

Caracterización microestructural de aleaciones base cobre obtenidas mediante molienda reactiva^(*)

R. Palma*, A. Sepúlveda*, A. Zúñiga*, E. Donoso**, M.J. Dianez*** y J.M. Criado***

Resumen

Se analizó la micro y nano estructura de aleaciones Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti obtenidas por molienda reactiva, mediante difracción de rayos X (XRD) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). Se consideraron muestras con distintos tiempos de molienda ($t= 0, 10, 20$ y 30 h). A partir de los datos XRD, usando los métodos de Williamson-Hall y Klug-Alexander, se evaluaron el tamaño de grano, la densidad de dislocaciones y la microdeformación residual; también se estudió la evolución de la textura de la matriz de cobre en función del tiempo de molienda. En los polvos molidos durante 30 h, de las tres aleaciones consideradas, se encontró, por TEM, que los tamaños de grano y de los dispersoides desarrollados son nanométricos.

Palabras clave

Aleaciones de cobre; Molienda reactiva; Cu-Al; Cu-V; Cu-Ti; Textura.

Microstructural characterization of copper based alloys produced by reactive milling

Abstract

The micro and nanostructure of Cu-Al, Cu-V and Cu-Ti alloys produced by reactive milling were analyzed using X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). Samples with different milling times ($t= 0, 10, 20$ and 30 h) were considered. The grain size, dislocation density and residual microstrain were evaluated from the XRD data using the Williamson-Hall and Klug-Alexander methods. The evolution of texture as a function of milling time was also studied using XRD. It was found, using TEM, that the grain size and dispersoid size were nanometric in all three alloys considered.

Keywords

Copper alloys; Reactive milling; Cu-Al; Cu-V; Cu-Ti; Texture.

1. INTRODUCCION

El cobre es el material más utilizado para la conducción de calor y electricidad. Sin embargo, al aumentar la temperatura disminuye su resistencia a la deformación plástica, producto de los fenómenos de fluencia. Esto se puede mitigar mediante la incorporación de partículas cerámicas nanométricas y, simultáneamente, por un incremento en la densidad de dislocaciones y refinamiento microestructural. Estas partículas deben ser insolubles en la matriz del cobre, para mantener sus propiedades conductoras eléctricas. Un proceso de fabricación que genera dichas

nanopartículas cerámicas es la molienda reactiva seguida de extrusión en caliente de los polvos encapsulados^[1]. La molienda reactiva es un proceso pulvi-metalúrgico en el cual se produce la aleación mecánica de los materiales, con la ventaja de que en este método se promueve ya sea la formación in-situ de los dispersoides o una muy fina dispersión de los elementos constituyentes que después reaccionan durante la posterior etapa de extrusión en caliente. Este proceso ha generado resistencias a la fluencia satisfactorias en el caso de aleaciones de Cu-Al-Ti-C^[2], con conductividades eléctricas de alrededor de 65-75 % IACS (100 % IACS equivale a $58 \times 10^6 \text{ Sm}^{-1}$); sin

^(*) Trabajo recibido el día 10 de diciembre de 2008 y aceptado en su forma final el día 10 de marzo de 2010.

* Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ingeniería Mecánica, Av. Tupper 2069, piso 2, casilla 2777, Santiago-Chile, edonoso@ing.uchile.cl.

** Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ciencia de los Materiales, Av. Tupper 2069, piso 2, casilla 2777, Santiago-Chile, edonoso@ing.uchile.cl.

*** Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, Américo Vespucio S/N, Isla de la Cartuja, Sevilla, España.

embargo, en aleaciones de Cu-V-C, producidas por el mismo método de molienda reactiva, no se logró una mejora en la resistencia a la fluencia. Para comprender mejor los procesos de refinamiento de grano y de la generación de dispersoides cerámicos en estas aleaciones, es necesario estudiar el proceso de molienda reactiva que controla la micro y la nanoestructura.

El objetivo de este trabajo es analizar micro y nanoestructura de aleaciones mecánicas de Cu-1,2 %p. Al, Cu-2,66 %p. V y Cu-2,26 %p. Ti (%p.: porcentaje en peso) obtenidas mediante molienda reactiva, usando técnicas de difracción de rayos X (XRD) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). Se consideraron muestras con distintos tiempos de molienda ($t= 0, 10, 20$ y 30 h).

El presente artículo es parte de una investigación más extensa, donde se estudia la influencia de la micro y la nanoestructura de aleaciones base cobre producidas por molienda reactiva, sobre el comportamiento en fluencia lenta de dichos materiales.

2. METODO EXPERIMENTAL

Se fabricaron aleaciones Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti a partir de polvos de cobre electrolítico dendrítico adquiridos a Ecka Granules, Alemania, y de polvos de aluminio, vanadio y titanio adquiridos a la empresa Alfa Aesar, Estados Unidos. Estos polvos tienen una granulometría 99 % por debajo de la malla 325, equivalente a un tamaño de $44 \mu\text{m}$, con una pureza superior al 99,5 % p. El aleado mecánico se realizó en un molino atritor Szegvari, empleando un recipiente de acero inoxidable de 1,5 l de capacidad, con bolas de acero 0,8 % p. C, una velocidad de giro de 500 r.p.m. y por diferentes tiempos de molienda ($t= 0, 10, 20$ y 30 h). La cantidad de elementos metálicos adicionados al cobre en las aleaciones Cu-Al, Cu-V

