

## Modelización de la deformación en caliente de un cobre puro comercial

V.G. García\*, M. El Wahabi\*, J.M. Cabrera\*, L.M. Riera\*\* y J.M. Prado\*

**Resumen** El objetivo de este estudio es modelizar la curva de fluencia a alta temperatura de un cobre de pureza comercial conteniendo 297 ppm de fósforo. Todo ello, con objeto de obtener una ecuación constitutiva que fiablemente prediga el comportamiento a otras velocidades de deformación diferentes de las posibles experimentalmente. El intervalo de temperaturas en los que se efectuaron ensayos fue desde 873 K a 1.223 K en incrementos de 50 K, utilizando seis velocidades de deformación verdadera a cada temperatura, las cuales iban desde  $0,3 \text{ s}^{-1}$  hasta  $0,001 \text{ s}^{-1}$ . Los ensayos de deformación en caliente fueron realizados en un cobre con un tamaño de grano relativamente grande ( $637 \mu\text{m}$ ) pero escalaramente similar al de procesos industriales relevantes. Durante la deformación en caliente, el metal presenta dos fenómenos antagonistas, a saber: endurecimiento por deformación y ablandamiento por recuperación dinámica, el cual, a su vez, puede desglosarse en restauración y recristalización dinámicas. Mediante ecuaciones constitutivas de base física se hace una cuantificación de los citados mecanismos.

**Palabras clave** Deformación en caliente. Cobre. Modelización. Recristalización dinámica. Restauración dinámica. Ecuaciones constitutivas.

### Hot flow of a commercial-purity copper

**Abstract** The objective of the study is to model the flow curve at high temperature of a commercial-purity copper which contains 297 ppm of phosphorus. For this purpose a theoretical model is applied to derive a constitutive equation that reliably predicts the behaviour at higher strain rates than experimentally tested. The test temperature range was from 873 K to 1223 K in increments of 50 K, using six true strain rates at every temperature, which span from  $0.3 \text{ s}^{-1}$  to  $0.001 \text{ s}^{-1}$ . The hot flow tests were performed on a copper with a relatively large grain size ( $637 \mu\text{m}$ ) but of similar scale to pertinent industrial processes. This metal presents two antagonistic phenomena during the hot working: strain hardening and softening by dynamic restoration, which in turns can be divided into dynamic recovery and dynamic recrystallization. A quantification of the mentioned mechanisms is done through the use of physically based constitutive equations.

**Keywords** Hot deformation. Copper. Hot flow modeling. Dynamic recrystallization. Dynamic recovery.

## 1. INTRODUCCIÓN

Afinar el tamaño de grano de materiales metálicos controlando la recristalización dinámica que ocurre durante la conformación en caliente puede ayudar a mejorar el control de las propiedades mecánicas. El cobre, que es un material con baja energía de falla de apilamiento, restaura lentamente, permitiendo que la densidad de dislocaciones aumente a un nivel crítico necesario para que ocurra la recristalización dinámica<sup>[1]</sup>. Además de los parámetros propios de la conformación (velocidad de deformación

$\dot{\epsilon}$  y temperatura T) la recristalización dinámica puede estar afectada por la composición química. Así, por ejemplo, se ha informado que la adición de fósforo, además de mejorar el alargamiento en frío, aumenta la deformación en caliente sin producir fragilidad excesiva, ya que la rotura deja de ser intergranular<sup>[2]</sup>. Industrialmente, el fósforo en el cobre se requiere para mejorar la soldabilidad. También se ha encontrado que el aumento del contenido de oxígeno, hasta 150 ppm, promueve un descenso en el valor de la temperatura y la

(\*) Dpto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB. Universitat Politècnica de Catalunya. Avda. Diagonal, 647. 08028 Barcelona (España).

