

## SUBESTRUCTURAS DE DEFORMACION PRODUCIDAS POR IMPACTO Y COMPRESION EN COBRE\*

Pablo KITTL\*\*

### RESUMEN

*Se pusieron a punto métodos metalográficos expeditos que permitieran estudiar las subestructuras de deformación producidas por impacto y compresión en cobre. La observación se realizó por medio de ataque con polisulfuro de amonio, microfiguras y grabado químico. Se encontró que los granos con subestructuras contienen bandas de subgranos, marcas de deformación y líneas de deslizamiento latentes.*

### INTRODUCCION

Jacquet<sup>1</sup> ha estudiado en forma exhaustiva cobre de gran pureza laminado en frío (Cu de 99,99%, libre de oxígeno). Para ello, lo pulió electrolíticamente en solución de ácido fosfórico, (700 ml de ácido fosfórico de densidad 1,71 y agua hasta completar 1000 ml) aplicando una tensión de 1,8 a 1,9 volts. Luego hizo un ataque químico desconectando el baño electrolítico del circuito y cortocircuitando sus terminales durante 50 segundos o más, según el estado estructural.

De este modo pudo seguir los efectos de la deformación a partir del 5%. Para el cobre laminado encontró pequeños islotes de  $1\mu$  de ancho y 2 o  $3\mu$  de largo, orientados en la misma dirección del laminado. Al principio de la deformación observó ciertas líneas, que llamó líneas de deformación y que se deben probablemente o a precipitación de impurezas en las trazas de los planos de deslizamiento o a que en esas trazas se han anclado dislocaciones.

Por otra parte, Samuels y sus colaboradores<sup>2</sup> han estudiado las subestructuras de deformación principalmente con relación a su contenido en zinc y a su temperatura de deformación. Sus observaciones en el cobre puro no son tan

---

\*Subsidio 312 (b). Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas. Argentina.

\*\*Investigador del Laboratorio de Microscopía Electrónica del IDIEM.

precisas como las de Jacquet, pero lograron determinar una subestructura en forma de llamas que denominaron marcas de deformación (strain markings) y que atribuyen a la formación de fallas de apilamiento (staging faults).

La probabilidad de que se formen fallas de apilamiento crece con el contenido de impurezas y disminuye con el aumento de temperatura. El origen de las subestructuras de deformación se ha deducido comparando su frecuencia de aparición con la probabilidad de formación de fallas de apilamiento.

Samuels y colaboradores hicieron observaciones del grabado electrolytico del cobre, con luz polarizada y ataque químico. Sin embargo, este ataque no permite la observación de las subestructuras de deformación detectadas por Jacquet. En el presente trabajo se ha tratado de desarrollar una técnica metalográfica expeditiva que, revelando las subestructuras observadas por Samuels y Jacquet, tenga como base un pulido fácil de la muestra.

## PREPARACION DE PROBETAS Y METALOGRAFIA EMPLEADA

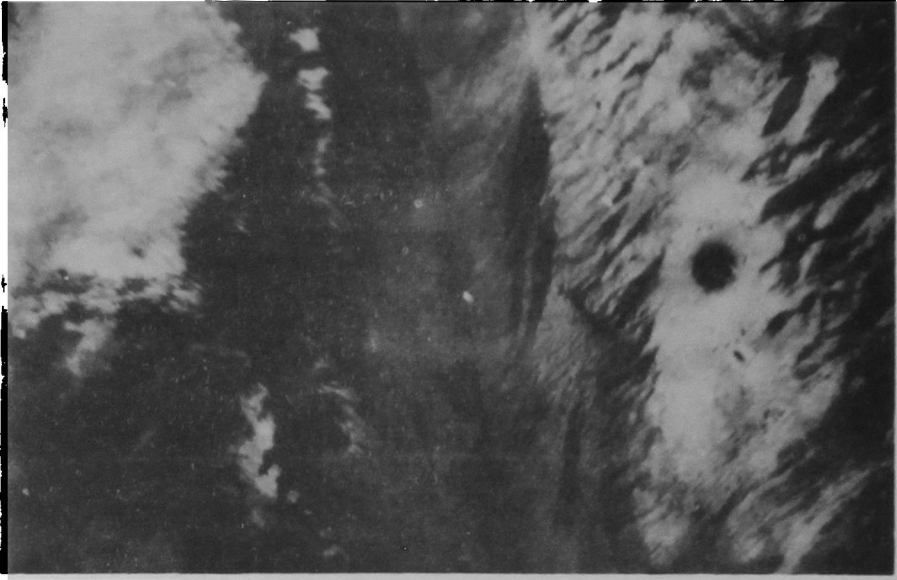
Se partió de una plancha de cobre electrolytico de 2 mm laminada 80% la que se recoció durante tres días a 950°C.