y Cu-Ti, se calculó para formar un 5 % en volumen de dispersoides (Al_2O_3 , VC y TiC, respectivamente). En el caso de la aleación de Cu-Al, se buscaba formar Al_2O_3 , con el oxígeno proveniente de la capa de óxido superficial de los polvos de cobre; en las aleaciones de Cu-V y Cu-Ti se pretendía formar VC y TiC, respectivamente, siendo la fuente de carbono el líquido de molienda usado como agente controlador del proceso. En el caso de las aleaciones Cu-Al, se usó metanol como líquido de molienda y una razón de bolas: peso de muestra igual a 10:1; en los otros dos casos (Cu-V y Cu-Ti), se usó tolueno y una razón de 20:1. Una vez obtenidos los polvos aleados, éstos se secaron a 40°C durante 2 h. La composición de los polvos aleados se estableció mediante espectroscopía de emisión atómica por plasma, acoplada inductivamente, empleando un equipo Perkin Palmer modelo P-400 Sequential. Además, los polvos aleados se caracterizaron por XRD y TEM, usando un difractor Siemens D5000 de geometría Bragg-Brentano y un microscopio FEI Tecnai ST F20, respectivamente. También, en los polvos molidos durante 30 h, se analizó mediante XRD la evolución del tamaño de grano de la matriz en función de la temperatura; para esto se utilizó un difractor Panalytical modelo X'pert Pro y una cámara de alta temperatura HTK 1200 Anton Parr. La temperatura se aumentaba a una velocidad de $20^\circ\text{C}/\text{min}$ y el tiempo de permanencia a una temperatura dada ($20, 100, 200, \dots$ y 700°C) fue de 20 min, permanencia en la cual se captaban los difractogramas.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Análisis químico

La composición química de las tres aleaciones preparadas se muestra en la tabla I; allí, entre paréntesis,

Tabla I. Análisis químico de los polvos molidos. Entre paréntesis se indica la cantidad de cada elemento aleante agregado inicialmente, calculada como aquella necesaria para formar un 5 % en volumen de dispersoides

Table I. Chemical analysis of milled powders. Between brackets is indicated the amount of alloying elements initially added, calculated as the amount necessary to form 5 volume percent of dispersoides

Aleación[%p.]	Ti	Al	V	Fe	Cr
Cu-Ti	1,82 (2,26)			0,048	< 5 ppm
Cu-Al		0,96 (1,21)		0,170	< 5 ppm
Cu-V			2,20 (2,66)	0,059	< 5 ppm

se indican los porcentajes en peso de los elementos aleantes agregados al inicio de la molienda. Se observa que la cantidad de elemento aleante ingresado efectivamente a cada aleación de cobre estuvo entre un 80 y 82 %p. de la cantidad agregada. La presencia de hierro se debe a contaminación atribuida al desgaste del acero de las bolas y paredes del recipiente del molino.

3.2. Difracción de Rayos X

En la figura 1 se muestran diagramas de XRD de: a) polvos de cobre puro recocido (sin moler) y de b), c) y d) polvos molidos durante 30 h de Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti, respectivamente. Los diagramas de las aleaciones binarias se corrigieron y normalizaron con respecto al diagrama del cobre puro^[3]. Utilizando los diagramas de las figuras 1 b), c) y d) y mediante los métodos de Williamson-Hall (WH)^[4] y Klug-Alexander (KA)^[5] se evaluaron el tamaño de grano, la microdeformación residual y la densidad de dislocaciones en la matriz de las aleaciones.

Según Williamson-Hall^[4], la contribución al ensanchamiento de los picos, β_s , debido a la variación del tamaño medio de grano D, está dada por:

$$\beta_s = \frac{5\lambda}{D \cos(\theta)} \quad (1)$$

donde, λ es la longitud de onda del haz de rayos X, θ es el ángulo de Bragg y ζ es una constante geométrica igual a 0,9 para el cobre. Por otra parte, el método de WH considera que el ensanchamiento de los picos debido a la microdeformación residual, β_d , está dado por:

$$\beta_d = 4 \varepsilon \tan(\theta) \quad (2)$$

donde, ε es la deformación uniforme en el material.

Entonces, el ensanchamiento medio debido al tamaño de los granos y a su deformación es $\beta_f = \beta_s + \beta_d$, el cual puede ser determinado mediante gráficas de $\beta_f \cos(\theta)$ versus $\sin(\theta)$.

