



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

**COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y MICROESTRUCTURAL DE UNA
ALEACIÓN Cu-1,8%p.Al-0,5%p.Be EN EL RANGO POST-SUPERELÁSTICO**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

FRANCISCO JAVIER MUGA IBARRA

PROFESOR GUÍA
AQUILES SEPÚLVEDA OSSES

MIEMBROS DE LA COMISIÓN
ALEJANDRO ZÚÑIGA PAEZ
RODRIGO PALMA HILLERNS

SANTIAGO DE CHILE
ENERO 2008

Resumen de la Memoria

La aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be presenta un comportamiento de Memoria de Forma (MF) del tipo Superelástico. Este último consiste en que al aplicar carga, dentro de ciertas condiciones, se tienen deformaciones relativamente importantes (2-8%) que se recuperan al retirar la carga. El fenómeno de MF se asocia a una transformación martensítica, la que involucra una fase madre austenita (β), de alta simetría, y a una fase metaestable martensita (β'), de baja simetría. En un ciclo de carga y descarga, las aleaciones superelásticas disipan energía. Este comportamiento de disipación y la capacidad de aceptar grandes deformaciones recuperables, da la potencialidad de que estos materiales puedan actuar como disipadores de energía, por ejemplo, en estructuras civiles.

Según nuestro conocimiento, no existen estudios publicados de la aleación CuAlBe en el rango post-superelástico, donde ya hay deformaciones remanentes. De modo que para ese rango se desconoce la microestructura del material y de qué forma se comporta la disipación de energía.

En este trabajo se analizaron cuatro casos de distinta deformación en la aleación CuAlBe, a temperatura ambiente y para un tamaño de grano de 100 μm . En el primer caso se deformó una probeta en el rango superelástico (0,23% de deformación) mediante un ensayo monotónico. En el segundo caso se impuso una deformación del 6% en ensayos monotónico y cíclico (a dos distintas probetas), en el tercero se impuso una deformación del 9% en ensayos monotónico y cíclico (a dos distintas probetas); y en el cuarto se llevó una probeta hasta la fractura.

En ensayos de tracción monotónicos, se determinó que el módulo de Young del material es de 88GPa, que la resistencia a la fractura es de 802MPa, y que la fractura corresponde a una deformación de 10.2%, con carga. También se determinó, mediante un método de derivadas, validado por información y datos de otros estudios, que el límite superelástico de esta aleación, a temperatura ambiente, corresponde a una deformación de 2.5%. Los resultados anteriores son concordantes con estudios anteriores. En ensayos de tracción cíclicos (0,5 y 1 Hz) se encontró que en el rango post-superelástico existe elasticidad no lineal y amortiguamiento, siendo este último mayor que en el rango superelástico.

Se obtuvo metalografías de los distintos casos de deformación ya definidos. En el primer caso, dentro del rango superelástico, no se observó martensita remanente, solo austenita, como era de esperar. Por otra parte, en los casos 2, 3 y 4, en el rango post-superelástico, se observó austenita con martensita remanente y que la fracción de esta última crecía con la deformación impuesta. En la fractografía del caso 4, se observó preferentemente fractura transgranular, con zonas de clivaje y otras de hoyuelos, lo cual es un resultado conocido.

En microscopía electrónica de transmisión, se observó muestras vírgenes y con deformación. En ambos tipos de muestra se estableció que la austenita presenta finas franjas, las que corresponderían a defectos cristalinos que podrían estar relacionados con manchas de difracción alargadas adicionales al patrón de difracción BCC de esa fase. En muestras con deformación, en la austenita se observó dislocaciones apareadas, denominadas dislocaciones de superred; además se observaron franjas gruesas en la austenita que es posible que sean vestigios de placas revertidas de martensita inducidas por deformación.

Se concluye que la elasticidad no lineal observada en el rango post-superelástico se asocia a la austenita aún presente en ese rango, la que podría transformarse por esfuerzo en martensita. Además, el mayor amortiguamiento observado en el rango post-superelástico, en relación con aquel en el rango elástico, estaría relacionado con los defectos cristalinos observados en la austenita, al requerir ellos una mayor energía para que ocurra la transformación martensítica.

Agradecimientos

He terminado un periodo importante de mi vida, etapa en donde crecí enormemente como persona y profesional, años en los que aprendí que siempre es importante hacer sacrificios para lograr las metas, es necesario vencer la desidia y tener la iniciativa para llevar a cabo planes y mejoras que se tienen en mente, enfocado en la ayuda a las demás personas.

Quiero agradecer a mi familia por estar siempre apoyándome en los momentos de flaqueza y por darme una gran satisfacción al tenerlos a mi lado.

Índice

I. INTRODUCCIÓN	7
1.1. OBJETIVO	8
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	8
2. ANTECEDENTES	9
2.1. TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA	9
2.1.1. NIVEL MICROSCÓPICO	9
2.1.2 NIVEL MACROSCÓPICO	11
2.1.3 MARTENSITA INDUCIDA POR TENSIÓN: SUPERELASTICIDAD.	13
2.1.4 TEMPERATURA EN GRÁFICO TENSIÓN-DEFORMACIÓN	14
2.1.5 DESCRIPCIÓN TENSIÓN-DEFORMACIÓN	15
2.2. PARÁMETROS DE LAS CURVAS DE TRACCIÓN Y CÍCLICAS	16
2.2.1 CURVAS DE TRACCIÓN:	16
2.2.2. CURVAS DE CÍCLICAS:	17
2.3. AMORTIGUACIÓN	18
2.4. MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN DE ALTA RESOLUCIÓN (HRTEM)	19
2.4.1. FUNDAMENTOS	19
2.4.2. LEY DE BRAG	19
2.4.3. FORMACIÓN DE LA IMAGEN	20
2.4.4. FORMACIÓN DEL PATRÓN DE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES:	21
2.4.5. CONSIDERACIONES CRISTALOGRÁFICAS	22
2.4.6. MICROSCOPIO MODELO TECNAI	23
2.4.7. PREPARACIÓN DE MUESTRAS	23
2.4.8. ADELGAZAMIENTO FINAL	24
2.4.8.1. El electropúlido	24
2.4.8.1. El adelgazamiento iónico	25
2.6. ESTRUCTURA CRISTALINA.....	26
2.6.1. ESTRUCTURA AUSTENITA	28
2.6.2. ESTRUCTURA MARTENSITA	29
2.7. DEFECTOS ESTRUCTURALES	30
2.7.1. DEFECTOS PUNTUALES	30
2.7.2. DEFECTOS BIDIMENSIONALES	30
2.7.3. DEFECTOS SUPERFICIALES	32
3. METODOLOGÍA	33
3.1. PLAN DE TRABAJO	33
3.2. ETAPAS	34
3.2.1. PARÁMETROS INICIALES DE LA ALEACIÓN	34
3.2.2. PROPIEDADES MECÁNICAS	34
3.2.3. MICROESTRUCTURA	35
3.3. MATERIAL Y ESPECIFICACIONES	35
3.4. HERRAMIENTAS DE ANÁLISIS	36
4.1. PARÁMETROS INICIALES	37

4.1.1. CÁLCULO DE TAMAÑO DE GRANO	37
4.1.2. TRATAMIENTO TÉRMICO	39
4.1.3. ENVEJECIMIENTO	39
4.2. PROCEDIMIENTO ENSAYOS MECÁNICOS DE TRACCIÓN.....	40
4.3. PROCEDIMIENTO DETERMINACIÓN DEL LÍMITE SUPERELÁSTICO.....	42
4.3.1.4. Trabajo actual	50
4.3.2. METODOLOGÍA	50
4.3.2.2. Suavizar curva de tracción	51
4.3.2.3. Acotar curva de tracción	51
4.3.2.4. Ajuste de la curva de tracción mediante un polinomio	51
4.3.2.5. Primera y segunda derivada	52
4.4. PROCEDIMIENTO MICROESTRUCTURA	54
4.4.1. ZONA ÚTIL DE PROBETAS	54
4.4.2. PROCEDIMIENTO PARA METALOGRAFÍAS	54
4.4.2.1 Procedimiento	55
4.3.3. PREPARACIÓN DE MUESTRAS HRTEM.	56
4.3.3.1 Adelgazamiento previo.	56
Determinación solución de ataque	57
Determinación parámetros de electropúlido	57
Muestras definitivas	60
4.3.3.3. El adelgazamiento iónico	61
4.3.3.4. Electropúlido más el adelgazamiento iónico	62
4.3.4. HRTEM	62
4.3.4.1. Procedimiento	62
4.3.4.2. Montaje de la muestra para microscopía	62
5. RESULTADOS	64
<hr/>	
5.1 RESULTADOS ENSAYOS MECÁNICOS.....	64
5.1.1. CASO 1	64
5.1.2. CASO 2	64
5.1.2.1. Limite de Fluencia	67
5.1.2.2. Pendientes	67
5.1.2.3. Áreas y Factor de Amortiguación.	68
5.1.2.4. Gráfico de Amortiguación	68
5.1.3. CASO 3	69
5.1.3.1. Fluencia de la Aleación	71
5.1.3.2. Pendientes de la Aleación	71
5.1.3.3. Áreas y Factor de Amortiguación	72
5.1.3.4. Gráfico de Amortiguación	72
5.1.4. CASO 4	73
5.1.5. GRÁFICO DEL CASO 2 Y 3 SIMULTÁNEOS CÍCLICO	73
5.1.6. GRÁFICO DEL CASO 2 Y 3 SIMULTÁNEOS MONOTÓNICO	74
5.1.7. GRÁFICO DEL CASO 2 Y 3 EN AMORTIGUACIÓN	74
5.1.8. COMENTARIOS	75
5.2 RESULTADOS CÁLCULO LÍMITE SUPERELÁSTICO.....	76
5.2.1. RESULTADOS DE LOS DATOS GIOVANNI GONZÁLEZ	76
5.2.2. RESULTADOS DE LOS DATOS GONZÁLEZ	77
5.2.3. RESULTADOS DE LOS DATOS MARCO MARIVIL	78
5.2.4. RESULTADOS DE LOS DATOS DE RODRIGO ARAYA	83
5.2.5. TRABAJO ACTUAL	83

5.2.6. TABLA RESUMEN DE RESULTADOS	84
5.2.7. CONCLUSIONES	85
5.3. RESULTADO MICROESTRUCTURA	87
5.3.1. CASO 1	87
5.3.2. CASO 2	87
5.3.3. CASO 3	88
5.3.4. CASO 4	88
5.4. FRACCIÓN VOLUMÉTRICA AUSTENITA - MARTENSITA	89
5.4.1. CASO 2	89
5.4.2. CASO 3	90
5.4.2. CASO 4	90
5.5. FRACTOGRAFÍA.....	92
5.5.1 COMENTARIOS	93
5.6. RESULTADOS HRTEM	94
5.6.1. ANÁLISIS EN LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	94
5.6.2. MUESTRA VIRGEN.	96
5.6.2.1. Muestra virgen con envejecimiento, preparada mediante electropólido más pulido iónico	96
5.6.2.2. Muestra virgen sin envejecimiento, preparada mediante Pulido Iónico.	98
5.6.2.3. Conclusiones	100
5.6.3. MUESTRAS CON DEFORMACIÓN	101
5.6.3.1. Muestra de probeta llevada al 6% deformación (Caso 2).	101
5.6.3.2. Muestra de probeta envejecida llevada a la fractura (Caso 4).	103
5.6.3.3. Conclusiones	106
6. CONCLUSIONES	107
<hr/>	
6.1. COMPORTAMIENTO MECÁNICO	107
6.2. MICROESTRUCTURA.....	107
BIBLIOGRAFÍA	109
<hr/>	
APÉNDICE A	111
<hr/>	
CÓDIGOS DE FUNCIONES MATLAB UTILIZADOS.....	111
SUAVIZAR CURVAS	111
CALCULO LÍMITE DE FLUENCIA	111
CALCULO DEL ÁREA DEL CICLO EN LOS ENSAYOS CÍCLICOS	112
REGRESIÓN LINEAL	113

1. Introducción

Existe una familia de aleaciones que presentan un comportamiento llamado Memoria de forma (abreviado AMF “Aleaciones con Memoria de Forma”). Son aleaciones metálicas que después de una deformación aparentemente plástica, vuelven a su forma original.

Esta recuperación puede ser tras un tratamiento térmico (llamado Efecto Memoria de Forma “EMF”) o al retirar la carga que deforma al material dentro de un determinado rango de temperatura (llamado Memoria de Forma Elástica o **Superelasticidad** “SE”).

Ambos tipos de memoria de forma, EMF y SE, tienen un origen en común, la Transformación Martensítica (TM), la cual ocurre dentro de la estructura del material por efectos de la temperatura y deformación.

La aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be es del tipo superelástica, según ensayos experimentales a temperatura ambiente. Un aumento del esfuerzo en este material provoca una deformación asociada a la transformación martensítica, transformación que involucra una fase madre austenita (β) de alta simetría y una fase metaestable martensita (β') de baja simetría.

Cuando el esfuerzo es retirado toma lugar la transformación reversible de la martensita y el material vuelve a su forma original, todo esto dentro de ciertos límites de esfuerzo y deformación.

Además, en ciclos de carga y descarga, las aleaciones superelásticas disipan energía en cada ciclo. Este comportamiento de disipación y la capacidad de aceptar grandes deformaciones recuperables, permite ver la potencialidad de estos materiales de actuar como disipadores pasivos de energía en estructuras.

Estudios recientes, en la aleación CuAlBe, han mostrado detenidamente en el rango superelástico los comportamientos mecánicos del material. Se ha determinado la elasticidad no habitual llega a deformaciones del 2.5% aproximadamente (límite superelástico).