Como la metalografía empleada por Jacquet es engorrosa, se prefirió usar el pulido químico desarrollado por Varsavski, Boschi y Sabato<sup>3</sup>. El reactivo está formado por una mezcla de 15% de ácido fosfórico, 30% de ácido nítrico y 55% de ácido acético, operando a una temperatura de 85°C. El pulido con este reactivo es muy rápido obteniéndose una superficie metalográficamente buena.

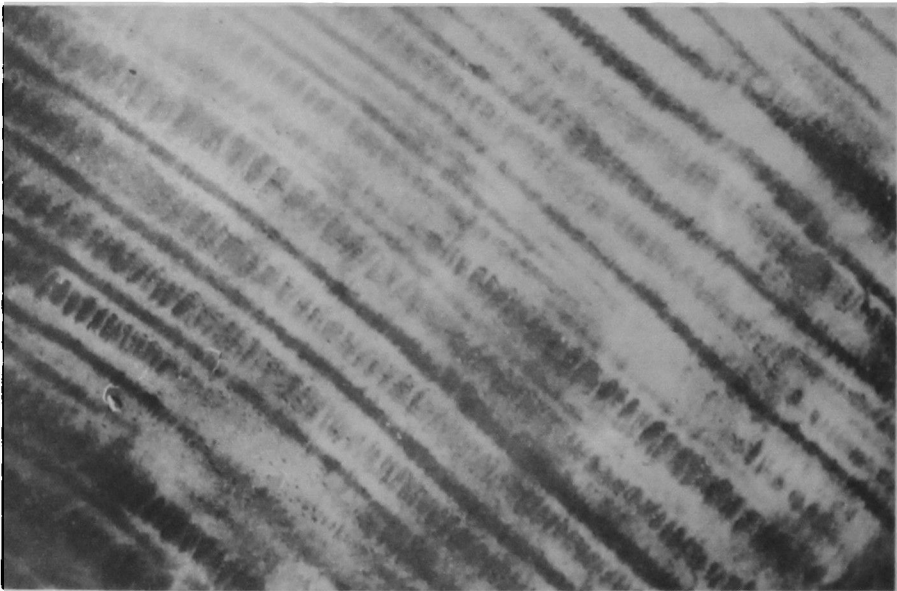
La observación metalográfica se realizó por medio de tres métodos, a saber:

- a). Ataque con polisulfuro de amonio. Este ataque se realizó con el reactivo diez veces más diluido que el recomendado por Lacombe<sup>4</sup>. Empleando tiempos de ataque del orden del minuto se obtiene una coloración azul oscura bastante uniforme que polariza muy bien, Figs. 1 y 2.-
- b). Para obtener microfiguras<sup>5</sup> se empleó una mezcla de composición 44% de cloruro férrico, 44% de ácido clorhídrico, 11% de ácido acético y 1% de bromo; con tiempos de ataque de algunos minutos se obtienen buenas microfiguras de corrosión, Figs. 3 y 4.
- c). Ataque químico con el reactivo descrito por Varsavski y colaboradores. Este ataque se hizo a 40°C y permitió revelar bastante bien, Fig. 5, la presencia de subgranos y líneas de deformación.

En general, la metalografía del cobre es difícil dado que en muchos casos



**Fig. 1.** Cobre deformado por compresión 40%, pulido químicamente y atacado con polisulfuro de amonio. Marcas de deformación. Luz polarizada. 200 X.



**Fig. 2.** Cobre deformado por impacto 35%, pulido químicamente y atacado con polisulfuro de amonio. Bandas de subgranos. Luz polarizada. 100 X.

las muestras se oxidan rápidamente, dificultando la buena observación.

## RESULTADOS OBTENIDOS

1.- En el ataque con polisulfuro de amonio, se pueden observar, Fig. 1, dos granos separados por un borde de grano. En el de la izquierda hay zonas de diferente orientación cristalográfica en una matriz que no presenta marcas de deformación. En cambio en el grano de la derecha pueden observarse numerosas marcas de deformación.

Por otra parte, en la Fig. 2 se observan bandas de diferente orientación cristalográfica, algunas de las cuales contienen subgranos.