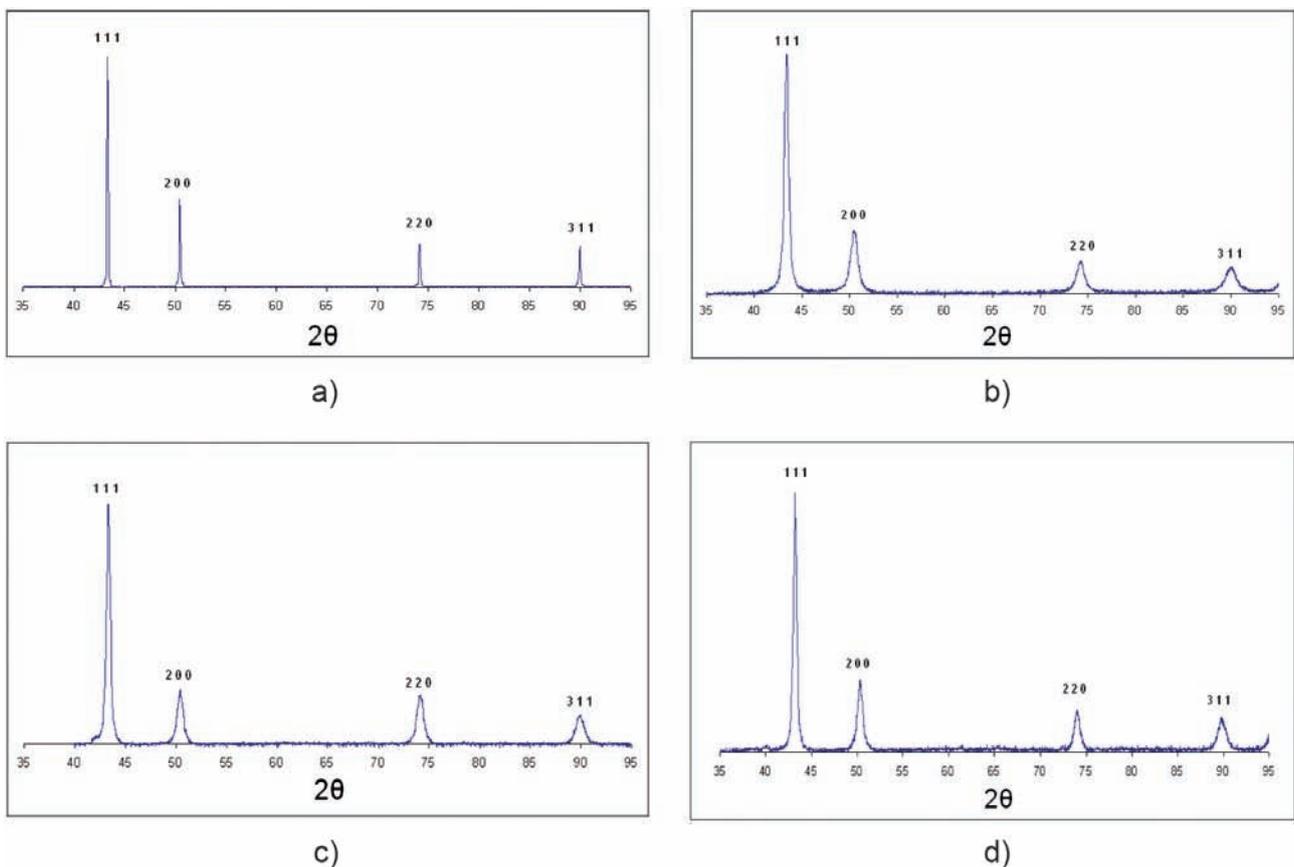


Figura 1. Diagramas XRD de polvos molidos durante 30 h de: a) Cu, b) Cu-Al, c) Cu-V y d) Cu-Ti.

Figure 1. XRD patterns of powders milled for 30 h of: a) Cu, b) Cu-Al, (c) Cu-V and d) Cu-Ti.

Si β_g es el ensanchamiento de los picos debido al error introducido por el equipo y β_h es el ensanchamiento experimental de los picos, se puede escribir que:

$$\beta_h^2 = \beta_g^2 + \beta_f^2 \quad (3)$$

o, bien

$$\beta_h^2 = \beta_g^2 + \beta_f^2 \quad (4)$$

donde, las ecuaciones (3) y (4) corresponden a las expresiones de ajuste de Gauss y de Lorentz, respectivamente.

También es posible evaluar β_f mediante la modificación del método de Williamson y Hall^[4] introducida por Klug y Alexander^[5]. En este caso, el ensanchamiento de los picos debido a la microdeformación es de tipo gaussiano y el debido al tamaño de grano es de tipo lorentziano:

$$\frac{\beta_f^2}{\tan^2(\theta)} = \frac{c\lambda}{D} \left(\frac{\beta_f}{\tan(\theta)\sin(\theta)} \right) + 16\epsilon^2 \quad (5)$$

Para muestras de polvos de Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti, molidos durante 30 h, en la tabla II se presentan los valores de los tamaños de granos (D) y de la microdeformación, $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} = (\sqrt{2/\pi})\epsilon$, determinados según los modelos de WH y KA. Se observa que el tamaño de grano depende de la metodología utilizada. Según Zhang^[6], el método de KA describe mucho mejor dicho tamaño. Por otra parte, los tamaños de granos observados mediante TEM, por Figueroa^[3], usando el mismo procedimiento de preparación de

Tabla II. Valores de D y $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ obtenidos mediante la metodología de WH y KA, para polvos molidos durante 30 h

Table II. D and $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ values obtained by the WH and KA methods, for powders milled for 30 h

Aleación	Método			
	WH		KA	
	$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$	D (nm)	$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$	D (nm)
Cu-Al	0,0032	40,2	0,0026	15,6
Cu-Ti	0,0027	56,6	0,0019	17,8
Cu-V	0,0025	47,9	0,0039	17,1

muestras que en el presente trabajo, son similares a los aquí determinados por el método de KA.