Actualmente no existen estudios formales de la aleación CuAlBe en rangos de deformación superiores al límite superelástico (rango post-superelástico) y por ello se desconoce la microestructura del material en este rango y de que forma se comporta la disipación de energía comparada con el rango superelástico.

Se analizarán curvas esfuerzo-deformación que superen el límite superelástico para deducir parámetros mecánicos clásicos (límite elástico, esfuerzo y deformación a la fractura, etc.) y superelásticos (límite superelástico, coeficiente de amortiguamiento, módulo secante, etc.)

También se analizará la microestructura de las probetas ensayadas mecánicamente, a través de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y microscopía óptica observando las estructuras de la martensita retenida, de la interfaz austenita/martensita, de dislocaciones y maclas.

1.1. Objetivo

Para una aleación Cu-11,8%Al-0,5%p.Be con estructura austenítica y comportamiento superelástico, se estudiará la su comportamiento mecánico y microestructural en el rango post-superelástico.

1.2. Objetivos Específicos.

- Se determinarán parámetros mecánicos clásicos (límite elástico, esfuerzo y deformación a la fractura, etc.) y superelásticos (coeficiente de amortiguamiento, módulo secante, etc.) ya sea para el rango superelástico como post-superelástico.
- Se determinara el Limite Superelástico de la aleación CuAlBe y con ello un método alternativo en base a datos entregados por otros estudios.
- Se comparará la capacidad de disipación entre el rango superelástico y post-superelástico.
- Se analizará la microestructura de las probetas ensayadas mecánicamente dentro del rango superelástico como en el rango post-superelástico, a través de microscopía óptica, también se harán algunas observaciones preliminares por microscopía electrónica de transmisión.
- Se procurará establecer correlaciones entre microestructura y comportamiento mecánico

2. Antecedentes

2.1. Transformación martensítica

La transformación martensítica es una transformación de fase de primer orden sin difusión en el estado sólido. La nueva fase, denominada martensita, se forma por procesos de nucleación y crecimiento. Una condición necesaria para que la transformación martensítica tenga lugar es que aumente la estabilidad termodinámica.

Para dar un acercamiento y mejor entendimiento a esta transformación se analizarán dos visiones: microscópica y macroscópica.

2.1.1. Nivel microscópico

Las transformaciones por estado de los sólidos son de dos tipos:

Transformaciones por difusión son Aquellos en las que solo se puede formar una nueva fase moviendo átomos aleatoriamente a distancias relativamente grande. Se requiere un amplio rango de difusión porque la nueva fase es de diferente composición química que la matriz de la forma. Dado que se requiere una migración atómica, la evolución de este tipo de transformación y la temperatura.

Transformaciones por desplazamiento (transformación martensítica) son aquellas en no se requiere un amplio rango de movimientos y en este caso los átomos se reordenan para llegar a una nueva estructura cristalina mas estable pero sin cambiar la naturaleza química de la matriz.

Dado que no es necesaria una migración atómica, estas transformaciones por desplazamiento generalmente son independientes del tiempo y del movimiento de la interfase entre las dos fases es muy rápido, estando limitado por la velocidad del sonido. Se suelen llamar transformaciones atérmicas, dado que la cantidad de nueva fase creada depende solo de la temperatura y no de la cantidad de tiempo a esta temperatura.

Las transformaciones martensíticas son generalmente del tipo por desplazamiento, Son independiente de la difusión, que se produce de modo instantáneo y manteniendo una relación entre la fase austenita y la martensítica.

Desde el punto de vista cristalográfico la transformación de austenita a martensita se puede explicar en dos partes: deformación de la red cristalina y cizalladura invariante de la red.

Se esquematiza en Fig. N°1 la estructura austenita en el diagrama (a) y la progresión hacia una estructura totalmente martensítica se produce de (b) a (d).

La segunda parte de la transformación martensítica cizalladura invariante de la red, es un paso de acomodación: la estructura martensítica producida por el paso anterior es de diferente forma, y frecuentemente volumen y forma.

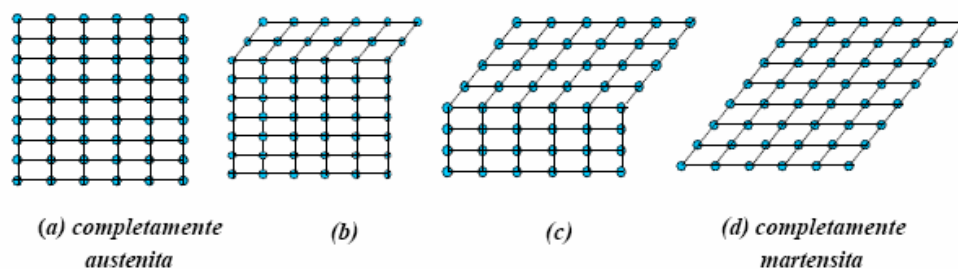


Fig. N° 1

Se muestra esquemáticamente en dos dimensiones, transformación de austenita a martensita. (a) siendo completamente austenita, (d) completamente martensita. En (c) a medida que la interfase avanza, cada capa de átomos se desplaza solo una pequeña distancia.

Tanto la forma de la nueva fase, como la austenita circundante, deben ser alteradas para acomodarse a una nueva estructura. Hay dos mecanismos generales por los cuales esto puede pasar: *por deslizamiento o por Maclado*.

En ambos casos, cada celda individual, o paralelogramo, tiene la nueva estructura martensítica pero la forma en conjunto es la de la austenita original. El deslizamiento es un proceso permanente y es un mecanismo común en la mayoría de las martensitas. El maclado es incapaz de acomodar cambios de volumen pero puede acomodar cambios de forma en un modo reversible. Para que la memoria de forma ocurra de un modo significativo, se requiere que la acomodación sea completamente reversible. Solo se requieren dos dimensiones de cizalladura (o variantes) para restaurar la forma completa original de la matriz. En tres dimensiones es más complicada y se pueden requerir cuatro variantes martensíticas.

La transformación martensítica se efectúa mediante un proceso de cizalladura que forma placas monocristales coherentes con la fase originaria.

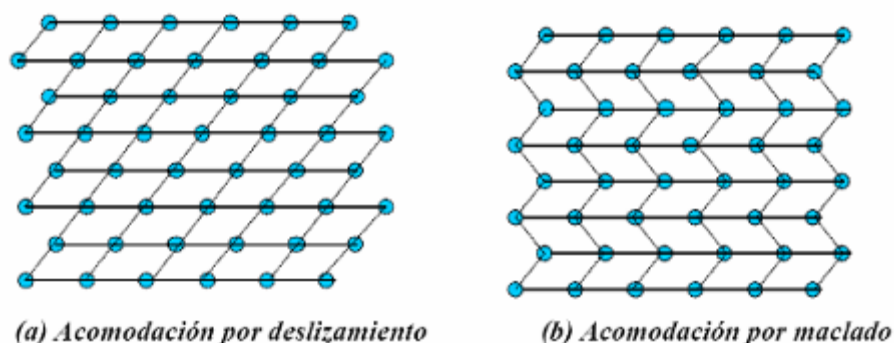


Fig. N° 2

Los dos mecanismos de acomodación a la forma del cambio debido al cortante atómico de la transformación Martensítica. En deslizamiento (izquierda), la microestructura es dañada irreversiblemente. En el caso de maclado (derecha) la acomodación es reversible, pero no se pueden alcanzar cambios de volumen sustanciales. [15]

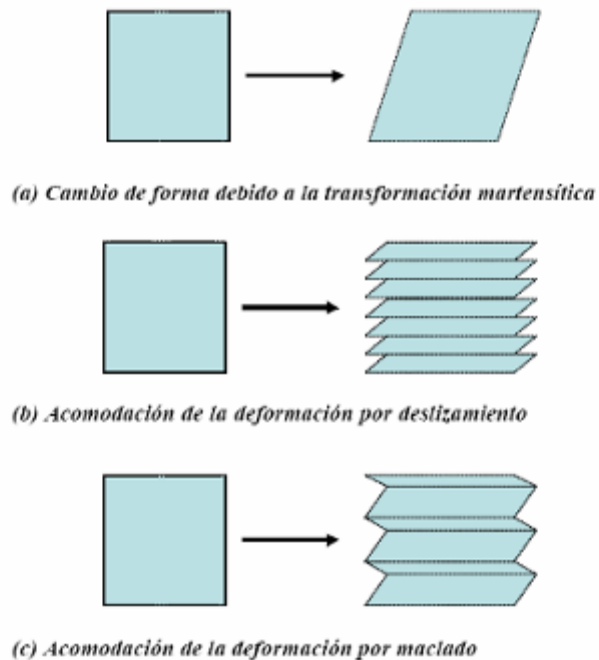


Fig. N° 3

Forma gráfica de representación de los mecanismos de acomodación.

Aunque existe un desplazamiento de la red original a lo largo de las placas de martensita, este se produce sin discontinuidad en la intercara que separan las dos estructuras. Esto significa que la superficie de separación entre la austenita y la fase de partida es coherente, siendo el plano de acomodo un invariante, es decir, con distorsión y rotación nula, no produciéndose ni pérdida de la coherencia ni distorsión elástica. Es decir es una transformación homogénea. Por lo tanto, La transformación se puede describir como una cizalladura homogénea paralela al plano de acomodo existiendo. Pues diversas posibilidades de orientación de la martensita que se corresponde con las diferentes orientaciones de los planos de acomodo de las direcciones de cizalladura.

2.1.2 Nivel macroscópico

Desde un punto de vista microscópico, prácticamente todas las propiedades físicas de la austenita y martensita son diferentes, y por ello a medida que se atraviesa el punto de transformación mediante una variación de la temperatura, aparecen una gran variedad de cambios en las propiedades significativas. Cualquiera de ellos puede usarse para seguir el progreso de la transformación. Las temperaturas M_s , M_f , A_s y A_f que se indican en el gráfico 1.7 se refieren a las temperaturas a la cual la transformación martensítica comienza y acaba, y la temperatura a la cual la transformación austenítica empieza y termina. No existe una determinada temperatura sino un rango de temperaturas.

Existen muchas propiedades de las SMA que varían con la transformación martensítica, pero una de las que cambia de modo más significativo es el límite elástico. La estructura martensítica puede deformarse moviendo fronteras de maclado, que son bastante móviles. Por ello

el límite elástico es mucho mas bajo que el de la austenita que debe formarse por generación de dislocaciones y movimiento. Solo una cierta cantidad de deformación martensítica puede ser acomodada por este proceso de movimiento de maclado y, una vez excedido el material se deformara de nuevo elásticamente y, eventualmente, cederá por segunda vez de modo irreversible (movimiento de dislocación).

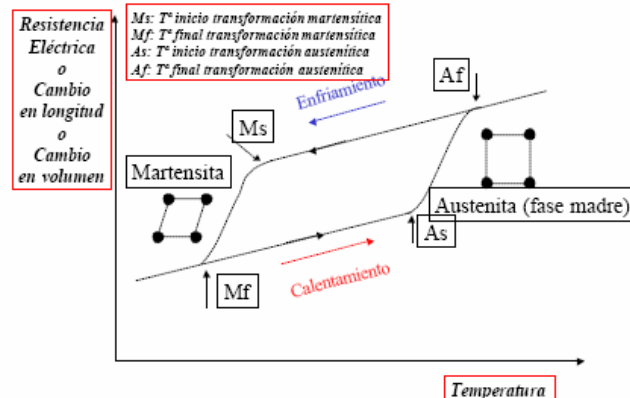


Fig. N° 4

Representación hipotética de los cambios en las propiedades Vs. Temperatura en la transformación Martensítica de una aleación con memoria de forma. La fase madre (austenita) se representa por un retículo cuadrado, y la martensita por uno rombo, se marcan en las temperaturas características.

Donde:

- Ms= Temperatura de comienzo de la Transformación Martensítica.
- Mf= Temperatura de termino de la Transformación Martensítica.
- As= Temperatura de comienzo de la Transformación Austenítica.
- Af= Temperatura de termino de la Transformación Austenítica.

A estas temperaturas se les suele llamar Temperaturas Características o Temperaturas de Transformación. Se pueden observar 2 procesos: Enfriamiento y Calentamiento.

En el proceso de enfriamiento Ms es la primera temperatura que aparece, punto desde el cual empieza a formarse la martensita. Esta transformación termina cuando la temperatura desciende hasta Mf.

En el proceso de calentamiento, la primera temperatura que se presenta es As, punto desde el cual comienza la transformación austenítica para terminar en Af. Cuando la aleación alcanza As comienza la formación de una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (ccf), caracterizada por su rigidez y dureza, terminando el proceso en T=Af. Cuando la aleación se calienta más allá de Af, la deformación se recupera completamente obteniendo el efecto memoria de forma.

Además, de la Fig. N°4 se puede ver que ambos caminos de los procesos (enfriamiento y calentamiento) son distintos como consecuencia de la histéresis de transformación.

2.1.3 Martensita inducida por tensión: superelasticidad.

Cuando se habla de memoria de forma independiente de la temperatura, estamos hablando de superelasticidad.

La formación de martensita es un proceso termoelástico lo que quiere decir que un descenso incremental de la temperatura entre M_s y M_f produce un ligero crecimiento de las láminas de martensita existentes y la nucleación de algunas nuevas. Pero, cuando la temperatura asciende incrementalmente, las nuevas láminas nucleadas desaparecen y aquellas que crecieron ligeramente en el enfriamiento, se reducen un poco. Dicho de otra forma, hay una equivalencia entre temperatura y la tensión: un decrecimiento en la temperatura es equivalente a un crecimiento de la tensión, ambas estabilizando la martensita.

La martensita es también cristalográficamente reversible, lo cual significa que la reversión de una lámina en el calentamiento es justo la inversa del proceso de formación: la lámina sufre un “cortante regresivo” y luego desaparece.