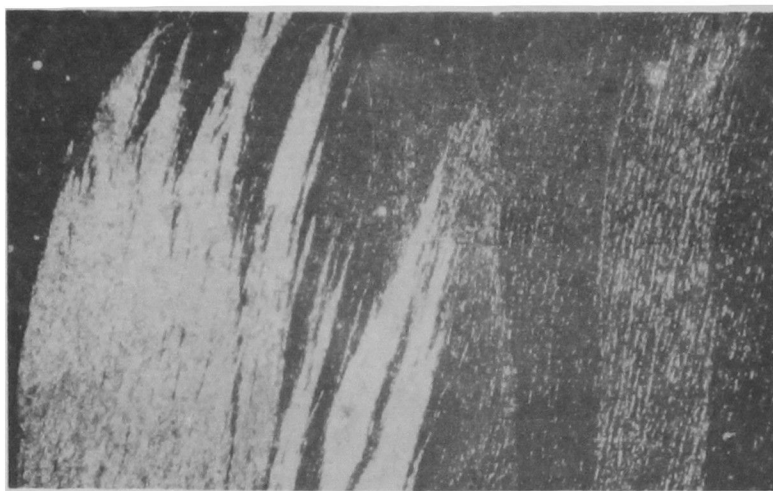
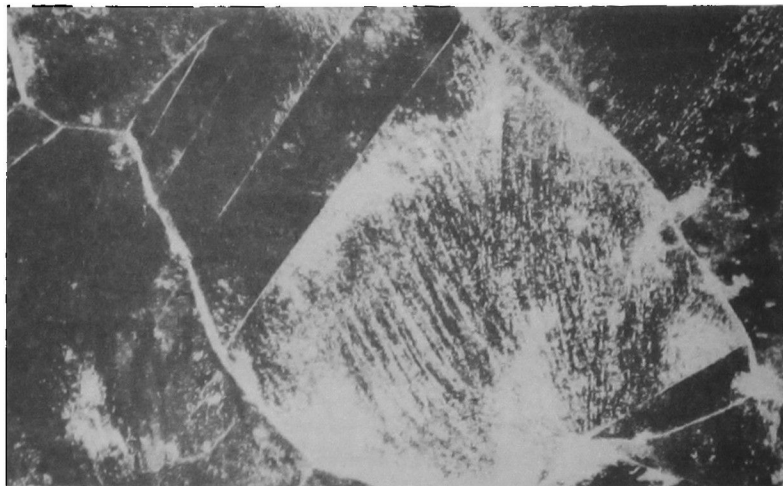


Fig. 3. Cobre deformado por impacto 35%, pulido químicamente y atacado con el reactivo que produce microfiguras. Las zonas más blancas son marcas de deformación (comparar con Fig. 1). Campo oscuro. 120 X.

Fig. 4. Cobre deformado por impacto 35%, pulido químicamente y atacado con el reactivo que produce microfiguras. El grano muestra los planos de deslizamiento (líneas de deformación) que se activaron. Campo oscuro. 70 X.



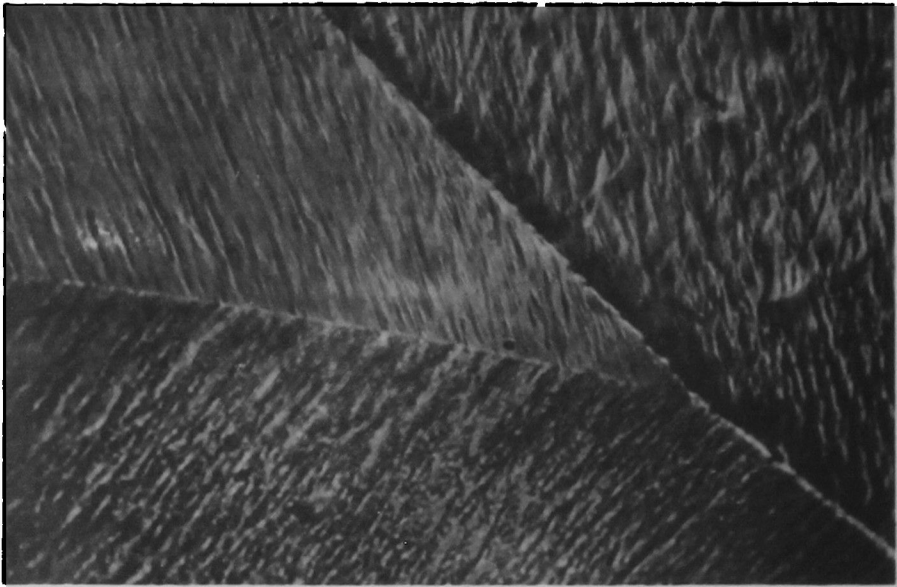


Fig. 5. Cobre deformado por impacto 35%. Pulido y grabado químicamente. Subgranos alineados. Contraste de fase. 100 X.