Para analizar el comportamiento de los polvos molidos durante 30 h, al ser sometidos a altas temperaturas, se estudió la evolución del tamaño de grano medio, determinado por ensayos de difracción de rayos X realizados desde temperatura ambiente hasta 700 °C. Los resultados de tamaños de grano en función de la temperatura, calculados mediante la relación de Scherrer y usando los picos {111}, se muestran en la figura 2, para Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti. Para todas las aleaciones, hasta los 600 °C, el tamaño de grano crece en forma aproximadamente lineal. A los 700 °C se observa un aumento del tamaño de grano, por sobre el comportamiento lineal; tal aumento es muy significativo para la aleación Cu-Al y, similarmente, moderado para las aleaciones Cu-Ti y Cu-V. Por otra parte, a temperatura ambiente, los valores de D, aquí medidos por la relación de Scherrer, para cada aleación, están entre los valores obtenidos por el método WK, que muestra valores mayores, y por el método KA, que muestra valores menores; no obstante, los valores obtenidos por el método de Scherrer son más próximos a aquellos resultantes del método KA que a los del método WH.

Por otra parte, la densidad de dislocaciones ρ en los polvos molidos durante 30 h se calculó mediante^[7]:

$$\rho = \frac{K_{hkl}(\epsilon^2)}{a_0^2} \quad (6)$$

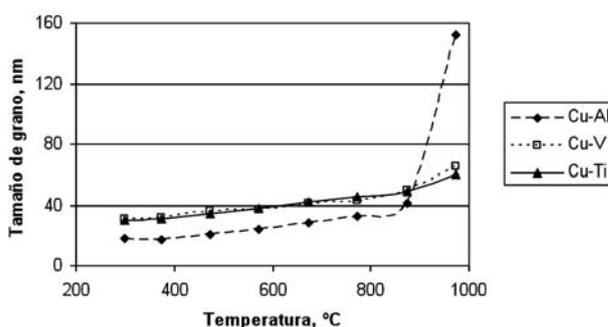


Figura 2. Evolución del tamaño de grano de la matriz de cobre en función de la temperatura, según se calculó del máximo {111} de los difractogramas de polvos molidos durante 30 h de Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti.

Figure 2. Evolution of the Cu-matrix grain size as a function of temperature, as calculated from the {111} diffractogram peaks of Cu-Al, Cu-V and Cu-Ti powders milled for 30 h.

donde, K_{hkl} es una constante ($= 40$)^[7] y a_0 es el parámetro de red de la aleación ($= 0,361$ nm). Los valores de las densidades de dislocaciones obtenidas resultaron ser $1 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$, $7,7 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ y $8,4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ para los polvos aleados de Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti, respectivamente. Los valores obtenidos están en buena concordancia con los hallados en la literatura para aleaciones de cobre altamente deformadas^[8-10].

Se estudió la textura de los polvos molidos de Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti en los líquidos ya especificados. La detección de textura en estos polvos, mediante XRD, fue posible debido a la morfología tipo hojuelas de los polvos molidos y a que ellas se disponen en posición preferentemente paralela a la superficie del portamuestra respectivo. Esto es, el haz de rayos X incidía perpendicularmente al plano de las hojuelas, de manera predominante. Así, se observaron las intensidades relativas de los máximos de XRD de los planos {111}, {200}, {220} y {311} del cobre, para distintos tiempos de molienda (10, 20 y 30 h). En el

cálculo de las intensidades relativas, se consideró que la suma de las intensidades de los cuatro máximos citados de cada difractograma era igual a la unidad. A efectos comparativos, también se analizaron las intensidades relativas de cobre puro recocido sin moler y molido durante los mismos tiempos recién precisados, en metanol (usado para moler la aleación Cu-Al), tolueno (usado para moler las aleaciones Cu-V y Cu-Ti) y hexano.

La figura 3 ilustra los resultados de moler polvos de cobre con: a) metanol, b) tolueno y c) hexano. En los tres gráficos de esa figura, las intensidades para 0 h de molienda corresponden a la misma muestra de cobre recocido. Al moler con metanol, (Fig. 3 a)), las intensidades relativas de los planos {200}, {220} y {311} decrecen con el tiempo, lo que es acompañado por un incremento de la intensidad relativa de los planos {111}; esto revela textura {111}. En tanto que, al moler con tolueno (Fig. 3 b)), ya a las 10 h se tiene una fuerte textura de los planos {220}, que, después, decrece para