Normalmente, en el enfriamiento, la martensita puede formarse en M_s bajo ninguna tensión. Pero en el mismo material, la martensita puede formarse por encima de M_s si se le aplica una tensión, y la martensita así formada se le llama *martensita inducida por tensión (SIM)*. La fuerza impulsora para la transformación es ahora mecánica, y opuesta a la térmica.

Por encima de M_s , la tensión requerida para producir SIM se eleva al incrementar la temperatura, de hecho, la variación en la tensión necesaria para producir SIM incrementa linealmente con la temperatura por encima de M_s y si se extrapola la tensión, ésta disminuirá hasta cero para el valor M_s .

La variación lineal de la tensión para inducir martensita en función de la temperatura, obedece la ecuación de Clausius -Clapeyron, expresada usualmente como en la ecuación N°1

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H}{\Delta V}$$

Ecuación N° 1

Donde P es la presión. T la temperatura, H es el calor latente de transformación y V el cambio de volumen en la transformación. Ecuación N° 2

$$\frac{d\sigma}{dM_s} = - \frac{\Delta H}{\epsilon_0}$$

Ecuación N° 2

Donde σ es la tensión aplicada y ϵ_0 la deformación de transformación a lo largo de la tensión aplicada.

El incremento de la dificultad para inducir martensita por tensión continúa aumentando con la temperatura hasta M_d , por encima de la cual la tensión crítica para inducir martensita es mayor que la necesaria para mover dislocaciones. Esto hace que M_d sea la temperatura más alta a la cual es posible obtener martensita. Por ello el rango de temperaturas para SIM es desde M_s hasta M_d .

Si se representan esta relación en un gráfico tensión-temperatura se observa como las cuatro temperaturas de transformación cambian con el nivel de tensión, desplazándose hacia valores más altos en proporción lineal con la tensión.

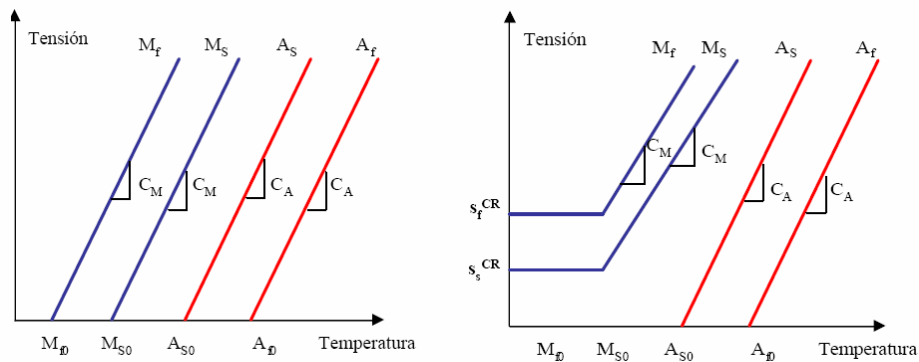


Fig. N° 5

Diferentes consideraciones para el diagrama crítico tensión-temperatura para la variación de las temperaturas de transformación con la tensión.

La superelasticidad aparece cuando el material es deformado por encima de A_s , pero aún por debajo de M_d . En este rango la martensita puede hacerse estable con la aplicación de la tensión, pero se vuelve inestable otra vez cuando la tensión se elimina.

2.1.4 Temperatura en gráfico tensión-deformación

Se pueden remarcar algunos puntos fundamentales o peculiaridades de la relación tensión-deformación de estas aleaciones. Primero de todo, la relación tensión-deformación es altamente dependiente del camino.

Camino, en este caso, implica historia del elemento en temperatura, deformación y condición de carga. Como ejemplo, en la Fig. N°6 se puede apreciar representados los comportamientos de un material superelástico en función de la temperatura

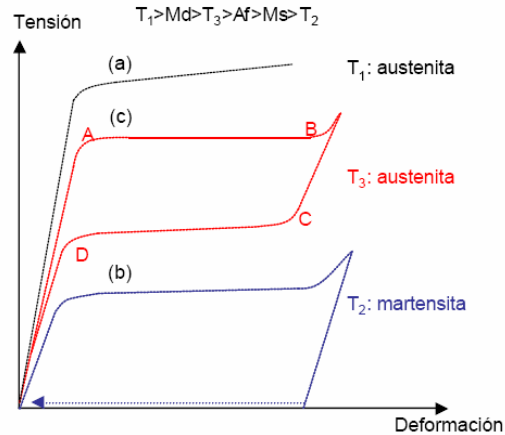


Fig. N° 6

Representación conjunta del comportamiento de un material superelástico a diferentes temperaturas.

Para el caso del Cu-1,8%p.Al-0,5%p.Be, se tiene que a temperatura ambiente se comporta como un material superelástico ideal, similar al representado en la Fig. N°6 anterior curva c.

2.1.5 Descripción tensión-deformación

En la Fig. N°7 se muestra una curva de esfuerzo v/s deformación ideal para un material superelástico.

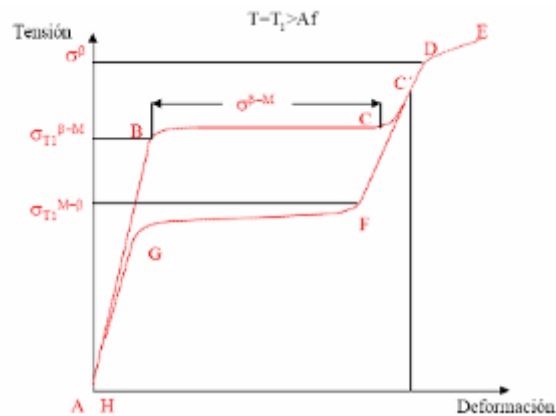


Fig. N° 7

Curva tensión – deformación para un SMA ideal con una carga por encima de A_s y descargada, que muestra diferente comportamiento superelástico, La martensita inducida por tensión se forma durante la carga, es inestable y desaparece en la descarga.

Donde:

- A-B: Deformación elástica de la fase original.
- B-C: Transformación Austenita -Martensita.
- C-D: Deformación elástica con 100% Martensita.
- D: Límite elástico de la martensita.
- C'-F: Recuperación elástica.
- F-G: Transformación Martensita - Austenita.
- G-H: Recuperación elástica.

2.2. Parámetros de las curvas de Tracción y Cíclicas

Para poder cuantificar el comportamiento mecánico de la aleación es necesario calcular algunos parámetros importantes en las curvas de tracción y cíclicas, que representan distintos fenómenos que ocurren dentro del material.

2.2.1 Curvas de Tracción:

En la Fig N°8 se muestra esquemáticamente los parámetros que se calcularon a las curvas de tracción y que se describen a continuación.

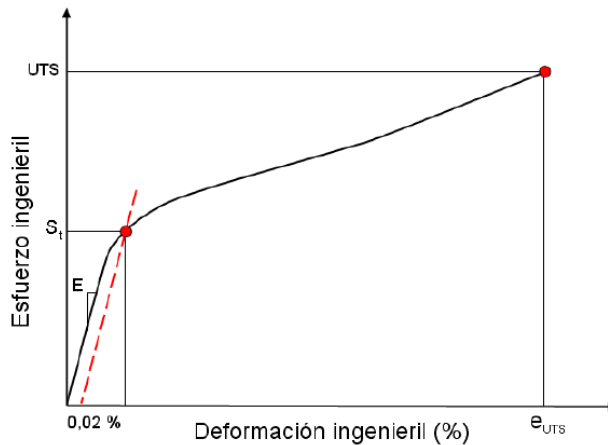


Fig. N° 8

Parámetros de curva de tracción

- *Modulo de Elasticidad Austenítico E*

Corresponde a la pendiente del tramo lineal inicial del registro, en el cual la austenita se está deformando elásticamente. Es importante tener en cuenta que a mayor pretensión impuesta a la probeta, mayor es la probabilidad de que no se observe el tramo lineal inicial en el registro.

- *Esfuerzo de Transformación S_t*

Corresponde al punto en que se inicia la transformación de austenita a martensita, inducida por esfuerzos.

- *Esfuerzo a la fractura UTS*

Es el valor de esfuerzo correspondiente al valor entregado por la celda de carga, un instante antes de la fractura.

- Deformación a la fractura e_{UTS}

Es el valor entregado por el extensómetro un instante antes de la fractura, es decir, es un valor medido con carga.

2.2.2. Curvas de cíclicas:

A continuación se detallan los parámetros que son calculados en las curvas cíclicas

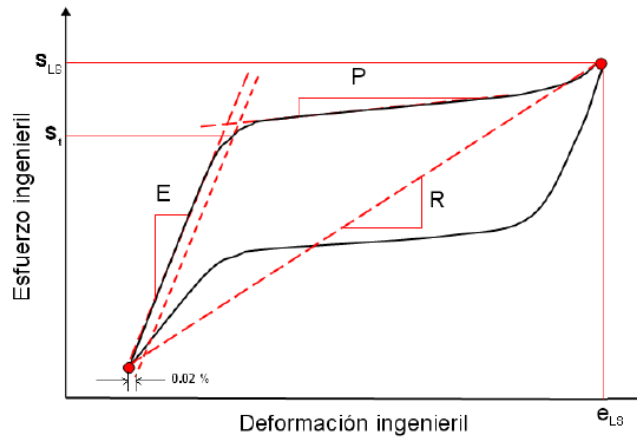


Fig. N° 9

Parámetros de curva cíclica

1. *Módulo de elasticidad austenítico E*

Corresponde a la pendiente del tramo lineal inicial del ciclo, en el cual la austenita se está deformando elásticamente. Se determina en la misma forma que en las curvas de tracción.

2. *Esfuerzo de Transformación S_t*

Corresponde al punto en que se inicia la transformación de austenita a martensita inducida por deformación.

3. *Pendiente del Plateau P*

Corresponde al segundo tramo lineal del ciclo, en el cual se mantiene la transformación desde austenita a martensita, por lo que en este tramo el material presenta una estructura bifásica.

4. *Rigidez Secante del Ciclo R*

Corresponde a la pendiente de la línea que va desde el punto del ciclo de mínimo esfuerzo y deformación hasta el punto de máximo esfuerzo y deformación.

5. *Esfuerzo máximo del ciclo S_{ls}*

Es el valor de esfuerzo máximo efectivo alcanzado en cada ciclo.

6. *Deformación máxima del ciclo e_{ls}*

Es el valor de deformación máxima efectivo alcanzado en cada ciclo.

2.3. Amortiguación

Las aleaciones con memoria de forma son uno de los materiales metálicos con mayor capacidad de amortiguamiento. Esto se debe a la fricción interna que presentan durante la transformación, y en fase martensítica es muy elevada. El amortiguamiento mecánico de los materiales, también llamado fricción interna, es el resultado de una transformación irreversible de energía mecánica en energía térmica disipada. Al mismo tiempo que disminuye la amplitud de las oscilaciones mecánicas debido a la fricción interna también se observa la variación del módulo de rigidez.

Un valor importante de calcular en las curvas cíclicas es el Factor de Amortiguamiento presentado por el material, el cual se calcula en base a las áreas representativas del ciclo.

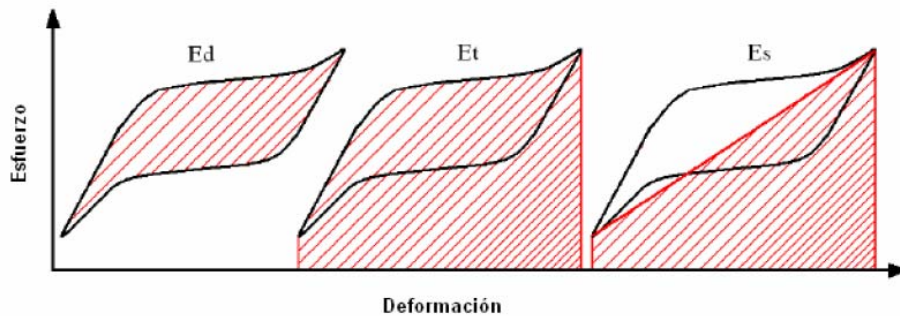


Fig. N° 10

Áreas representativas del ciclo

Para calcularlo se utilizó la ecuación, definida por Chopra. [Ref. N°12](#)

$$\xi_{Chopra} = \frac{E_d}{4 * \pi * E_s}$$

Ecuación N° 3

Otra forma de calcular es utilizando la ecuación N°4, definida por Liu y Van Humbeeck. Esta ecuación no se utilizó en este trabajo de memoria.

$$\xi_{Liu} = \frac{E_d}{2 * \pi * E_t}$$

Ecuación N° 4

Las áreas utilizadas corresponden a las que se muestran en la [Fig. N°10](#).

2.4. Microscopio Electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM)

2.4.1. Fundamentos

En el microscopio electrónico de transmisión (MET o TEM) irradia una muestra delgada con un haz de electrones de densidad de corriente uniforme, cuya energía está dentro del rango de 100 a 200 keV. Parte de esos electrones son transmitidos, otra parte son dispersados y otra parte da lugar a interacciones que producen distintos fenómenos como emisión de luz, electrones secundarios y Auger, rayos X, etc. Todas estas señales se pueden emplear para obtener información sobre la naturaleza de la muestra (morfología, composición, estructura cristalina, estructura electrónica, etc.). El microscopio electrónico de transmisión emplea la transmisión/dispersión de los electrones para formar imágenes, la difracción de los electrones para obtener información acerca de la estructura cristalina y la emisión de rayos X característicos para conocer la composición elemental de la muestra.

2.4.2. Ley de Bragg

La ley de Bragg permite estudiar las direcciones en las que la difracción de rayos x o de electrones, sobre la superficie de un cristal, produce interferencias constructivas, dado que permite predecir los ángulos en los que los rayos son difractados por un material con estructura atómica periódica.