(\*\*) Tertub S.L. Crtra. N-152, Colonia Lacambra, Km. 81. 080509 Les Masies de Voltrega, Barcelona (España).

velocidad de deformación, necesarios para el inicio de la recristalización dinámica en los cobres puros comerciales<sup>[3]</sup>. Más recientemente, Sakai *et al.*<sup>[4]</sup> han mostrado el dramático efecto de añadir 80 ppm de oxígeno al cobre puro, motivando aumentos notables en la tensión de deformación y produciendo un tamaño de grano apreciablemente más fino que sin añadirle oxígeno.

La mejora del diseño de los procesos de conformación, tales como la extrusión, pasa por una correcta descripción del comportamiento en caliente del material y su evolución microestructural. A continuación se explica como puede modelizarse tal comportamiento, según las ideas de Estrin, Mecking<sup>[5]</sup> y Bergström<sup>[6 y 7]</sup>.

El modelo propuesto por los citados autores intenta unificar el comportamiento de las dislocaciones durante la deformación a alta temperatura, el esfuerzo asociado para el movimiento de las dislocaciones y el endurecimiento esperado de un material metálico durante la fluencia en caliente. El modelo estipula que el cambio en densidad de dislocaciones debido al cambio en deformación puede dividirse en dos tipos de comportamiento: una densidad de dislocaciones que se almacena en la red cristalina y una densidad de dislocaciones que es restaurada. La diferencia entre el cambio de dislocaciones generadas y el cambio de las dislocaciones anuladas es la densidad instantánea de dislocaciones con respecto a la deformación, tal y como indica la ecuación (1):

$$\partial\rho/\partial\varepsilon = (\partial\rho/\partial\varepsilon) |_{\text{almacenadas}} - (\partial\rho/\partial\varepsilon) |_{\text{restauradas}} \quad (1)$$

Conociendo la velocidad de endurecimiento,  $\theta$ , durante la deformación

$$\theta = (\partial\sigma/\partial\varepsilon) |_{\dot{\varepsilon}, T} \quad (2)$$

y la relación que existe entre el esfuerzo y densidad de dislocaciones,  $\rho$ ,

$$\sigma = \alpha' \mu b (\rho)^{0,5} \quad (3)$$

donde  $\alpha'$  es una constante geométrica,  $b$  es el vector de Burgers y  $\mu$  es el módulo de cizalladura, se

puede integrar fácilmente la ecuación (1). Estrin, Mecking y Bergström propusieron para la citada ecuación la siguiente expresión, donde  $U$  es el término responsable del mecanismo de endurecimiento y  $\Omega$  del de ablandamiento por restauración:

$$\partial\rho/\partial\varepsilon = U - \Omega\rho \quad (4)$$

Después de resolverla se obtiene la densidad de dislocaciones instantánea:

$$\rho = \rho_0 e^{-\Omega\varepsilon} + (U/\Omega)(1 - e^{-\Omega\varepsilon}) \quad (5)$$

Sustituyendo ahora la ecuación (3) dentro de la ecuación (5) resulta una ecuación constitutiva del material

$$\sigma = [\sigma_p^2 + (\sigma_o^2 - \sigma_p^2)e^{-\Omega\varepsilon}]^{0,5} \quad (6)$$

donde

$$\sigma_o = \alpha' \mu b (\rho_o)^{0,5} \quad (7)$$

y

$$\sigma_p = \alpha' \mu b (U/\Omega)^{0,5} \quad (8)$$

siendo  $\sigma_p$  la tensión máxima de la curva de fluencia.

La ecuación (6) puede emplearse para predecir la curva de tensión-deformación en ausencia de recristalización dinámica y siempre que se obtengan ecuaciones cinéticas para  $U$ ,  $\Omega$  y  $\sigma_p$ . Para modelizar este último fenómeno de ablandamiento se puede emplear una expresión de Avrami, suponiendo que la disminución de tensión de la curva de fluencia es proporcional a la fracción de volumen recristalizada. Así, la ecuación constitutiva resultante es:

$$\sigma = \sigma_p - (\sigma_p - \sigma_{ss}) \cdot X \quad (9)$$

donde  $\sigma_{ss}$  es la tensión de estado estable y  $X$  la fracción de volumen recristalizado.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Como material de partida se empleó el cobre indicado en la tabla I (conteniendo una pureza másica