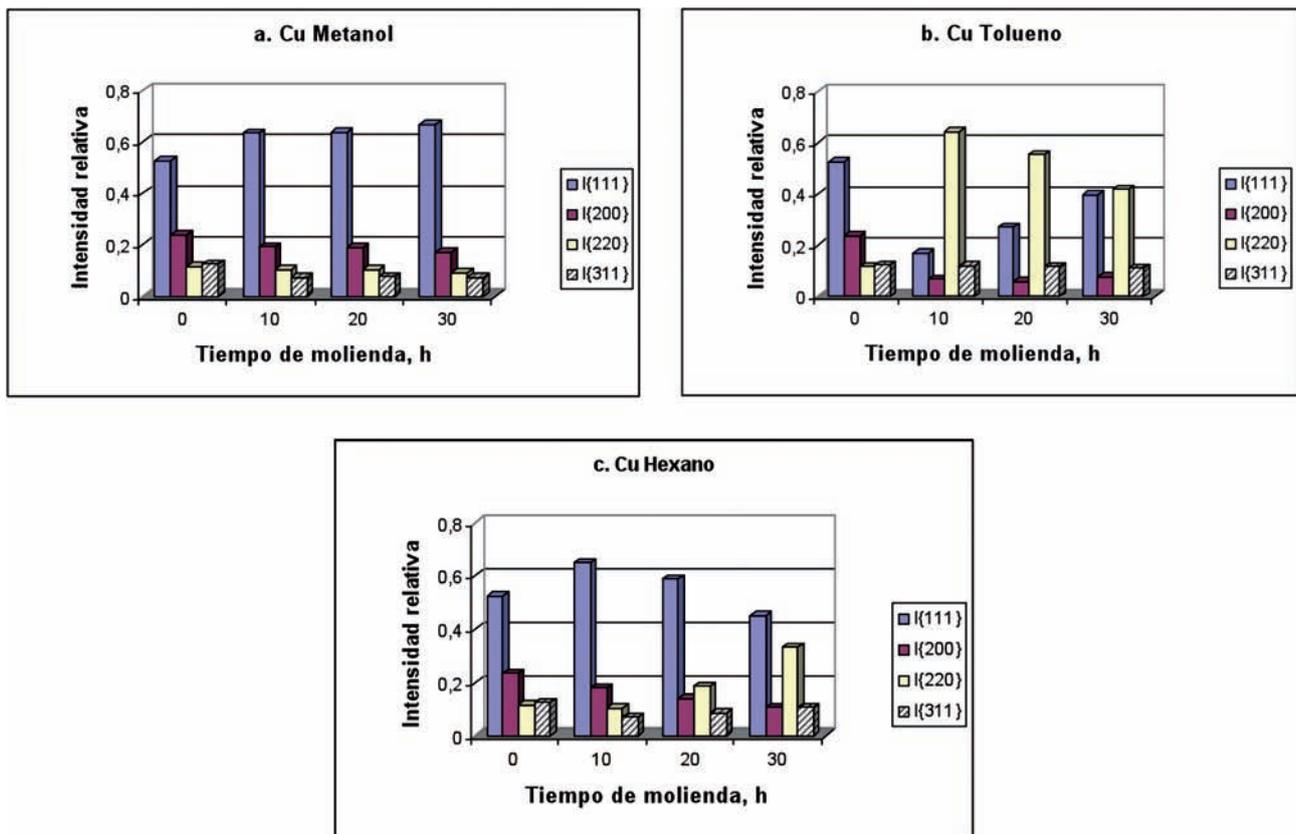


Figura 3. Evolución de la intensidad relativa de los máximos XRD de los planos {111}, {200}, {220} y {311} del cobre, en función del tiempo de molienda, para distintos medios de molienda: a) metanol, b) tolueno y c) hexano.

Figure 3. Evolution of the relative intensity of the XRD peaks of the {111}, {200}, {220}, and {311} copper planes, as a function of milling time, for different milling media: a) methanol, b) toluene, and c) hexane.

tiempos mayores. Finalmente, para la molienda con hexano, lo más destacado es una textura de los planos {220} que crece gradualmente con el tiempo de molienda, pero permanece siempre inferior a la observada en los experimentos con tolueno. Así, el líquido de molienda tiene un efecto importante sobre el desarrollo de la textura {220} del cobre sin aleantes.

Por otra parte, en la figura 4, se presenta la evolución de la intensidad relativa de los picos de difracción de la matriz de cobre en polvos molidos de las aleaciones Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti; como referencia, también se presenta la información de los máximos del cobre recocido, sin moler (0 h de molienda). Para el caso de la aleación Cu-Al molida con metanol, (Fig. 4 a)), se detecta el desarrollo de textura {111} al aumentar el tiempo de molienda. Además, para las aleaciones Cu-V y Cu-Ti, ambas molidas con tolueno, se observa la aparición de textura de los planos {220}, (Fig. 4 b) y c)); luego de alcanzar un máximo con el tiempo de molienda, la intensidad relativa de los planos {220} decrece. Para las aleaciones Cu-V y Cu-Ti, tal máximo se alcanza a las 20 y 10h, respectivamente. Finalmente, a las 30h de molienda, las tres aleaciones presentan difractogramas bastantes similares entre sí y con textura {111}.

Incidentalmente, en moliendas con hexano, de aleación Cu-Nb^[11], realizadas en nuestro laboratorio bajo condiciones como las consideradas en este artículo, se observó el desarrollo de textura {220}, de manera similar a los presentes resultados de cobre molido con hexano (Fig. 3 c)).

De lo recién expuesto, cabe destacar la concordancia en la formación de textura {111} en las moliendas en metanol, tanto en el caso de cobre sin alea (Fig. 3 a)) como en aquel de la aleación Cu-Al (Fig. 4 a)). También, hay concordancia en la formación inicial de textura {220} en las moliendas en tolueno, tanto en el caso de cobre sin alea (Fig. 3 b)) como en aquellos de las aleaciones Cu-V y Cu-Ti (Fig. 4 b) y c)), respectivamente; en estos casos, se alcanza un máximo de textura {220} que luego decrece, dentro de los tiempos de molienda considerados. De manera que el líquido de molienda es un factor relevante en el tipo de textura que se desarrolla durante la molienda, tanto para cobre puro como para cobre aleado. Adicionalmente, los presentes resultados muestran que la presencia o no de un elemento aleante y cuál sea este último, afectan la cinética del desarrollo de la respectiva textura, para un medio de molienda dado. No obstante, para las tres