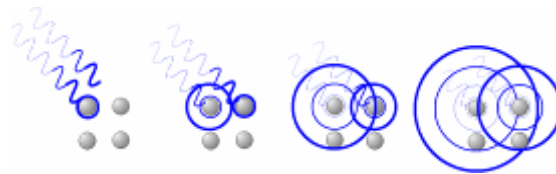


Fig. N° 11

Representación de las ondas reflejadas por los átomos. [Ref. N°16](#).

La interferencia es constructiva cuando la diferencia de fase entre la radiación emitida por diferentes átomos es proporcional a 2π . Esta condición se expresa en la ley de Bragg:

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

Ecuación N° 5

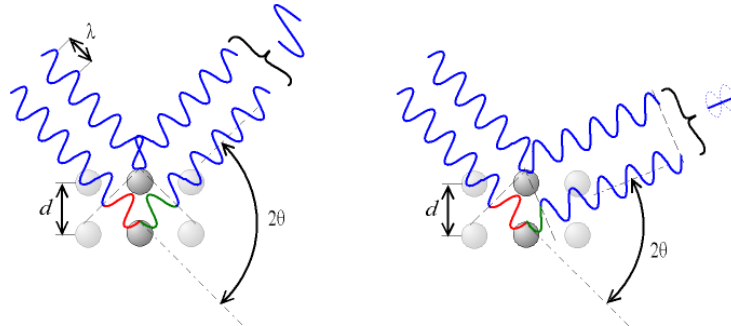


Fig. N° 12

Interferencia constructiva de ondas, En la izquierda interferencia constructiva, izquierda destructiva. Ref. N°16

Donde:

- n es un número entero,
- λ es la longitud de onda de los rayos x o haz de electrones,
- d es la distancia entre los planos de la red cristalina y,
- θ es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

2.4.3. Formación de la imagen

Los electrones muestran características tanto de onda como de partícula. Cuando se atiende a su comportamiento ondulatorio se pueden observar variaciones tanto en la amplitud como en la fase de la onda al atravesar la muestra y ambos tipos de variación dan lugar al contraste en la imagen. (Se define el contraste como diferencias en intensidad entre dos zonas adyacentes). Así, en TEM se hace una distinción fundamental entre contraste de amplitud y contraste de fase. En la mayoría de situaciones ambos tipos contribuyen a la formación de la imagen pero uno de ellos tiende a dominar.

En las imágenes de contraste de amplitud se obtienen imágenes de campo claro o campo oscuro seleccionando mediante diafragmas o aperturas, el haz directo o los haces dispersados, respectivamente. Dentro del contraste de amplitud existen dos tipos principales: contraste debido al grosor o masa de la muestra y el contraste debido a la difracción de los electrones. En el primer caso el contraste se produce debido a la dispersión incoherente y elástica de los electrones al atravesar la muestra y depende fuertemente del número atómico y del grosor de la misma. Este contraste es el más importante en el caso de muestras no cristalinas, como polímeros, y es el contraste crítico de las muestras biológicas. El contraste de difracción se produce debido a la dispersión coherente y elástica de los electrones al atravesar la muestra y está controlado por la estructura cristalina y la

orientación de la misma. Se da cuando la dispersión de los electrones se produce a un ángulo (de Bragg) determinado y por tanto sólo aparece en muestras cristalinas.

Las imágenes de contraste de fase se forman seleccionando más de un haz de electrones y generalmente se asocia con la microscopía electrónica de alta resolución (HRTEM) aunque a bajos aumentos también se produce este tipo de contraste.

2.4.4. Formación del patrón de difracción de electrones:

Como se ha señalado anteriormente los electrones, en su comportamiento ondulatorio, pueden ser difractados al atravesar una muestra cristalina dando lugar a un patrón de difracción que contiene información acerca de la estructura cristalina de ésta. Se pueden obtener dos tipos de patrones de difracción:

Patrones de difracción de un área seleccionada (patrones SAD) y patrones de difracción de haz convergente (patrones CBED). Los patrones SAD son diagramas de puntos muy nítidos que se forman usando un haz de electrones prácticamente paralelo y colocando una apertura en el plano de la imagen para seleccionar un área determinada. Los patrones CBED son un conjunto de discos que se forman enfocando el haz en un área pequeña de la muestra. Dependiendo de las características de ésta y atendiendo al tamaño de grano se utilizará SAD o CBED (siempre teniendo en cuenta que si el tamaño de grano es muy pequeño, menor de 10 nm, no se puede analizar un grano individual).



Fig. N° 13

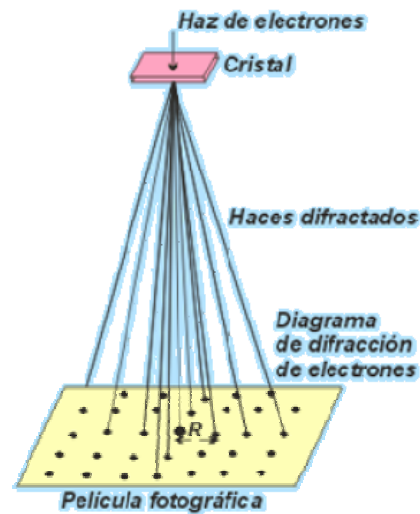


Fig. N° 14

Esquema de la obtención de patrones de difracción SAD

La distancia entre la muestra (cristal) y la pantalla es L y por geometría se tiene la ecuación N°6.

$$\tan 2\theta = \frac{R}{L}$$

Ecuación N° 6

Aplicando ley de Brag, ecuación [5] y haciendo una aproximación, ya que los ángulos son muy pequeños

$$\tan 2\theta = 2 \operatorname{sen} \theta$$

Ecuación N° 7

Se tiene la siguiente relación:

$$Rd = L\lambda$$

Ecuación N° 8

Con esta última ecuación, si los valores de R, L y λ de un anillo o manchas/spot de difracción se pueden medir, entonces los espaciados interplanares se pueden determinar.

La posibilidad de combinar la difracción de electrones con los distintos modos de formación de imagen hace del microscopio de transmisión una de las mejores herramientas en el estudio de la red cristalina.

2.4.5. Consideraciones Cristalográficas

Se debe considerar lo que sucede cuando el haz de electrones golpea los centros o núcleos atómicos que componen la muestra a analizar. Los núcleos de los átomos se comportan, entonces, como “rejillas de difracción” de modo que el resultado de la imagen difractada es un patrón de puntos bastante diferente del que posee el cristal real que compone la muestra. A cada centro atómico (sin su nube de electrones) se asigna un punto, de manera que al conjunto de puntos que forma la red del cristal real se le conoce como **Red Directa**. En tanto, al conjunto de puntos que forma el patrón de difracción (imagen del cristal real) se le denomina **Red Recíproca**.

Lo anterior significa que debemos ser muy cuidadosos al interpretar algo que sucede en la Red Recíproca como que estuviese sucediendo en la Red Directa. La Red Recíproca es, en efecto, la Transformada de Fourier de la Red Directa.

2.4.6. Microscopio modelo TECNAI

Microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM) con que se dispone para el estudio del presente tema de título es de marca FEI modelo TECNAI G2 F20 S-Twin.

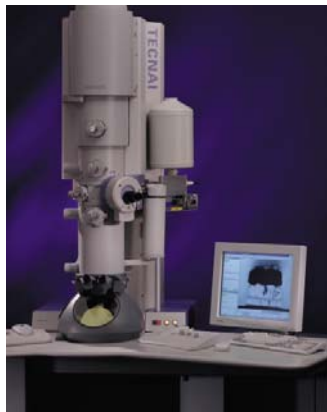


Fig. N° 15

Foto microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM, siglas en inglés) Ref. N°19

El microscopio está equipado con un cañón de electrones de emisión de campo capaz de producir un haz de electrones de 2\AA de diámetro, altamente coherente y brillante. El voltaje de aceleración puede ser seleccionado de entre 80 y 200kV, dependiendo del tipo de muestra. El microscopio cuenta con una cámara digital CCD acoplada a un sistema de adquisición de imágenes un módulo de barrido STEM capaz de producir imágenes de campo claro y oscuro (a través de un detector anular ADF) y un sistema de espectroscopia y microanálisis por rayo-X. El microscopio cuenta con una resolución de punto de 2.4\AA un límite de información de 1\AA^{-1} , y una resolución en modo ítem de 2\AA , la máxima magnificación del microscopio es de 1.050.000.

2.4.7. Preparación de Muestras

Las técnicas de adelgazamiento existentes para muestras que van a ser observadas en un microscopio de transmisión, ya sean masivas o películas, son básicamente dos: el pulido electrolítico y el adelgazamiento iónico. Sin embargo, en el caso de tener probetas de cierta longitud y espesor es innecesario hacer unas operaciones previas que alargan el tiempo de preparación. Así, por ejemplo, el proceso de cortar la muestra y adelgazamiento posterior hasta conseguir láminas delgadas (de espesor menor a $200\text{ }\mu\text{m}$).

Una vez realizado el adelgazamiento mecánico se cortan discos de 3 mm directamente de la lámina con una perforadora. Esto es posible porque el material se comporta de manera razonablemente dúctil en la mayoría de los casos y el deterioro mecánico no es demasiado grande, debido a que las perforadoras suelen estar ya diseñadas para hacer tan solo un mínimo de daño, localizado fundamentalmente en el perímetro del disco. En algunas ocasiones se ha llegado a practicar un adelgazamiento extra con el *dimpler*, pero no se ha notado una mejoría notable en los resultados finales. Ésta es una técnica de preadelgazamiento cuya utilización está muy extendida en la preparación de muestras masivas para microscopía. Consiste en adelgazar el disco de 3mm principalmente en el centro mediante una pulidora cóncava (*dimpler*), intentando minimizar los

daños superficiales, que hace las labores de moler y pulir la muestra con una curvatura determinada en el centro (con los aparatos de control manual es posible llegar a valores por debajo de 10 μm).

2.4.8. Adelgazamiento Final

Los discos de 3mm que van a ser observados mediante el microscopio electrónico de transmisión tienen que ser muy delgados debido al espesor de la zona de observación. Así se requiere que una fracción considerable de los electrones del haz pueda atravesar la muestra y formar la imagen (o difracción), o incluso mucho más fina si queremos obtener imágenes de alta resolución. Con cualquiera de los procesos anteriores es imposible obtener zonas que aseguren unas condiciones óptimas para la observación en el microscopio. Para conseguir el adelgazamiento final las técnicas más utilizadas, como ya se ha comentado anteriormente, son el pulido electrolítico y el adelgazamiento iónico.

2.4.8.1. El electropulido

Esta técnica resulta ser un método relativamente rápido y efectivo ya que no provoca daños mecánicos a la muestra, aunque sólo puede ser utilizada en muestras conductoras.

Consiste en aplicar un cierto voltaje a la muestra, que está sumergida en una disolución anódica, de manera que la intensidad que la atraviesa provoque un efecto de pulido. Al aplicar esta técnica se ha de procurar que el voltaje no sea ni demasiado grande, de manera que el efecto sea mayormente una perforación del material, ni demasiado pequeño, con lo que tendremos simplemente un ataque químico. La elección de la composición electrolítica será variable según la composición química de la aleación a estudiar.

Para aleaciones CuAlBe, se ha trabajado con electrolitos de una mezcla del 70%-60% de metanol con 30%-40% de ácido nítrico aplicado en frío (entre -20 y -50° C, temperatura que se consigue congelando la solución mediante nitrógeno líquido, y aplicando un voltaje en la electrólisis entre 10 y 18V. Ver [Ref N°6](#) y [Ref N°8](#).

Uno de los tipos de pulido más utilizado es el de doble chorro, en el que el electrolito se bombea y lanza a chorro sobre cada cara de la muestra hasta que se forma un orificio, generalmente en la parte central del disco o alrededores.

La zona de material que queda alrededor del mismo es, habitualmente, suficientemente delgada para permitir la observación por TEM.

El flujo del electrolito debe de ser detenido inmediatamente para prevenir la pérdida del área delgada, y el disco debe de ser extraído rápidamente del electrolito y lavado con un disolvente (ejemplo Metanol) para quitar cualquier capa residual que pueda permanecer en la superficie.

Otra precaución aconsejable para obtener los mejores registros es observar las muestras en un corto plazo de tiempo después del pulido electrolítico, ya que transcurridos algunos días se forma sobre la superficie una pequeña capa de óxido que deteriora la imagen del TEM.

2.4.8.1. El adelgazamiento iónico

La idea de esta técnica es bombardear la lámina delgada con iones energéticos, o átomos neutros, de manera que se desprenda material de nuestra muestra hasta que ésta sea suficientemente delgada como para ser estudiada en el microscopio, ver Fig. N°16.

Con esta técnica siempre se tiene una componente de penetración en el material añadida a la de adelgazamiento, aunque es posible minimizarla inclinando el plano del espécimen hacia la paralela del haz incidente.

No obstante, aunque inclinaciones por debajo de 5° evitan adelgazamientos preferenciales, eso favorece otros efectos como la implantación iónica. Éste es un efecto imposible de evitar pero que se acentúa a bajos ángulos. La consecuencia es que la zona superficial queda alterada y, a menudo, dañada físicamente; de hecho la capa más superficial está a menudo amorfizada.

De la misma forma es importante recordar que esta técnica no se aleja demasiado de los principios de la deposición iónica, con lo que no es difícil encontrar parte de material “basura”, que ha sido desprendido y arrastrado de alguna parte, redepositado sobre la zona observable de nuestra muestra.

