de los granos.

En las Figuras 8 - 11 se puede observar que la superficie de fractura está definida por varias grietas por fatiga, a las cuales en la mayoría de los casos se les ha identificado sus inicios (I). También, es importante destacar que, en la mayoría de los casos estos inicios no corresponden a un único punto sino a una zona de inicio, los cuales tienen su origen en la superficie libre de las probetas *indicando* que no existe ninguna inestabilidad del material por la severa deformación. Además, se puede observar que la superficie lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga, no presenta evidencias de grietas secundarias. Así, se puede concluir que el incremento en el comportamiento a la fatiga del Cu con 8 pases por ECAP con respecto al mismo material sin ECAP, es debido al marcado refinamiento de los granos. En el mismo sentido, estos resultados coinciden con los resultados reportados en la literatura [7-10].

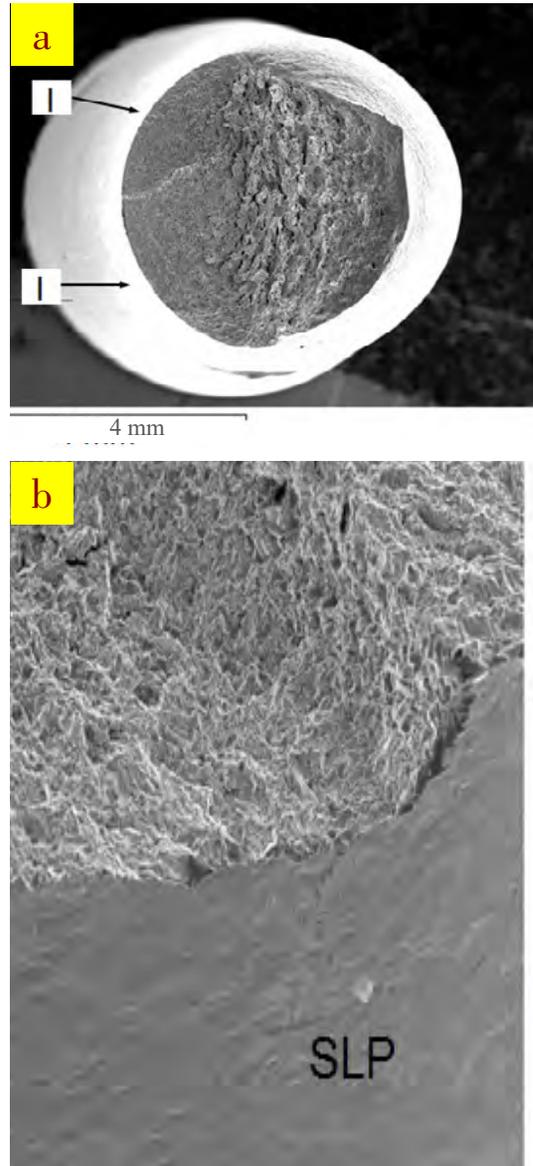


Figura 8. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de Cu sin ECAP, ensayado a fatiga a un esfuerzo máximo fluctuante de 160 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura a 15x y (b) Vista de la superficie lateral de la probeta y del inicio de la grieta por fatiga a 100x.