**Tabla I.** Composición química (en ppm) del cobre en estudio

*Table I.* Chemical composition (ppm) of the copper under study

	P	Sn	Pb	Ni	Ag	S	Fe	Zn	O	$\phi$ grano
99.9 % Cobre	297	86	64	32	31	2	17	16	26	637 $\mu\text{m}$

porcentual de 99,9 con 297 ppm de fósforo como impureza principal, mereciendo destacarse la presencia de 26 ppm de oxígeno). Dicho cobre fue suministrado en la forma de "billet" de 23 cm de diámetro y 4,65 cm de espesor, como material sobrante de extrusión de tubo de cobre. Para determinar su comportamiento a deformación en caliente se efectuaron ensayos de compresión uniaxial a partir de probetas cilíndricas extraídas del citado "billet". Los cilindros de cobre mecanizados tenían una altura de 15 mm y 10 mm de diámetro. Las probetas se calentaron, previamente, a 950 °C, produciéndose un tamaño de grano de 637  $\mu\text{m}$ . Los ensayos de compresión se efectuaron en una máquina electromecánica (Instron 4507) controlada por computadora para obtener una velocidad de deformación verdadera constante. Las probetas se lubricaron con nitruro de boro.

Las temperaturas de los ensayos de compresión en caliente variaron desde 600 °C hasta 950 °C, a intervalos de 50 °C. Las velocidades de deformación ensayadas variaron desde 0,3  $\text{s}^{-1}$  hasta 0,001  $\text{s}^{-1}$ . La deformación alcanzada fue de 0,8. Después de cada ensayo de compresión las probetas deformadas fueron templadas en agua fresca, secadas y guardadas. El número total de ensayos para las condiciones seleccionadas fue de cuarenta y ocho. Las medidas de esfuerzo y deformación verdaderas, tomadas por el programa informático, se almacenaron y, posteriormente, analizaron utilizando diferentes técnicas estadísticas<sup>[8]</sup> para la estimación de los valores requeridos para aplicar el modelo de fluencia en caliente desarrollado por Estrin, Mecking y Bergström.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Comportamiento de fluencia en caliente

La morfología de las curvas de fluencia experimentales fue la esperada en materiales que recristalizan dinámicamente. Tras alcanzar un máximo en la tensión (tensión de pico  $\sigma_p$ ), se producía un ablandamiento hasta alcanzar un estado estable (tensión de estado estable  $\sigma_{ss}$ ). Dicho ablandamiento podía ser cíclico (los ensayos de 950 °C, a casi todas las velocidades, mostraron este comportamiento; ver la figura 1) o monotónico (este fue el comportamiento observado a temperaturas intermedias).

En los ensayos efectuados a las mayores velocidades y bajas temperaturas (ensayos de 600 °C y 650 °C; ver la figura 1) no se observó el citado ablandamiento adicional, siendo por lo tanto la restauración dinámica el único mecanismo de recuperación microestructural que actuaba.

#### 3.2. Aplicación del modelo teórico

Para considerar apropiadamente la dependencia que tienen los parámetros que caracterizan el comportamiento a deformación en caliente con la velocidad de deformación,  $\dot{\epsilon}$ , con la temperatura, T, durante la compresión en caliente<sup>[9-12]</sup>, se emplea el parámetro de Zener-Hollomon Z o velocidad de deformación compensada por la temperatura,  $Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT)$ , donde Q es la energía de activación de autodifusión del cobre<sup>[13]</sup> (197 kJ/mol) y R representa la constante universal de los gases.