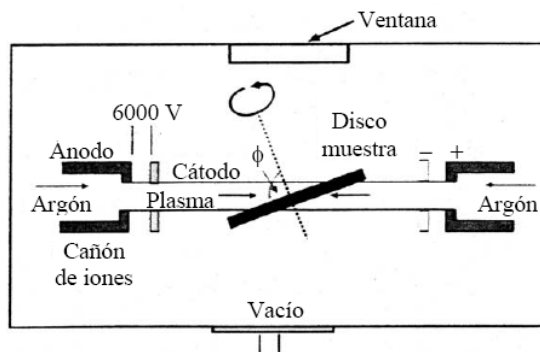


Fig. N° 16

Esquema del funcionamiento del adelgazador iónico con doble cañón, modelo GATAN.

Las variables principales que pueden afectar al proceso de adelgazamiento iónico son la masa, energía, carga y ángulo de incidencia por lo que respecta al haz de iones, mientras que la densidad de masa, la masa atómica, la cristalinidad y la estructura atómica, así como su orientación, por parte de la muestra.

El Ar es un gas que se utiliza a menudo para bombardear ya que es inerte, pesado, y que no se encuentra de manera natural en la mayoría de las muestras. Aunque la penetración de iones grandes es menor, pero el daño es mayor.

Adicionalmente es aconsejable emplear dispositivos de enfriamiento, siempre que sea posible, para el pulido de cualquier material, ya que en caso contrario se pueden alcanzar temperaturas en horno a los 200 °C debido al bombardeo por parte del haz iónico. Además, el enfriamiento ayuda a reducir la contaminación y el daño superficial por medio de la reducción de la migración atómica. También resulta conveniente usar 2 haces iónicos y rotar la muestra para evitar así la tendencia a obtener una estructura superficial.

2.6. Estructura Cristalina.

Cada estructura cristalina tiene asociada una red espacial, que es un conjunto regular y periódico de puntos reticulares, de manera que en cada punto reticular, o de la red, se sitúan grupos de átomos idénticos, tanto en composición atómica como en orientación. Este grupo de átomos, que a modo de molécula se repite en cada punto reticular, se denomina base. Por tanto, una estructura cristalina está constituida por la suma de la red espacial y la base.

Red unitaria, celda unitaria: La celda unitaria es una región de la red definida por medio de los tres vectores de translación, a , b y c , por lo que queda definido por un paralelogramo, que al ser repetido indefinidamente en sus tres dimensiones a través de sus vectores forman una red.

Vectores base ó vectores unitarios: El conjunto de vectores de translación linealmente independientes, a , b y c que se pueden usar para definir una red unitaria, la cual contiene todos los elementos de simetría de la red.

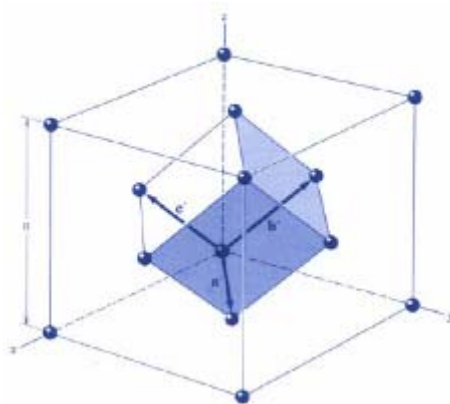


Fig. N° 17

Celda primitiva de una cúbica centrada en las caras.

Celda unitaria primitiva: Una celda unitaria se dice que es primitiva cuando tiene el volumen mas pequeño ó bien cuando contiene únicamente puntos en cada vértice de la celda, ó un solo punto equivalente, tomando en cuenta que cada punto se comparte entre 8 celdas vecinas. Por lo tanto una red unitaria puede ser primitiva pero no todas las celdas son primitivas.

Vectores base primitivos. Los vectores base primitivos definen a la celda unitaria primitiva, los parámetros de la celda unitaria lo constituyen tanto la magnitud de los vectores como los ángulos interfaciales α , β y γ entre vectores.

El número de redes espaciales posibles no es infinito, puesto que su geometría debe ser capaz de llenar todo el espacio sin dejar huecos. En tres dimensiones, se puede demostrar que solo existen siete sistemas cristalinos independientes posibles: redes triclinicas, monoclinicas, rómbicas, tetragonales, hexagonales, romboédricas y cúbicas. Estos sistemas dan lugar a catorce redes, denominadas redes de Bravais. En la Fig. N°18 se muestran las celdas unitarias correspondientes a las redes de Bravais, es decir las entidades que, siendo la menor sub-división de la red, retienen las características generales de la misma.

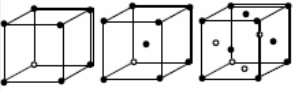

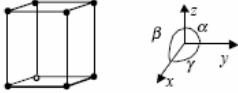
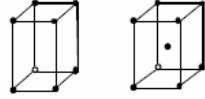
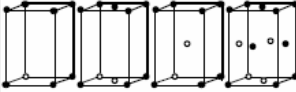
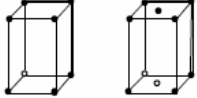

Sistema	Redes	Malla	Redes de Bravais
Cúbico	Simple	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
	Centrado en cuerpo		
	Centrado en caras		
Trigonal	Romboédrico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	
Hexagonal	Simple	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	
Tetragonal	Simple	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
	Centrado en cuerpo		
Ortorrómbico	Simple	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
	Centrado en bases		
	Centrado en cuerpo		
Monoclínico	Simple	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	
	Centrado en bases		
Triclinico	Simple	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma$	

Fig. N° 18

Celda primitiva de una cúbica centrada en las caras.

Dirección Cristalina. Los índices $[hkl]$ de una dirección cristalina son el conjunto de enteros que tienen la razón de las componentes de un vector en la dirección deseada referente a los ejes, así el eje es la dirección $[100]$ el eje $-b$ es la dirección $[0\bar{1}0]$.

En un sistema cristalino con vectores ortogonales, por ejemplo el sistema cúbico, la dirección $[hkl]$ es perpendicular al plano (hkl) teniendo los mismos índices; es decir, la dirección de los planos corresponde al vector normal a la superficie del plano, pero en general en sistemas cristalinos no ortogonales esto no sucede. Las direcciones equivalentes se especifican por medio de $\langle hkl \rangle$.

Índices de Miller. Muy frecuentemente es necesario identificar determinados planos. El conjunto de números que se utiliza para identificar los distintos planos se conoce con el nombre de índices de Miller.

Por definición, los índices de Miller de un plano son los valores recíprocos de las intersecciones de dicho plano con los tres ejes principales del sistema cristalino, medidos en unidades de parámetros de red. Los índices, se obtienen calculando las intersecciones (H, K, L), o número de traslaciones, con los tres ejes fundamentales del cristal. Posteriormente se invierten y se eliminan denominadores, o bien, se calculan los cocientes entre el producto de las tres intersecciones dividido entre cada una de las intersecciones.

$$HxKyL = N$$

Ecuación N° 9

$$\frac{N}{H} = h; \frac{N}{K} = k; \frac{N}{L} = l$$

Ecuación N° 10

Estos índices no sólo representan el plano en cuestión sino a todos los planos paralelos al mismo.

2.6.1. Estructura Austenita

La austenita presenta una estructura DO₃ a temperatura ambiente. [Ref. N°9](#).

Estructura DO3

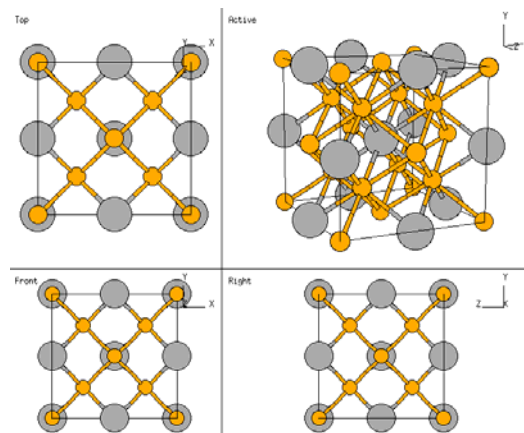


Fig. N° 19

Estructura cristalina DO3

Su parámetro de red:

$$a = 5.88 \text{ \AA}$$

Vectores Primitivos DO3

$$\begin{aligned} \mathbf{A}_1 &= \frac{1}{2} a \mathbf{Y} + \frac{1}{2} a \mathbf{Z} \\ \mathbf{A}_2 &= \frac{1}{2} a \mathbf{X} + \frac{1}{2} a \mathbf{Z} \\ \mathbf{A}_3 &= \frac{1}{2} a \mathbf{X} + \frac{1}{2} a \mathbf{Y} \end{aligned}$$

Vectores Base DO3

$$\begin{aligned}
 \mathbf{B}_1 &= 0 \\
 \mathbf{B}_2 &= -\frac{1}{2} \mathbf{A}_1 + \frac{1}{2} \mathbf{A}_2 + \frac{1}{2} \mathbf{A}_3 = \frac{1}{2} a \mathbf{X} \\
 \mathbf{B}_3 &= -\frac{1}{4} \mathbf{A}_1 - \frac{1}{4} \mathbf{A}_2 - \frac{1}{4} \mathbf{A}_3 = -\frac{1}{4} a \mathbf{X} - \frac{1}{4} a \mathbf{Y} - \frac{1}{4} a \mathbf{Z} \\
 \mathbf{B}_4 &= +\frac{1}{4} \mathbf{A}_1 + \frac{1}{4} \mathbf{A}_2 + \frac{1}{4} \mathbf{A}_3 = +\frac{1}{4} a \mathbf{X} + \frac{1}{4} a \mathbf{Y} + \frac{1}{4} a \mathbf{Z}
 \end{aligned}$$

Para el caso específico de la aleación CuAlBe ver Fig. N°20

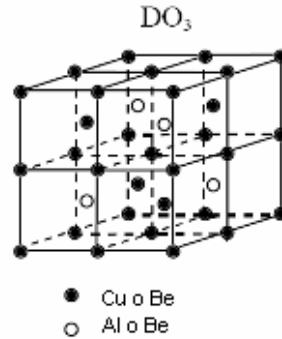


Fig. N° 20

Estructura cristalina de la fase madre austenita DO3

2.6.2. Estructura Martensita

En el caso de la martensita se ha determinado que su estructura cristalina es de menor orden que la austenita, con un arreglo denominado 18R el cual posee variantes. Ref. N°8.

En la Fig. N°21 se presentan las distintas configuraciones del orden 18R.

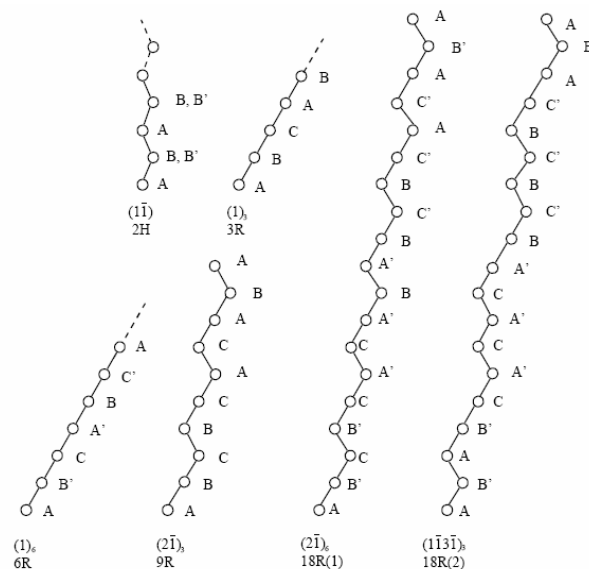


Fig. N° 21

Variantes de la estructura de la martensita 18R

2.7. Defectos estructurales

No existen cristales absolutamente perfectos. La periodicidad de la red se ve rota, aparte de por la finitud del cristal, por la presencia de defectos que se generan en el crecimiento del cristal y/o los procesos que sufre el material. Los defectos estructurales pueden clasificarse en:

2.7.1. Defectos puntuales

Corresponden a desviaciones de la situación ideal que afectan a las bases cristalinas y/o los puntos reticulares. Como defectos puntuales de naturaleza meramente estructural o cristalográfica están las **lagunas** o vacantes (también llamados **defectos Schottky**) y los defectos **intersticiales**, que se producen por la ausencia de un átomo de su punto reticular o por la presencia de un átomo en un lugar del cristal que no es un punto reticular, respectivamente.

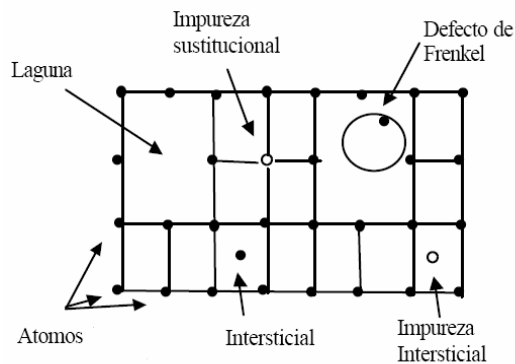


Fig. N° 22

Defectos puntuales

2.7.2. Defectos bidimensionales

Son defectos asociados a la estructura y organización de los planos reticulares. Principalmente están constituidos por las dislocaciones, los defectos de apilamiento (*stacking faults*), los planos de simetría (*twins*) y los defectos de deslizamiento.

Las **dislocaciones** son defectos asociados a la presencia de planos reticulares anómalos en el cristal, tanto por su ubicación como por su orientación. En la Fig. N°22 se representan las dislocaciones de tornillo, de borde y de acoplo. En el primer caso se ha producido un desplazamiento progresivo de parte del cristal. En el segundo un nuevo plano cristalino se ha insertado a partir de una determinada posición. Las dislocaciones de acoplo se producen en heteroestructuras cuando se realiza la unión de dos materiales diferentes en los que los parámetros reticulares no coinciden.