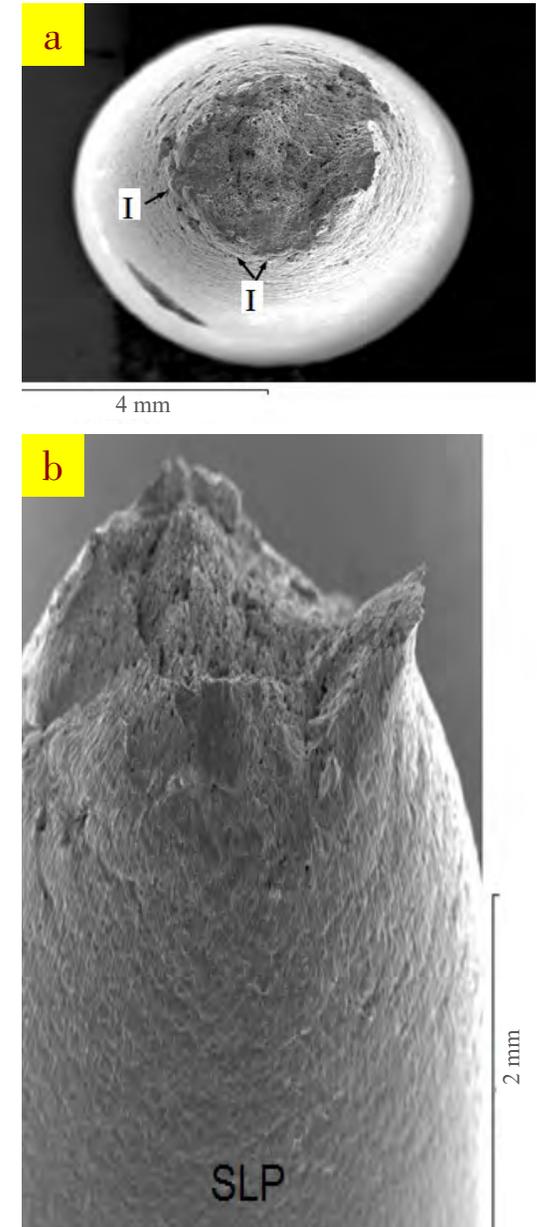
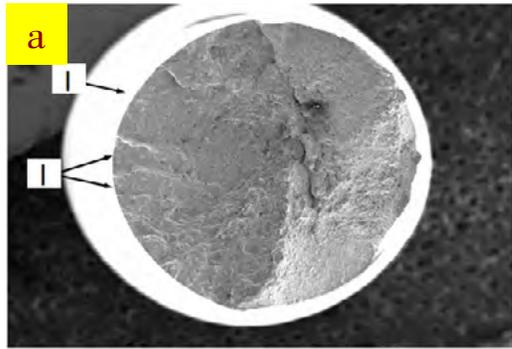
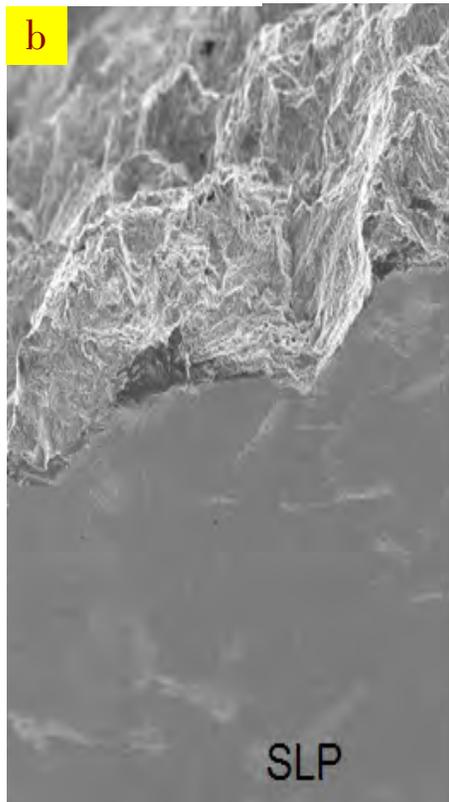


Figura 9. Fotomicrografías obtenidas por MEB (a) Vista general de la superficie de fractura a 15x y (b) Vista general de la superficie de fractura inclinada ~45°, a 25x.