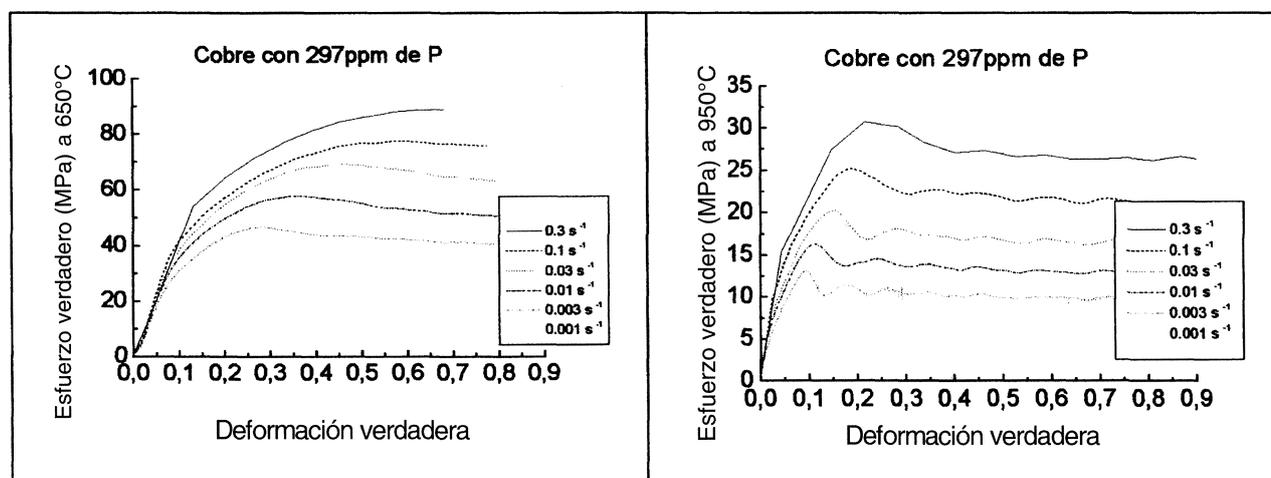


Figura 1. Esfuerzo verdadero vs. Deformación verdadera del cobre de estudio a 650 °C y 950 °C.

Figure 1. True stress vs. True strain of the present copper at 650 °C and 950 °C.

Mediante ajustes estadísticos, se determinaron los parámetros de endurecimiento y ablandamiento,  $U$  y  $\Omega$  respectivamente, para cada curva experimental. Con idea de determinar una ecuación cinética para ambos términos se representaron dichos valores frente al parámetro de Zener Hollomon (Fig. 2). Como se aprecia en la figura 2, el endurecimiento por deformación es mayor a medida que  $Z$  aumenta y el ablandamiento por restauración disminuye. Estas relaciones son lineales en escala logarítmica y responden a las siguientes ecuaciones:

$$\Omega = (78,6) \cdot Z^{-0,127} \quad (10)$$

$$U(\alpha'b)^2 = (1,9E-7) \cdot Z^{0,212} \quad (11)$$

Para una correcta modelización de la curva de fluencia es necesario indicar a partir de que condiciones de deformación hay que considerar el fenómeno de la recristalización dinámica. Para ello, se suele suponer que el citado mecanismo de ablandamiento comienza cuando se alcanza una deformación crítica  $\epsilon_p$ , asociada al valor máximo de la curva de fluencia o tensión de pico. Tradicionalmente dicha deformación depende del parámetro de Zener Hollomon. En el caso presente (ver la figura 3) se observó también dicha relación, la cual queda bien explicada por la siguiente ecuación:

$$\epsilon_p = (7,76E-3) \cdot Z^{0,185} \quad (12)$$

Merece notarse que el exponente de  $Z$  coincide con los valores habitualmente establecidos en la literatura. La constante  $7,76 \cdot 10^{-3}$  puede estar afectada fuertemente por el tamaño de grano ya que, tamaños de grano finos promueven el inicio de la recristalización dinámica a deformaciones apreciablemente menores, mientras que tamaños grandes retrasan el inicio.