- 2.- Con el ataque b) se obtienen microfигuras de corrosión, las que se observan alineadas, Figs. 3 y 4. Puede notarse que en las marcas de deformación en forma de llamas, Fig. 3, existe la mayor concentración de microfигuras de corrosión.
- 3.- Por último, el ataque químico con el reactivo de pulido c) deja visibles subgranos más o menos bien formados y alineados, como puede observarse en la Fig. 5.

## DISCUSION

El ataque con polisulfuro de amonio revela zonas de orientación cristalográfica diferente y en consecuencia poca homogeneidad en la deformación. Tanto en el cobre deformado por compresión como en el deformado por impacto (tiempo de deformación del orden de  $10^{-4}$  seg) se ha podido observar la formación de subgranos, lo que estaría de acuerdo con la idea de que la formación de subgranos no depende de la cinética sino de la geometría. Tanto el ataque que produce microfигuras como el ataque químico revelan los planos de deslizamiento que se activaron con la deformación.

La diferencia entre este estudio y los realizados en aluminio por Perryman<sup>6</sup>, Kittl y Rodríguez<sup>7,8</sup>, Kittl y Sabato<sup>9</sup> y Rodríguez, Dümler y Kittl<sup>10</sup>, consiste en la aparición de los planos latentes de deformación debido a la mayor probabilidad de aparición de fallas de apilamiento. Sería interesante comparar los

sistemas de líneas de deslizamiento con las subestructuras que revelen los ataques en esa misma zona.

## AGRADECIMIENTOS

Al Sr. G. Rodríguez por haber leído el trabajo y ayudado a su redacción, y a la Sra. I. Dümler por su revisión.

## BIBLIOGRAFIA

1. JACQUET, P.A. "Contribution à l'examen micrographique du cuivre". Revue de Métallurgie. vol 42, nº 5 (mayo 1945) pp. 133-148.
2. HATHERLY, M.J. "The development of strain markings in copper and alpha-brass". Journal of the Institute of Metals, vol 85 (1960-61), pp. 60-64.
3. VARSAVSKY, A., BOSCHI, L. A., y SABATO, J. A. Cuivre, Laitons, Alliages, vol 25 (1955), pp. 60-62.
4. LACOMBE, P. y MOUFLARD, M. "Les applications de la micrographie en couleurs par formation de pellicules minces épitaxiales à teintes d'interférence à l'étude de l'aluminium, du fer et du cuivre". Métaux, Corrosion, Industries nº 340 (diciembre 1953) pp. 1-18.
5. LOWELL, L. C., y WERNICK, J.A. "Dislocations etch pits and polygonization in high purity copper". Journal of Applied Physics, vol 30, nº 4 (abril 1959) pp. 510-592.
6. PERRYMAN, E.C.W. "Observations on the structural changes accompanying recovery in super-purity aluminium", Acta Metallurgica, vol 2, (enero 1954) pp. 26-37.
7. KITTL, P. y RODRIGUEZ, G. "Microscopía electrónica por el método de réplicas, de Al 99,99% recocido, y recocido y deformado por impacto". Comisión Nacional de Energía Atómica (Argentina), Informe nº 69 (1962).
8. KITTL, P. y RODRIGUEZ, G. "Electron microscopy, by the replica technique, of aluminium deformed by impact". Journal of the Institute of Metals, vol 91 (1962-63), pp. 284-285.
9. KITTL, P. y SABATO, J.A. "Substructures produced in aluminium by impact". Applied Materials Research, vol 1, (abril 1963), pp. 117-119.
10. RODRIGUEZ, G.; DÜMLER, I.; y KITTL, P. "Microscopía electrónica de aluminio puro laminado en frío". Informe Técnico nº 9, IDIEM, Santiago 1965.

## DEFORMATION SUBSTRUCTURES PRODUCED BY IMPACT AND COMPRESSION IN PURE COPPER

### SUMMARY:

*Expedite metallographic methods have been used to study substructures produced deforming copper by impact and compression. Techniques used were chemical engraving, etching with ammonium polysulfide and observation of etch pits. Grains with substructures were found to present: subgrain bands, strain markings and latent slip lines.*