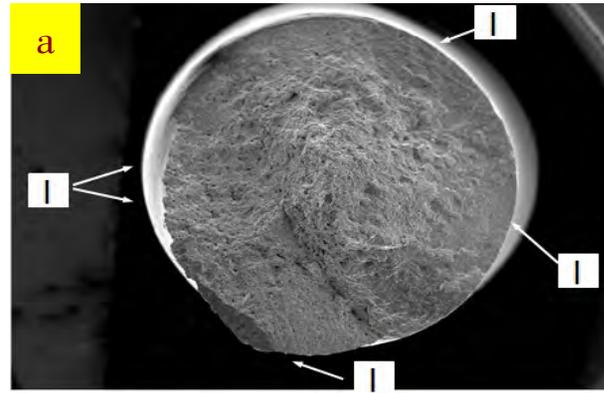
4 mm



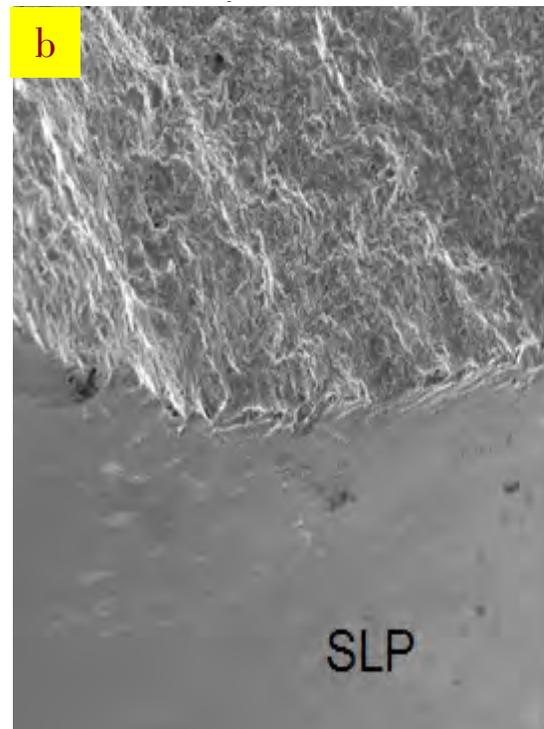
600 μm

SLP

Figura 10. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de Cu con 8 pases por ECAP, ensayado a fatiga a un esfuerzo máximo fluctuante de 210 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura a 15x; (b) Vista de la superficie lateral de la probeta y del inicio de la grieta por fatiga a 100x.



4 mm



600 μm

SLP

Figura 11. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de Cu con 8 pases por ECAP, ensayado a fatiga a un esfuerzo máximo fluctuante de 330 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura a 15x; (b) Vista de la superficie lateral de la probeta y del inicio de la grieta por fatiga a 100x.

Conclusiones

Se puede concluir que el incremento en la resistencia a la fatiga del Cu refinado con ECAP en comparación con el Cu refinado sin ECAP, es debido a la obtención tamaño de grano micrométrico a consecuencia de la severa deformación. Además, el incremento en las propiedades estáticas obtenidas de los ensayos de tracción apunta en el mismo sentido a un incremento en las propiedades dinámicas del Cu cuando ha sido deformada severamente. Finalmente, del estudio fractográfico se obtuvo que los inicios de las grietas por fatiga.

Agradecimientos

Los autores le agradecen el financiamiento recibido a través del proyecto CICYT MAT 2008-06793-C02-01 (Ministerio Español de Innovación) y NUCLI. RD10-1-0048 (Generalitat de Cataluña-ACC10). Además, los autores agradecen a La Farga Lacambra por donar el material y su asistencia técnica. También, J.A. Berríos-Ortiz le agradece a la Fundación Carolina - España, por la beca concedida para desarrollar esta investigación.

Referencias

- [1] Howe, A.A. (2000). *Materials Science and Technology*, vol 16, 1264-1266.
- [2] Segal, V.M. (1993). *Proc. First Int. Conference on Processing Materials for Properties*, Eds por H. Henein y T.Oki, TMS, 947-949.
- [3] Segal, V.M., Goforth, R.E. & Hartwig, K.T. (1993). *Proc. First Int. Conference on Processing Materials for Properties*, Eds por H. Henein y T.Oki, TMS, 971-973.
- [4] Segal, V.M. (1995). *Materials Science and Engineering*, A197, 157-164.
- [5] Segal, V.M. (1999). *Materials Science and Engineering*, A271, 322-333.
- [6] Horita, Z., Furukawa, M., Nemoto M. & Langdon, T. G. (2000). *Materials Science and Technology*, vol 16, 1239-1245.
- [7] Han, S.Z., Goto, M.; Lim, C., Kim, C.J. & Kim, S. (2007). *Journal of Alloys and Compounds* 434-435, 304-306.
- [8] Goto, M., Han, S.Z., Yakushiji, T.; Kim, S.S. & Lim, C.Y. (2008). *International Journal of Fatigue*, 30, 1333-1344