Como se ha comentado, la recristalización dinámica se simula mediante el estudio de la cinética de la reacción y ello, se puede hacer suponiendo

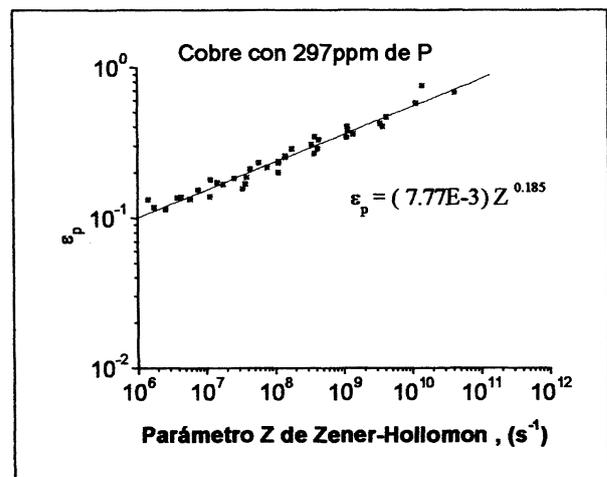


Figura 3. Relación entre la deformación crítica para el inicio de recristalización dinámica y el parámetro de Zener Hollomon.

Figure 3. Dependence of the critical strain for the onset of dynamic recrystallization on the Zener Hollomon parameter.

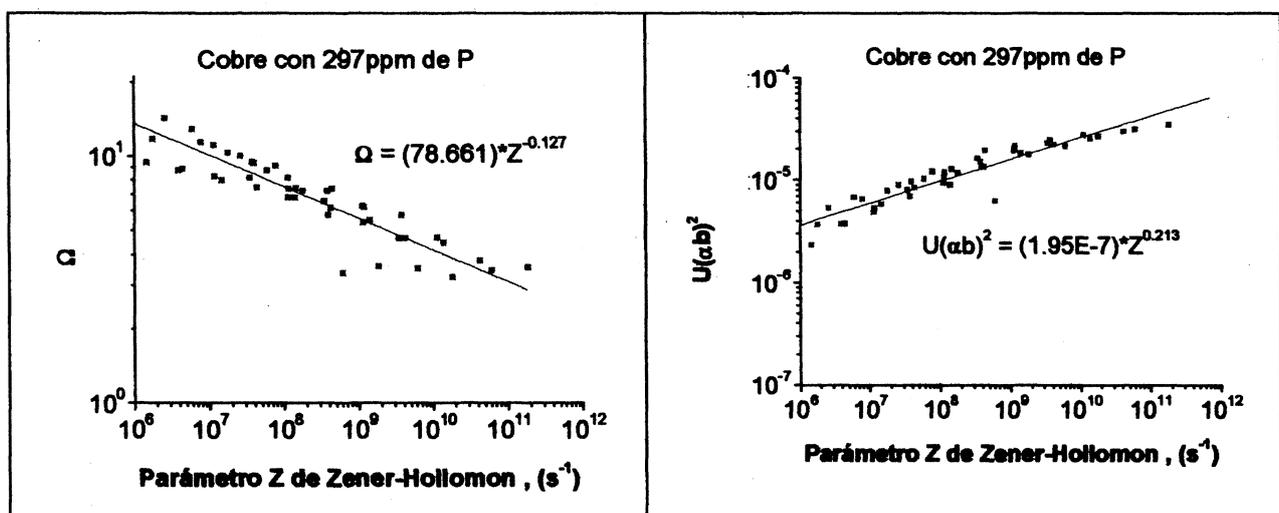


Figura 2. Dependencia de los términos de endurecimiento  $U(\alpha'b)^2$  y ablandamiento  $\Omega$  con  $Z$ .

Figure 2. Dependence of the hardening,  $U(\alpha'b)^2$ , and softening,  $\Omega$ , terms on  $Z$ .

que los ablandamientos en la curva de fluencia son proporcionales a las fracciones de volumen recrystalizadas  $X$ .

Al tratar la recrystalización dinámica como una transformación en estado sólido, puede aplicarse la ecuación de Avrami:

$$X = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (13)$$

donde  $B$  y  $n$  son parámetros que definen la velocidad y lugares de nucleación y  $t$  es el tiempo.