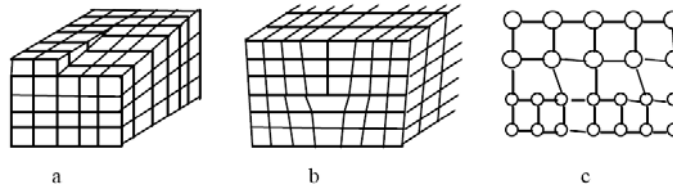


Fig. N° 23

Defectos bidimensionales, a dislocación de tornillo, b dislocación de borde y c de acoplo

También existen, asociados a planos reticulares, **defectos de apilamiento** (*stacking faults*). En la Fig. N° 23a se muestra un corte (1,1,0) de capas apiladas en la dirección $\langle 1,1,1 \rangle$. Hay seis (tres dobles) capas atómicas de diferente configuración; luego, el cristal se repite. En una región localizada del cristal existe un error de apilamiento cuando desaparece un plano atómico de una doble cara junto con el adyacente de otra (por ejemplo los planos marcados con Aa, Bb o Cc), como se ve en la Fig. N° 23b: Se genera una doble capa que es diferente de las otras del cristal.

Nótese que una dislocación correspondería a la inclusión de una capa doble del tipo Ab. Este defecto de apilamiento se conoce como intrínseco (*ISF*). A veces, aparece un plano “extra” en un proceso inverso al anterior. Entonces el defecto y el plano se conocen como extrínsecos (*ESF*).

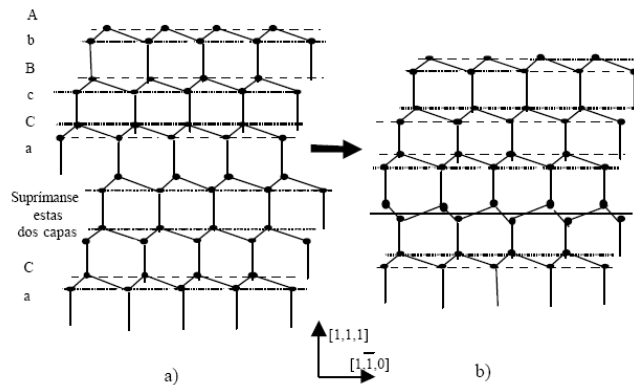


Fig. N° 24

Defectos de apilamiento

Los "**twins**" o **planos de simetría** (también, *planos de composición*) se generan por el cambio de orientación del cristal a partir de ellos. En la Fig. N°25 se muestra esquemáticamente esta situación, que puede producirse por un simple desplazamiento de los átomos del cristal, en la que se puede ver que parte del cristal resulta simétrico con relación al anterior.

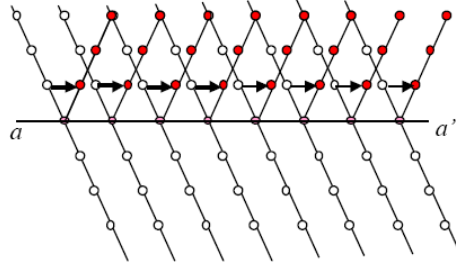


Fig. N° 25

Esquema twins

En la [Fig. N°26](#) el caso ideal, una parte del cristal desliza sobre otra a lo largo del plano de deslizamiento y no aparecen otros defectos. Pero con bastante frecuencia no toda una parte desliza, sino solo una fracción de ella, lo que produce tensiones y finalmente dislocaciones y otros defectos. A veces aparecen microdefectos que pueden considerarse como lazos de dislocaciones de tamaño muy pequeño (entre 500\AA y 3mm).

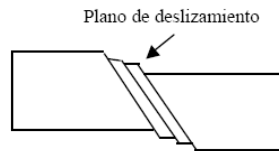


Fig. N° 26

Defecto de deslizamiento

2.7.3. Defectos superficiales

Principalmente son las fronteras de grano y las superficies laterales. Las primeras separan dos zonas del cristal que no guardan relación en su orientación cristalográfica y que reciben el nombre de granos y son inclusiones de microcristales en el monocristal.

Las segundas son las superficies que limitan el cristal finito y que presentan, en el mejor de los casos, enlaces atómicos rotos y una ruptura de la periodicidad del cristal. En los capítulos que

Todos los defectos, de una forma o de otra, rompen la periodicidad del cristal y, muy principalmente, las superficies laterales (un cristal perfectamente periódico debería ser infinito).

3. Metodología

3.1. Plan de trabajo

El presente estudio contemplará el estudio de 4 casos diferentes de deformación, uno para el rango superelástico de deformación y 3 para el rango pos-superelástico.

En el primer caso se llegará a una deformación inferior al límite superelástico, menor al 2%.

Para el segundo caso se impondrá una deformación nominal del 6%, y para el tercer caso se impondrá una deformación nominal del 9%, ambas deformaciones en el rango post superelástico. En el cuarto caso se llegará hasta la fractura.

La **Tabla N°1** muestra los diferentes casos que se estudiarán

Caso	Def. impuesta extensómetro
1	< 2%
2	6%
3	9%
4	Fractura

Tabla N° 1

Presenta el plan de trabajo en deformaciones impuesta en el extensómetro

En los casos 2 y 3, los ensayos serán de tipo monotónico y cíclico, a diferencia del caso 1 que solo será del tipo monotónico.

Caso	Ensayo
1	monotónico
2	monotónico y cíclico
3	monotónico y cíclico
4	monotónico

Tabla N° 2

Presenta el plan de trabajo en tipos de ensayo.

Para los casos 1, 2 y 3 se generarán zonas de descarga que se han designado como A1, A2 y A3 (áreas de amortiguación) que corresponden a los casos 1, 2 y 3 respectivamente.

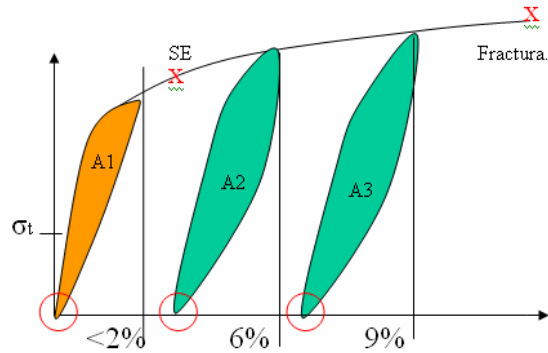


Fig. N° 27

Esquema del plan de trabajo, círculos en rojo es donde se harán las observaciones

3.2. Etapas

El Desarrollo del plan de trabajo se efectuara en tres partes:

- Parámetros iniciales de la aleación
- Comportamiento mecánico
- Microestructura

A continuación se describen en su desarrollo:

3.2.1. Parámetros iniciales de la aleación

En esta etapa se determinará el tamaño de grano del CuAlBe a estudiar, con la intención de estimar el tamaño de grano para el análisis microestructural. Se tiene para esta etapa dos muestras, una con el material original, proveniente de fábrica y otra muestra con tratamiento térmico. Realizando ensayos de dureza a ambas muestras se persigue estimar si el material proveniente sin tratamiento cumple con un tamaño de grano adecuado, lo que quiere decir con un n° de dislocaciones bajo.

3.2.2. Propiedades mecánicas

- Ensayos mecánicos de tracción

Etapa en que se efectúan los ensayos de tracción. El cual será a temperatura ambiente, de forma monótonica y cíclica, dependiendo del caso en estudio. De esta etapa se obtendrán las curvas de esfuerzo-deformación, de las que se obtendrán los parámetros mecánicos de la aleación.

- Determinación límite superelástico

A través de un método alternativo, que se pretende verificar, se estimará el límite superelástico de la aleación CuAlBe, aproximando polinomios a cierto tramo de la curva de tracción de la aleación, dando posteriormente un análisis teórico matemático a dichas aproximaciones. Para ello se establecerá una metodología de análisis de las curvas.

3.2.3. Microestructura

a) *Metalografía*

En esta etapa se realizan los cortes a las probetas de sus secciones útiles, que serán llevadas al microscopio óptico. Se buscará agujas de martensita retenida y una estimación de la proporción entre ambas.

b) *Fractografía*

Se realiza Fractografía a la probeta ensayada hasta la fractura, con ello se analiza el tipo de fractura que presenta la aleación, discutiendo acerca de zonas de clivaje o de desprendimiento por borde de grano, con ello se analiza si corresponde a una fractura frágil o dúctil

c) *Preparación Muestras HRTEM*

En esta parte del trabajo se preparan las muestras para su observación en el HRTEM. Determinar los parámetros del electropulido y del procedimiento para el dimensionamiento definitivo de las muestras.

d) *HRTEM*

Se mostrarán y se analizarán las imágenes obtenidas del HRTEM a partir de las muestras preparadas en la etapa anterior. Se determinará la estructura cristalina y parámetros de la fase madre (austenita) y de la martensita.

3.3. Material y especificaciones

El material superelástico que se ha usado en los ensayos para determinar su comportamiento mecánico y microestructural es:

- 87,7 [%p.] Cu - 11,8 [%p.] Al - 0,5 [%p.] Be

Se dispondrán de 6 probetas cuyas dimensiones son:

- Diámetro: 3 [mm].
- Longitud útil: 30 [mm].
- Longitud de la probeta: 70 [mm].

Los factores o parámetros bajo los cuales se estudió el comportamiento superelástico de la aleación son los siguientes:

- Tamaño de Grano constante.
- Temperatura ambiente constante
- Ensayos monotónicos y cíclicos.
- Deformación y esfuerzo variable

3.4. Herramientas de análisis

- Máquina MTS del ministerio de Obras Públicas de Chile (MOP), con el objeto de realizar los ensayos mecánicos.
- Microscopio Óptico para Metalografía.
- Microscopio Electrónico para fractografía
- Microscopio Electrónico de Transmisión para microestructura.

4. Procedimiento

4.1. Parámetros iniciales

En esta etapa se determinará el tamaño de grano del CuAlBe a estudiar, con la intención de estimar el tamaño de grano para el análisis microestructural. Se tiene para esta etapa dos muestras, una con el material original, proveniente de fábrica y otra muestra con tratamiento térmico.

Realizando ensayos de dureza a ambas muestras se persigue estimar si el material proveniente sin tratamiento cumple con un tamaño de grano adecuado, lo que quiere decir con un n° de dislocaciones bajo.

4.1.1. Cálculo de Tamaño de Grano

Una muestra del material virgen, de diámetro de 3mm, largo 1.5cm, se dispone en un corte transversal un tubo de PVC, de dimensiones mayores a la muestra. El espacio es rellenado con resina, ver [Fig. N°28](#)

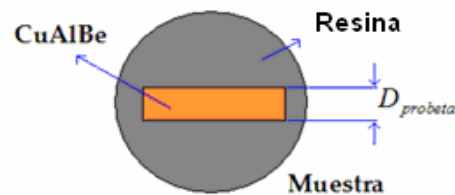


Fig. N° 28

Método dispuesto para la muestra, lo que da una mejor manipulación y observación en el microscopio óptico

Una vez embutida la muestra, se prepara para verla en el microscopio óptico y sacar fotografías.

Se realiza un proceso de pulido con una serie de lijas al agua de mallas: 400, 600, 1000 y 1200. Posteriormente se aplicaron paños con albúmina, de 0.3 y 0.05 μm , disuelta en agua estilada.

Luego del pulido se realiza un ataque metalográfico cuya composición es: Alcohol (80ml), Acido Clorhídrico (20ml) y Cloruro Férrico (1.5 g). Este ataque permite definir los bordes de grano de las muestras. La muestra se expone al ataque a 3 segundos aproximadamente, transcurrido este tiempo se neutraliza el ataque lavando en abundante agua y posteriormente es secada.

Se observan las muestras en el Microscopio Óptico, tomando imágenes en resoluciones de 50X y 100X

Para calcular el tamaño de grano promedio se usó el método de la “Línea Interceptada”.

El método de la línea interceptada (MLI) consiste en trazar una línea de una longitud conocida L_o sobre la zona donde se quiere medir el tamaño de grano d , entonces el tamaño de grano viene dado por la ecuación N°11.

$$d = \frac{L_o}{N}$$

Ecuación N° 11

Donde N es el número de granos interceptados. Es conveniente realizar más de una línea y sobre imágenes de distintas zonas de la probeta, para que el resultado tenga una mayor confiabilidad.

En este caso el procedimiento consistió en tomar cuatro imágenes de distintas zonas de la probeta y en cada una de ellas se trazó tres líneas horizontales, como se observa en la Fig N°29, y se obtuvo el promedio global.



Fig. N° 29

Fotografía de CuAlBe, microscopio óptico 50X

Tras este método y con la ayuda de una regla en la escala de observación, se llegó a un tamaño de grano 100um aproximadamente.

4.1.2. Tratamiento Térmico

Una nueva muestra es tratada térmicamente, a 800°C por un tiempo de 15 minutos, con un templado a temperatura ambiente. Este tratamiento tiene el objetivo de eliminar un alto porcentaje de dislocaciones que pudiese presentar el material virgen.



Fig. N° 30

CuAlBe tratado térmicamente, 800°C por 15 minutos. Microscopio Óptico 50X

Posteriormente en ambas muestras se realizaron ensayos de dureza Vickers, ver [Tabla N°3](#)

Medida	Dureza Vickers	
	Probeta sin tratamiento	Probeta con tratamiento
1	272	300
2	326	281
3	290	290
4	274	301
5	305	305
6	298	298
7	301	295
8	286	301
Promedio	294	296

Tabla N° 3

Resultado de ensayo de dureza Vickers para una muestra sin tratamiento y otra con tratamiento térmico.

Los promedios de las 5 medidas de dureza Vickers se encuentran muy cercanos en valor, en la muestra sin tratamiento su promedio alcanzo los 294 y en la muestra con tratamiento estuvo en los 296.

4.1.3. Envejecimiento

Debido al resultado anterior, en que ambas muestras sin tratamiento y con tratamiento poseen un bajo numero de dislocaciones, se opta por no realizar un tratamiento térmico al material.