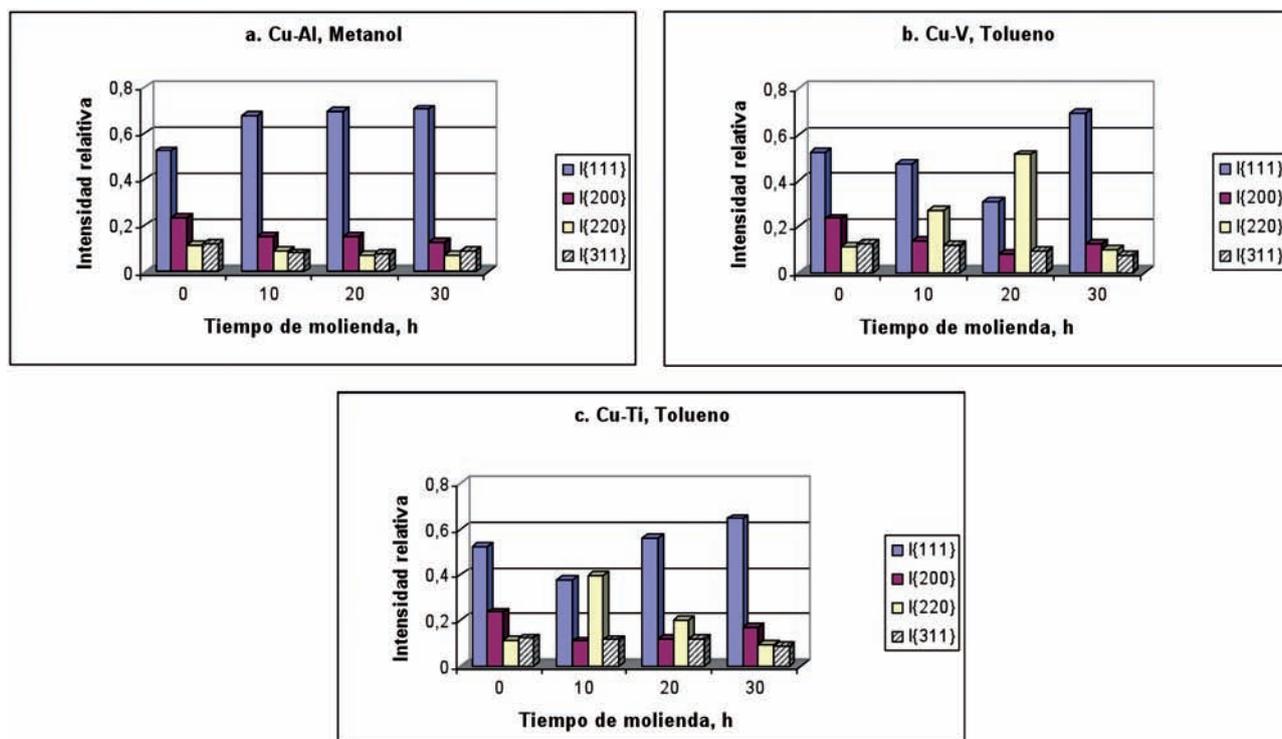


Figura 4. Evolución de la intensidad relativa de los máximos XRD de los planos {111}, {200}, {220} y {311} del cobre, en función del tiempo de molienda, para aleaciones de: a) Cu-Al, b) Cu-V y c) Cu-Ti.

Figure 4. Evolution of the relative intensity of the XRD peaks of the {111}, {200}, {220}, and {311} copper planes, as a function of milling time, for different alloys: a) Cu-Al, b) Cu-V, and c) Cu-Ti.

aleaciones, a las 30 h de molienda se observó una textura {111}.

Hellstern *et al.*^[12] estudiaron la evolución de la formación de nanoestructuras en polvos de Al-Ru molidos mecánicamente, mediante TEM. Ellos encontraron, en los primeros estados de la aleación mecánica, que la deformación se localiza en bandas de corte con una alta densidad de dislocaciones; dentro de las bandas de corte, observaron granos ultrafinos de 8-12 nm, con orientación preferencial (textura). Lo anterior se puede relacionar con el desarrollo inicial ($t= 10$ y 20 h) de textura y refinamiento de grano observado en las tres presentes aleaciones. Además, Hellstern *et al.* informaron que, al continuar la molienda, aumenta la densidad de dislocaciones y aparecen subgranos (de tamaños entre 20 y 30 nm); consecuentemente, disminuye la microdeformación de la red. Con molienda adicional, el tamaño de grano disminuye, las bandas de corte coalescen y los límites de ángulo pequeño de los subgranos son reemplazados por límites de gran ángulo, implicando rotación. Algo similar podría ocurrir en las presentes aleaciones que, para 30 h de molienda, presentaron una distribución de intensidades con cierta similitud con la del polvo inicial de cobre.

3.3. Microscopía electrónica de transmisión

La figura 5 muestra observaciones TEM de polvos de Cu-Al molidos durante 30 h, según: a) micrografía revelando granos de la matriz de cobre, b) micrografía de partículas de alúmina y c) diagrama de difracción

de electrones mostrando anillos de alúmina. En los polvos aleados, el tamaño promedio de granos está entre 10 y 30 nm, valores similares a los obtenidos por la metodología de KA a partir de los diagramas de XRD. En varias otras observaciones se detectó la presencia de dispersoides de Al_2O_3 y de óxidos de cobre, así como de maclas y subgranos.