Expresando la anterior fórmula en términos del tiempo para el 50 % de recrystalización,  $t_{50\%}$ , se obtiene:

$$X = 1 - \exp[(-0,693(\epsilon - \epsilon_p) / \dot{\epsilon} t_{50\%})^n] \quad (14)$$

El exponente de Avrami se determinó para cada condición de ensayo empleando la porción de la curva de fluencia que iba desde la tensión de pico a la de estado estable (o el primer valle en el caso de recrystalización cíclica). Para ello, se representó esta porción de la curva en escala doble logarítmica, en base a la ecuación (13), siendo la pendiente de la misma el exponente de Avrami. Se apreció que dicho exponente no era constante, sino dependiente de las condiciones de deformación. Así a  $Z$  bajas tomaba un valor cercano a 2 mientras que a  $Z$  altas este valor se aproximaba a 1. La siguiente relación empírica explica con notable precisión la relación observada:

$$n = 3,3 - (0,21) \cdot \log(Z) \quad (15)$$

Por último, el tiempo para recrystalizar el 50 % de fracción de volumen,  $t_{50\%}$ , permite completar la caracterización de la recrystalización dinámica. Estos tiempos se determinaron como aquéllos en los que la curva de fluencia había disminuído un 50 % respecto a la diferencia existente entre las tensiones de pico y de estado estable. En bibliografía se ha sugerido que depende de los condiciones de conformación según:

$$t_{50\%} = K_2 \cdot \dot{\epsilon}^{n_t} \cdot \exp(Q_t/RT) \quad (16)$$

donde  $K_2$ ,  $n_t$  y  $Q_t$  (energía de activación) son constantes que dependen de la composición química del material. El efecto del tamaño de grano inicial se suele incluir en la constante  $K_2$ . Empleando el método de los mínimos cuadrados se ajustaron los  $t_{50\%}$  experimentales a la ecuación (16), y se obtuvo la siguiente expresión:

$$t_{50\%} = 3,810^{-3} \cdot \dot{\epsilon}^{-0,6} \cdot \exp(40,552/RT) \quad (17)$$

Desafortunadamente, no hay resultados contemplados en bibliografía que permitan contrastar los valores de  $t_{50\%}$  para cobres.

Finalmente quedan por determinar las ecuaciones cinéticas que permiten describir cómo las tensiones de pico y de estado estable dependen de la temperatura y velocidad de deformación. Dicha dependencia puede explicarse por las ecuaciones siguientes<sup>[13-15]</sup>:

$$\dot{\epsilon} = A' \cdot \sigma^{n'} \cdot \exp(-Q/RT) \quad (18)$$

$$\dot{\epsilon} = A'' \cdot \exp(\beta \cdot \sigma) \cdot \exp(-Q/RT) \quad (19)$$

En estas expresiones  $A'$ ,  $A''$  y  $\beta$  son constantes del material,  $n'$  es el exponente de la tensión,  $Q$  es la energía de activación y  $R$  la constante universal de los gases. La ecuación (18) es válida a bajas tensiones mientras que la ecuación (19) refleja mejor el comportamiento a altas tensiones. Garofalo<sup>[16]</sup> y Sellars y McTegart<sup>[17]</sup> propusieron una expresión más general que abarcase ambos intervalos de tensiones, y, recientemente, los presentes autores<sup>[18-20]</sup> empleando un planteamiento similar al empleado en la tensión han propuesto una expresión que disminuye las discrepancias habitualmente observadas en la determinación de las constantes de las ecuaciones (18) y (19). Dicha expresión es:

$$\dot{\epsilon}/D_{sd}(T) = [A(\sinh \alpha[\sigma/E(T)])]^{n'} \quad (20)$$

donde  $\alpha$  es la tensión inversa que marca el cambio de comportamiento potencial a exponencial,  $E(T)$  es el módulo de Young en función de la temperatura, y  $D_{sd}(T)$  el coeficiente de autodifusión. Empleando esta aproximación y ajustando por mínimos cuadrados, se obtuvieron las siguientes expresiones para las tensiones de pico y de estado estable:

$$\dot{\epsilon}/D_{sd}(T) = [687(\sinh 1209[\sigma_{ss}/E(T)])]^5 \quad (21)$$

$$\dot{\epsilon}/D_{sd}(T) = [438(\sinh 1583[\sigma_p/E(T)])]^5 \quad (22)$$

El empleo de todas las ecuaciones anteriores permite modelizar, efectivamente, el comportamiento experimental. En la figura 4 se comparan, a título ilustrativo, los resultados experimentales de las curvas obtenidas a 650 °C y 950 °C. Puede apreciarse un más que notable acuerdo entre los resultados de laboratorio y el modelo teórico

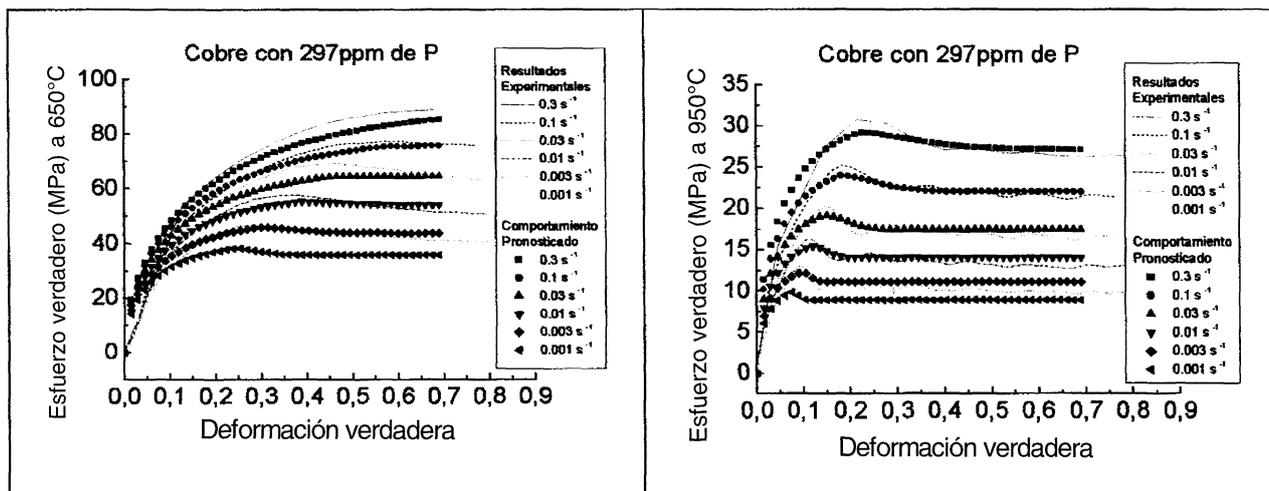


Figura 4. Comparación entre las curvas de fluencia experimentales y las previstas por el modelo teórico.

Figure 4. Comparative analysis of the experimental and theoretical flow curves.

empleado. Debiendo notarse que, en el caso de recristalización dinámica de pico múltiple, sólo se predice el primer pico. Con el modelo propuesto y, complementando el estudio con el análisis del grano dinámicamente recristalizado, se podrán efectuar modelizaciones con ecuaciones de base empírica de procesos industriales relevantes, objetivo final del presente trabajo.