Posteriormente a las probetas se les realiza un envejecimiento, tratamiento que consistió tener a las probetas a una temperatura de 100°C por un tiempo de 24 horas. Luego se les deja enfriar a temperatura ambiente.

El envejecimiento tiene como propósito eliminar vacancias y estabilizar el material.

4.2. Procedimiento ensayos mecánicos de tracción

Una vez obtenidos los parámetros iniciales y de estar seguros de la cantidad baja de dislocaciones que posee el material a ensayar, se procede con los ensayos mecánicos.



Fig. N° 31

Montaje de la probeta en las mordazas de la máquina del MOP

Los ensayos de tracción fueron realizados en Laboratorio de Vialidad del MOP, en la máquina de tracción MTS, cuyo funcionamiento es a través de pistones hidráulicos, con celda de carga de 50KN.

Se cuenta además con un extensómetro de propiedad del departamento de Ingeniería civil de la Universidad de Chile.

El equipo instalado en el laboratorio registra digitalmente los datos esfuerzo-deformación tras reconocer los parámetros de entrada:

- distancia entre punzones o mordazas
- distancia extensómetro,
- frecuencia de ciclos de ensayo,
- número de ciclos,
- deformación inicial
- deformación final

Los dos tipos de control que tiene la máquina MTS son:

- 1.- Por deformación
- 2.- Por carga o esfuerzo.

La diferencia radica que en el primero la velocidad de tracción es en mm/s y se impone una deformación máxima, en cambio en el segundo la velocidad esta en KN/s y se impone un esfuerzo máximo.

Para el caso de los ensayos realizados en el presente trabajo, se impuso un esfuerzo máximo para los distintos casos a estudiar.

Así de esta manera los parámetros que se variaron en los ensayos monotónicos:

- Esfuerzo límite

Los parámetros que se variaron en los ensayos cíclicos:

- Frecuencia en el ensayo cíclico
- Esfuerzo límite

La **Tabla N°4** resume los distintos casos designados como:

Caso	Nombre	Condición impuesta		Tipo de ensayo	Frecuencia
		Deformación	Esfuerzo		
1	FM00	< 2%	-----	Monotónico	-----
2a	GG27	6%	550MPa	Monotónico	-----
2b	FM06	6%	550MPa	Cíclico	1Hz, 10ciclos
3a	GG02	9%	700Mpa	Monotónico	-----
3b	FM03	9%	700Mpa	Cíclico	0.5Hz, 10ciclos
4	FM01	Fractura	Fractura	Monotónico	-----

Tabla N° 4

Casos designados con sus variables

Se experimenta inicialmente con una probeta de acero 4340, para determinar el correcto comportamiento de la maquina MTS y de los sistema de medición con los que se disponen.

Este ensayo inicial consiste en llevar hasta la Fractura el acero 4340, dados los resultados se determino que la máquina se encontraba en optimas condiciones para realizar los ensayos definitivos.

Ensayo Fractura Acero 4340

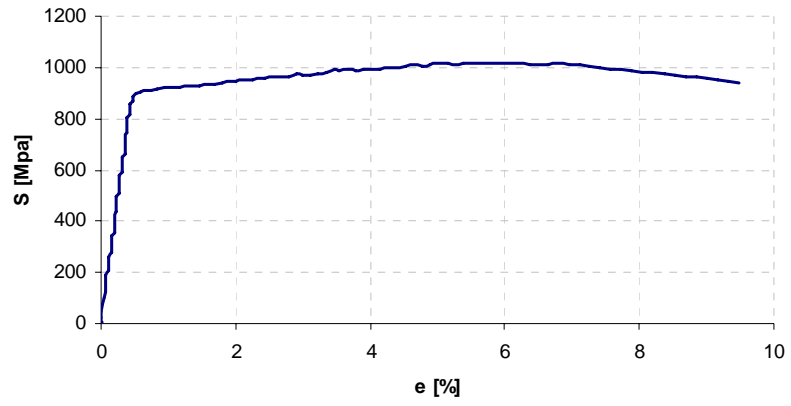


Gráfico N° 1

Acero 4340 para calibración del MTS

4.3. Procedimiento determinación del límite superelástico

La manera mas común en que se ha determinado el limite de superelástico ha sido a través de ensayos cíclicos mecánicos de tracción continuos, los cuales consisten en modificar la deformación impuesta en cada ensayo, de esta manera, cuando se observa la aparición de deformación remanente, que es apreciable en las curvas de tracción cíclica (en los primeras ciclos), se estima que se ha llegado al limite superelástico de la aleación. A partir de ello se establece un valor numérico de deformación para el LSE.

Un método alternativo, que se presentar en este trabajo, es estimar el límite superelástico aproximando un polinomio a un tramo representativo de la curva de tracción a la fractura, para luego derivar dos veces este polinomio y a través de ello establecer un valor del límite superelástico.

Para validar los resultados obtenidos por este método de aproximación de polinomios, se recurrirá a datos que se disponen de trabajos realizados con anterioridad por los memoristas de la carrera Ingeniería Civil Mecánica de la Universidad de Chile; Marcos Marivil, Giovanni Gonzalez , Rodrigo Araya de CuAlBe y los resultados de la curva de tracción del presente trabajo

De estos datos se seleccionaran aquellos ensayos de tracción a la fractura y que tengan su homólogo, ya sea en temperatura, dimensión y tamaño de grano, en ensayos cíclicos.

De esta manera se pondrá en comparación lo que experimentalmente se obtuvo como valor de limite superelástico en los análisis cíclicos con el valor del límite superelástico que se obtendrá de las curvas de tracción a la fractura por el método de las derivadas.

Tipos de deformación en un ensayo cíclico:

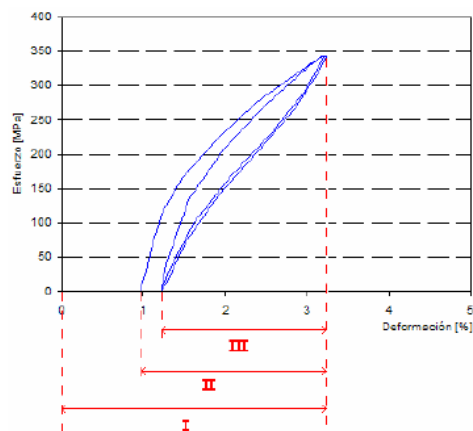


Gráfico N° 2

Tipos de deformación en ensayo cíclico

Dado los gráficos de los ensayos cíclicos se puede calcular las deformaciones relativas de cada curva, considerando la Deformación Máxima, la Deformación Inicial y la Deformación Inicial sin considerar el primer ciclo. Así se definen 3 tipos de deformaciones:

- Deformación I: se define como la deformación máxima que se produce en el ensayo cíclico.
- Deformación II: se define como la diferencia entre la deformación máxima y la deformación inicial del primer ciclo.
- Deformación III: se define como la diferencia entre la deformación máxima y la deformación inicial del segundo ciclo.

En un ensayo cíclico cuando se trabaja con deformaciones del tipo I menores al límite superelástico la diferencia entre la deformación III y II es muy pequeña y se mantiene constante.

Cuando las deformaciones del tipo I supera el límite superelástico (rango post-superelástico) la diferencia entre la deformación del tipo III y II aumenta significativamente en comparación en el tramo superelástico.

Este incremento sostenido comienza cuando $\Delta = III - II$ supera el 0.05% aproximadamente, así por medio de este método, en la deformación del tipo I en que ocurre esta condición se le asigna como límite superelástico.

4.3.1. Análisis de estudios anteriores

A continuación se presentan los datos obtenidos por memoristas de la carrera Ingeniería civil Mecánica de la Universidad de Chile, datos que pertenecen a trabajos desarrollados en aleaciones superelásticas de CuAlBe.

Se encuentran los datos de los memoristas Marco Marivil, Giovanni González, Rodrigo Araya y Francisco Muga.

4.3.1.1. Trabajo de Marco Marivil [Ref. N°12]

Se utilizaron alambres de 0.5mm de diámetro de la aleación Cu-11.8%pAl-0.5%pBe, bajo condiciones de temperatura y frecuencia similares a las de un fenómeno sísmico (0,1 a 5 Hz; -20 a + 50°C).

Se aplicaron tratamientos térmicos a 705 °C de corta duración, seguidos de temple en agua y envejecimiento (100°C, 24h); así se obtuvieron distintos tamaños de grano austenítico. Se realizaron ensayos de tracción monotónica y cíclica, controlados por desplazamiento del cabezal; se registraron el alargamiento y la fuerza instantánea con un extensómetro y una celda de carga, respectivamente.

Se tomaron y analizaron los ensayos de tracción a la fractura, estudiando el efecto del tamaño de grano y la temperatura. Para ello se realizaron cuatro ensayos de tracción utilizando probetas de tamaño de grano nominal de 60,100 y 200 μm , a temperaturas 6, 20 y 50 °C. Del análisis de este conjunto de curvas se concluyó que tanto el esfuerzo de transformación (comienzo transformación martensítica) como el esfuerzo de fractura aumentan al disminuir el tamaño de grano, a temperatura constante.

Además, se observó que el tamaño de grano afecta tanto al rango superelástico como al rango posterior, en que la martensita se deforma plásticamente. Por otro lado, al aumentar la

temperatura se observa que el esfuerzo de transformación crece, mientras que no se ve una tendencia de variación definida de los valores de deformación y carga de ruptura. Esto es, la temperatura afecta directa y significativamente sólo al rango superelástico.

Las curvas cíclicas que se escogieron (por tener su curva de tracción a la fractura) en el trabajo de Marcos Marivil son las siguientes:

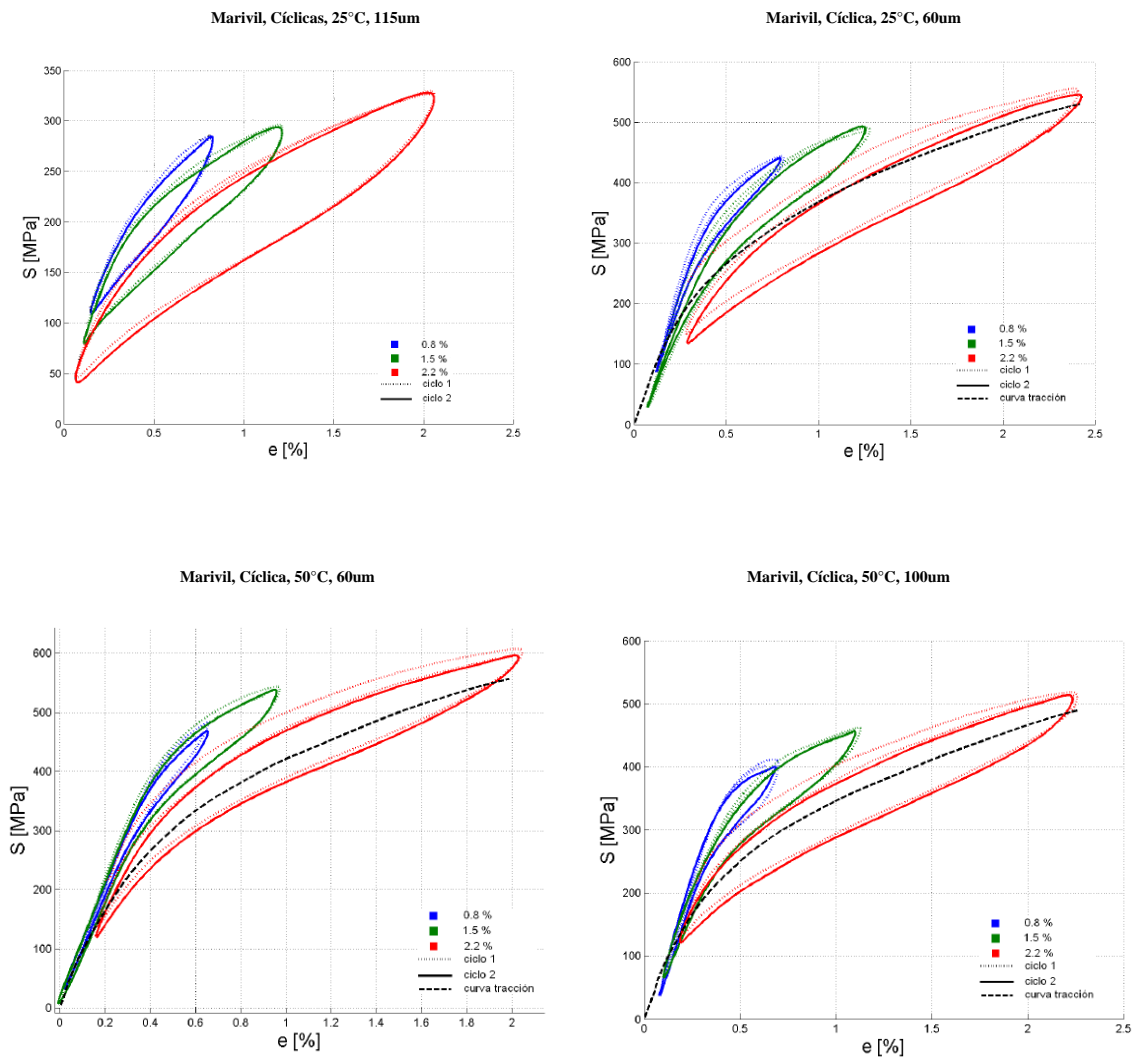


Gráfico N° 3
Resultados de marco marivil en ensayos cíclicos

Marivil, Cíclica, 50°C, 200um

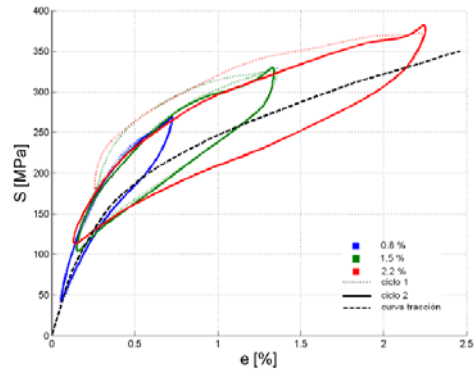


Gráfico N° 4

Resultados de marco marivil en ensayos cíclicos

En los 5 conjuntos de curvas, en las que se varía la deformación (0.8%, 1.5% y 2.2%) no se presentaron deformaciones remanentes, por lo que se puede decir que el límite superelástico está más allá de la deformación 2.2%, indistintamente para el tamaño de grano (60um, 15um, 100um, 200um) y temperatura (20°C y 50°C) al cual se realizó el ciclado.