En la figura 6 se presentan micrografías TEM de polvos de Cu-V molidos durante 30 h. Allí, se observan granos de cobre de aproximadamente 50 nm, (Fig. 6 a)). Dentro de esos granos hay pequeñas partículas de VC de unos 5 nm, identificadas mediante difracción de electrones, (Fig. 6 b) y c)).

Finalmente, la figura 7 corresponde a micrografías TEM de polvos de Cu-Ti molidos durante 30 h. Se observa un tamaño promedio de grano de la matriz de cobre de unos 50 nm (Fig. 7 a)). En esa matriz se detectaron partículas de TiO_2 de, aproximadamente, 10 nm de diámetro, identificadas por difracción de electrones (Fig. 7 b) y c)).

4. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones de este trabajo, sobre aleaciones Cu-Al, Cu-V y Cu-Ti obtenidas por molienda reactiva, son las siguientes:

- Para tiempos intermedios de molienda (10 y 20 h), los polvos de cobre y Cu-Al molidos en metanol mostraron, por XRD, el desarrollo de textura {111}, en tanto que los polvos de cobre, Cu-V y Cu-Ti molidos en tolueno exhibieron desarrollo de textura {220}. Sin embargo, al cabo de 30 h de molienda, para todas las aleaciones se observó textura {111}.

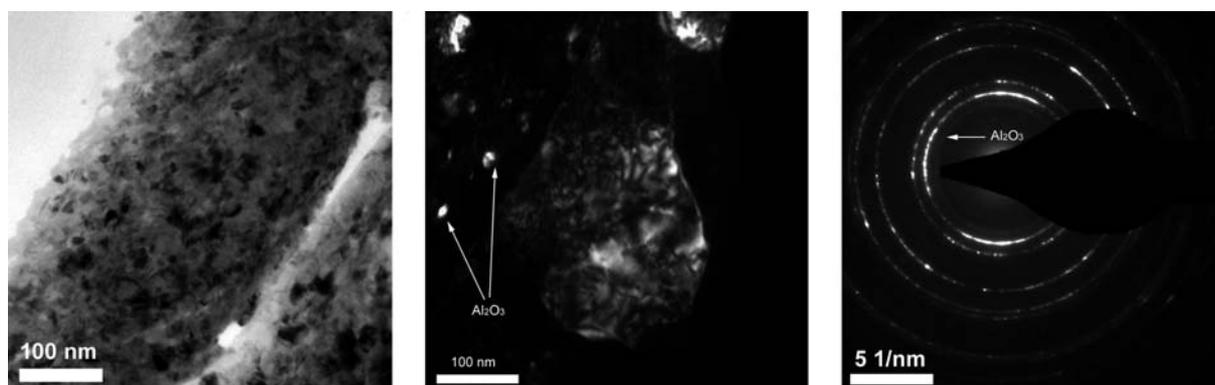


Figura 5. Análisis TEM de polvos molidos durante 30 h de la aleación Cu-Al: a) micrografía de granos de la matriz de cobre, b) micrografía mostrando partículas de Al_2O_3 y (c) diagrama de difracción de electrones correspondiente a una matriz de cobre y partículas de alúmina.

Figure 5. TEM analysis of powders of the Cu-Al alloy milled for 30 h: a) micrograph of copper-matrix grains, b) micrograph showing Al_2O_3 particles, and c) electron diffraction pattern corresponding to a crystalline copper matrix with alumina particles.

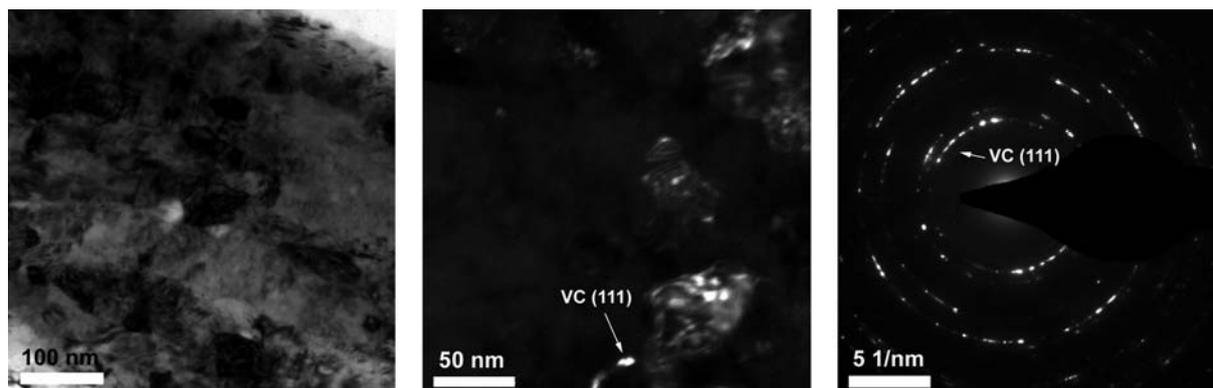


Figura 6. Polvos de Cu-V molidos durante 30 h: a) imagen TEM de campo claro de granos de cobre, b) imagen TEM de campo oscuro mostrando partículas de VC y c) diagrama de difracción de electrones correspondiente a una matriz de cobre y partículas de VC.

Figure 6. Cu-V powders milled for 30 h: a) bright-field image of Cu grains, b) dark-field image showing VC particles and c) electron diffraction pattern corresponding to a crystalline copper matrix with VC particles.