#### 4. CONCLUSIONES

Se ha presentado un modelo descriptivo del comportamiento en caliente de cobre de pureza comercial. A partir de ensayos experimentales, se han deducido las ecuaciones constitutivas de la fluencia en caliente del mismo. El análisis comparativo del modelo con los resultados experimentales demuestra la confiabilidad del modelo y, dado que, este es de base física, permite su extrapolación a otras condiciones diferentes de las ensayadas. Resumidamente, puede afirmarse que el inicio de la recristalización dinámica para la aleación estudiada ocurre a una deformación cada vez menor, a medida que el parámetro  $Z$  disminuye. Es decir, a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación, la deformación necesaria para alcanzar la recristalización dinámica disminuye. Por otro lado, los valores del término responsable del ablandamiento  $\Omega$  variaron entre 2 y 15, registrándose los valores más altos a bajos valores del parámetro  $Z$ , esto es, cuando las temperaturas son mayores. Este hecho no debe ser sorprendente, ya que a altas temperaturas las dislocaciones no encuentran dificultad para saltar o cruzar los obstáculos, por lo que el ablanda-

miento por restauración dinámica tiene una cinética más rápida. Por el contrario, el término  $U(\alpha b)^2$  que refleja el endurecimiento es mayor a altos valores del parámetro  $Z$ . A bajas temperaturas ( $Z$  de valor alto) la velocidad de generación de dislocaciones aumenta dado que no queda compensada por una restauración dinámica lenta.

#### Agradecimientos

Uno de los autores (V.G.G.) agradece la concesión de una beca doctoral a la Agencia Española de Cooperación Internacional. Otro de los autores (M.E.W.) agradece la concesión de una beca doctoral TDOC por parte del Comissionat per a Recerca i Universitats de la Generalitat de Catalunya.

#### REFERENCIAS

- [1] F.J. HUMPHREYS y M. HATHERLY, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon, Oxford, 1995, pp. 373.
- [2] J. HERENGUEL, *Metalurgia Especial II*, Urmo S. A de Ediciones, 1976, pp.94.
- [3] N. RAVICHANDRAN e Y.V.R.K. PRASAD, *Mater. Sci. Eng.* A156 (1992) 195.
- [4] W. GAO, A. BELYAKOV, H. MIURA y T. SAKAI, *Mater. Sci. Eng.* A265 (1999) 233.
- [5] Y. ESTRIN y H. MECKING, *Acta Metall.* 32 (1) (1984) 57.
- [6] Y. BERGSTRÖM, *Mater. Sci. Eng.* 5 (1969-1970) 193.
- [7] Y. BERGSTRÖM y B. ARONSSON, *Metall. Trans.* 3. (1972) 1951.
- [8] J.M. CABRERA y J.M. PRADO, *Rev. Metal. (Madrid)* 33(2) (1997) 80.

- [9] R.L. ORR, O.D. SHERBY Y J.E. DORN, *Trans. ASM* 46 (1954) 113.
- [10] O.D. SHERBY, T.A. TROZERA Y J.E. DORN, *Trans. ASTM* 56 (1956) 789.
- [11] J.E. DORN, *Creep and Recovery*, ASM 255 (1957).
- [12] O.D. SHERBY, J.L. LYTTON Y J.E. DORN, *Acta Metall.* 5 (1957) 219.
- [13] H.J. FROST Y M.F. ASHBY, *Deformation-Mechanism Maps*, Pergamon, Oxford, 1982, pp. 21
- [14] W. ROBERTS, *Deformation, Processing and Structure*, ASM, Ohio, 1982, pp. 109.
- [15] J.J. JONAS, C.M. SELLARS Y W.J. MCG TEGART, *Metall. Rev.* 14 (1969) 1.
- [16] F. GAROFALO, *Trans. AIME* 227 (1963) 351.
- [17] C.M. SELLARS Y C.M. MCG TEGART, *Mém. Sci. Rev. Met.* LXIII (9) (1966) 731.
- [18] J.M. CABRERA, A. AL OMAR, J.J. JONAS Y J.M. PRADO, *Metall. Trans.* 28A (1997) 2233.
- [19] J.M. CABRERA, J.J. JONAS Y J.M. PRADO, *Mater. Sci. Technol.* 12 (1996) 579.
- [20] J.M. CABRERA, A. AL OMAR, J.J. JONAS Y J.M. PRADO, *Fundamentals and Applications of Microalloying Forging Steels*, TMS, Warrendale, 1996, 225.