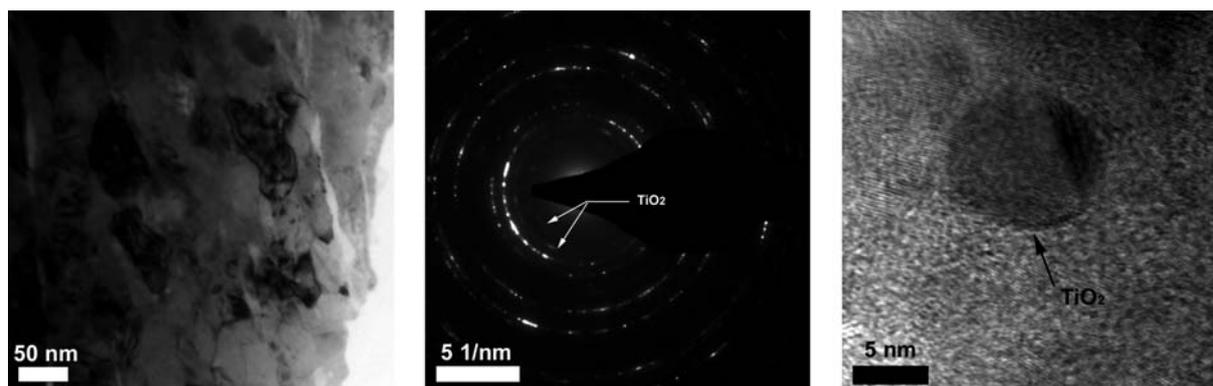


Figura 7. Polvos de Cu-Ti molidos durante 30 h: a) micrografía TEM de granos de cobre, b) diagrama de difracción de electrones mostrando una matriz de cobre y partículas de TiO_2 , y c) micrografía TEM de alta resolución mostrando una partícula esférica de TiO_2 .

Figure 7. Cu-Ti powders milled for 30 h: a) TEM micrograph of Cu grains, b) electron diffraction pattern corresponding to a crystalline copper matrix with TiO_2 particles and c) high-resolution TEM micrograph, showing a spherical TiO_2 particle.

— Después de 30 h de molienda, las aleaciones estudiadas presentaron, aproximadamente, según se determinó por XRD, un tamaño promedio de granos de cobre de 15-60 nm, una microdeformación de 0,2-04 % y una densidad de dislocaciones de $7,7 \times 10^{16} \text{ [m/m}^3\text{]}$. En recocidos sucesivos isócronos (20 min), el tamaño de grano crece moderadamente en forma lineal con la temperatura hasta los 600 °C; a los 700 °C hay un aumento en la velocidad de crecimiento, el cual es más significativo para la aleación Cu-Al que para las otras dos.

— Las aleaciones de Cu-Al, Cu-Ti y Cu-V molidas durante 30h exhibieron, según se estableció por TEM, partículas nanométricas de Al_2O_3 , TiO_2 y VC, respectivamente, de hasta 10 nm, así como óxidos de cobre.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer al Fondo Nacional de Desarrollo Científico y Tecnológico (FONDECYT), Proyecto N° 1070294, y al CSIC-España/Universidad

de Chile, Proyecto Colaborativo de Investigación N° CSIC 06/07-08. Además, agradecen a los memoristas de Ingeniería Civil Mecánica, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas de la Universidad de Chile, señores S. Maximov, J.P. Lozano, C. Egaña, R. Estay y F. Figueroa, por la valiosa colaboración prestada en este estudio.

REFERENCIAS

- [1] N. Hansen y P. Bronsted, *Res. Mech.* 1 (1980) 197-204.
- [2] R. Palma, A. Sepúlveda, R. Espinoza, M.J. Dianez, J.M. Criado y M.J. Sayagues, *Mater. Sci. Eng. A* 391 (2005) 60-65.
- [3] F. Figueroa, Tesis de Titulación, Dpto. de Ingeniería Mecánica, Universidad de Chile, 2008.
- [4] G.K. Williamson y W.H. Hall, *Acta Metall.* 1 (1953) 22-31.
- [5] H.P. Klug y L.E. Alexander, *X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials*, 2nd ed., John Wiley & Sons, New York, EE. UU., 1974, pp. 618-687.
- [6] Z. Zhang, F. Zhou y E.J. Lavernia, *Metall. Mater. Trans. A*, 34 (2003) 1.349-1.355.
- [7] R.P.I. Adler, H.M. Otte y C.N.J. Wagner, *Metall. Trans. A*, 1 (1970) 2.375-2.382.
- [8] B. Viguier, *Mater. Sci. Eng. A* 349 (2003) 132-135.
- [9] A. Rohatge y K.S. Wecchio, *Mater. Sci. Eng. A* 328 (2002) 256-266.
- [10] H.P. Stuwe, A.F. Padilha y F. Siciliano, *Mater. Sci. Eng. A* 333 (2002) 361-367.
- [11] S. Franjola, Tesis de Titulación, Dpto. de Ingeniería Mecánica, Universidad de Chile, 2007.
- [12] E. Hellstern, H.J. Fecht, C. Garland y W.L. Johnson, *Multicomponent ultrafine microstructures*, L.E. McCandlish, D.E. Polk, R.W. Suegel y B.H. Kear (Eds.), 1989, MRS 132, Pittsburgh, PA, California, EE. UU., p. 137.