4.3.1.2. Trabajo de Giovanni González [Ref. N°11]

En este trabajo se estudió el comportamiento mecánico de la aleación superelástica Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be, bajo condiciones de temperatura y frecuencia similares a las de un fenómeno sísmico (0,1 a 5 Hz; -20 a + 50°C). Para esto, realizó ensayos de tracción de tipo tradicional y cíclico. Sus probetas tenían un diámetro de 3mm y un tamaño de grano de 100um.

De este trabajo se seleccionaron dos ensayos de tracción hasta la fractura. En los cuales se mantuvo constante el tamaño de grano y se varió la temperatura de ensayo en 50°C y 20°C. Las curvas cíclicas escogidas por tener su correspondiente curva de tracción a la fractura son dos:

González, Cíclica, 20°C, 100 um

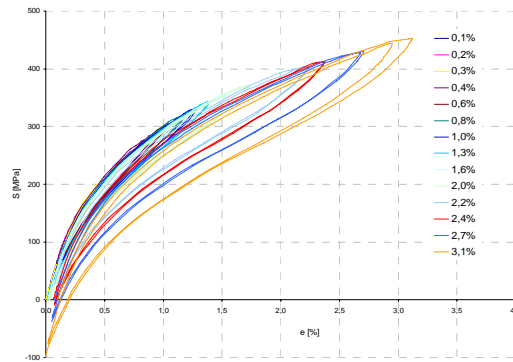


Gráfico N° 5

Ensayo cíclico de Gonzalez, 20°C, 100um

El limite se encuentra entre 2.4% y 2.7%, ya que en este intervalo los ciclos empiezan a entrar en compresión, señal de que existe deformación remanente y la maquina de tracción por forzar al sistema a regresar al estado inicial comprime a la probeta.

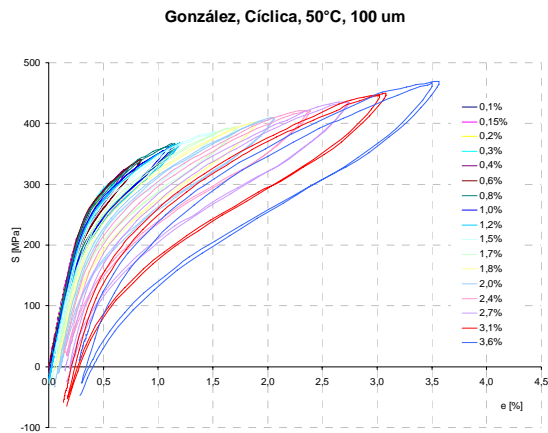


Gráfico N° 6

Ensayo cíclico de Gonzalez, 50°C, 100um

El limite superelástico se encuentra en el rango 2.7% y 3.1%, ya que en ese intervalo al igual que los motivos del caso anterior, la probeta se comprimió, señal clara de la aparición de martensita retenida.

4.3.1.3. Trabajo Rodrigo Araya [Ref. N°13]

El material utilizado en esta tesis corresponde a una aleación de composición nominal Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be. En este trabajo se utilizaron 6 probetas que no fueron objeto de ensayos mecánicos en el trabajo de memoria de título de Giovanni González, pero que si se les aplico un tratamiento térmico con objeto de aumentar el tamaño de grano, estas probetas poseen un diámetro nominal de 3,4mm de diámetro.

De las curvas cíclicas seleccionadas, y que tienen su respectiva curva de tracción a 50°C:

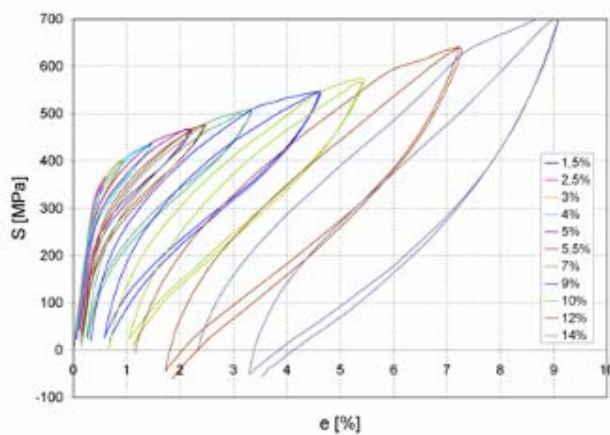


Gráfico N° 7

Ensayo cíclico de Araya, 50°C, 100um

El **Gráfico N°7** la simbología que aparece es con respecto a la deformación impuesta nominalmente, pero la real no supera el 10%.

En el **Gráfico N°8** se presenta las deformaciones relativas y su diferencia que presentó Araya en su trabajo.

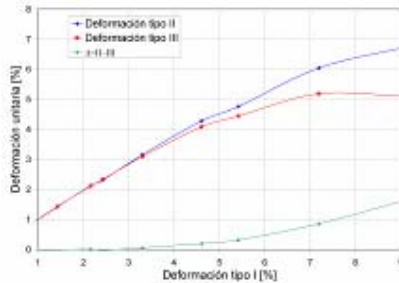


Gráfico N° 8

Diferencias entre tipos de deformación, 50°C, 100um

Observando el **Gráfico N°8**, para una deformación de 3.18 % comienza a existir una diferencia Δ mayor a 0.05%, por lo que el límite superelástico que encontró Rodrigo Araya en su trabajo es del 3.18% para una aleación ensayada a 50°C, con tamaño de grano de 100um.

De las curvas cíclicas seleccionadas, y que tienen su respectiva curva de tracción 20°C

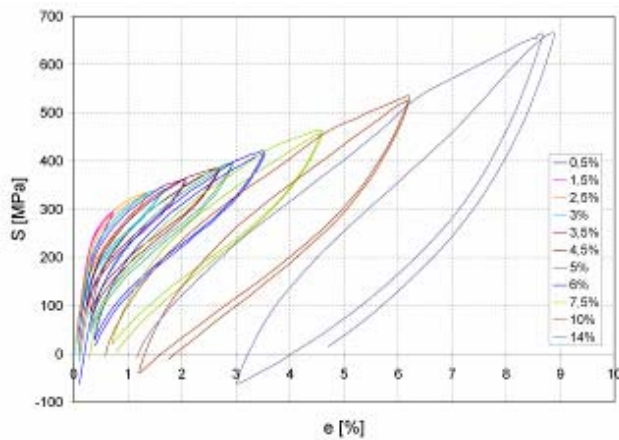


Gráfico N° 9

Ensayo cíclico de Araya, 20°C, 100um

En el **Gráfico N°9** la simbología que aparece es con respecto a la deformación impuesta nominalmente, pero la real no supera el 9%.

En el **Gráfico N°10** se presenta las deformaciones relativas y su diferencia

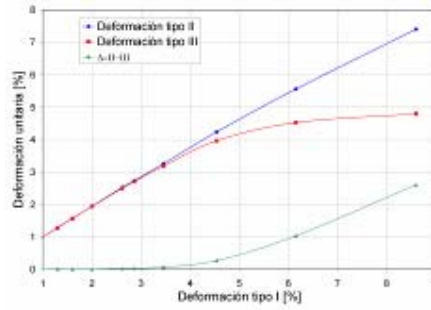


Gráfico N° 10

Diferencias entre tipos de deformación, 20°C, 100um

Observando el **Gráfico N°10**, para una deformación de 2.8 % comienza a existir una diferencia Δ mayor a 0.05%, por lo que el límite superelástico que encontró Rodrigo Araya en su trabajo es del 2.8% para una aleación ensayada a 20°C, con tamaño de grano de 100um.

4.3.1.3. Trabajo de Montecinos – Sepúlveda [Ref. N°14]

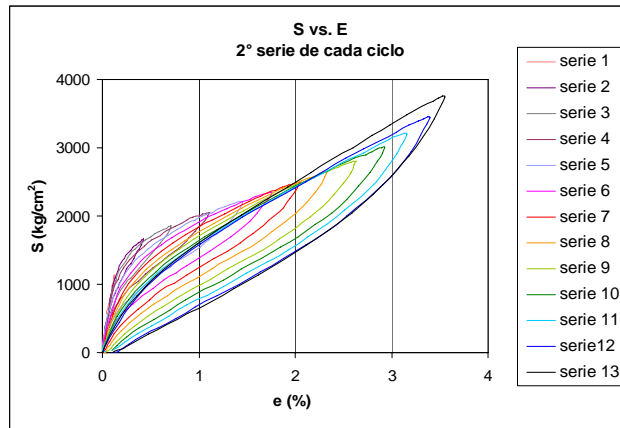


Gráfico N° 11

Trabajo de Montecinos-Sepúlveda, ensayo cíclico

En este trabajo se dispuso de una probeta de 3mm de diámetro de la aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be, bajo condiciones de temperatura ambiente y un tamaño de grano de 400um., esto ultimo no es seguro de lo que se desprende del estudio.

De este estudio se dispone gráficamente de la curva cíclica y ensayo monotónico de tracción. El ensayo de tracción trae algunas inconsistencias con los resultados, así que por ello no se considerará dentro del análisis.

La curva cíclica se tiene la certeza por parte del autor que esta correcta y en esta se señala que por el método de la diferencia de los tipos de deformación (III-II) el límite

superelástico se encuentra entre los valores 2.3% y 2.6%, intervalo donde tendría lugar la aparición de la primera martensita retenida.

4.3.1.4. Trabajo actual

En el presente trabajo se desarrollaron ensayos cíclicos y monotónicos a una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be, a temperatura ambiente y a un tamaño de grano constante de 100um. Como se presento en la sección de ensayos mecánicos

Se realizaron ensayos ciclos de deformación a : 0.23%, 6% y 9%.

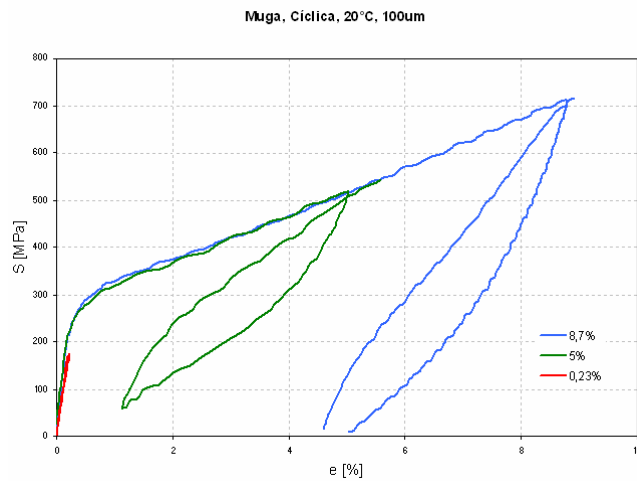


Gráfico N° 12

Ensayos cíclicos Muga,

Se aprecia claramente que el límite superelástico esta antes del 6%.

Cabe mencionar, que esta aleación posee gran similitud con la realizada por Montecinos-Sepúlveda, si no fuese por el tamaño de grano en que difieren. Pero al parecer existen errores que podrían evidenciar que son análisis bajos las mismas condiciones.

De lo anterior podremos ver mas adelante que la curva de tracción hasta la fractura del trabajo de Muga la comparemos con los resultados cíclicos en la determinación del límite superelástico de los datos de Montecinos - Sepúlveda

4.3.2. Metodología

A continuación se presenta un procedimiento para determinar el límite superelástico en las aleaciones superelásticas CuAlBe.

4.3.2.1. Procedimiento

Estamos analizando una curva proveniente de un ensayo de tracción, la cual tiene como variable independiente la deformación e [%] y como variable dependiente el esfuerzo σ [MPa].

$$\sigma = F(e)$$

4.3.2.2. Suavizar curva de tracción

En una primera etapa se requiere suavizar la curva de tracción $F(e)$, existen diversas formas de lograrlo. En este trabajo se hace a través de sacar un promedio en el punto x_i con respecto los puntos de la vecindad, esto quiere decir que cada punto de la curva queda de la forma:

$$x_i = \frac{x_{i-1} + x_i + x_{i+1}}{3}$$

Si la curva $F(e)$ suavizada aun resulta muy abrupta, se pueden tomar mas puntos de la vecindad, aunque se debe considerar que al tener mas puntos en el promedio se pierde precisión en los extremos y la curva deja de ser representativa al ensayo.

Como una forma alternativa se determina la transformada de fourier discreta de la curva para determinar el ruido que existe en el sistema de ensayo, una vez obtenida esta frecuencia, se resta a $F(e)$.

Existen muchas alternativas que sirven como apoyo para la suavización de la curva $F(e)$, procedimientos matemáticos de calculo numérico, etc. lo trascendente es que no debe perderse la representatividad del ensayo en la curva.

4.3.2.3. Acotar curva de tracción

Una vez suavizada la curva $F(e)$, se acota la curva de manera de tomar el tramo mas representativo de los cambios de la superelasticidad, estos son e [%] perteneciente al rango [1.0 ; 6.0].

Así definimos una nueva curva $f(e)$, correspondiente a un tramo de la curva $F(e)$

$$f(e) = F(e), \forall e \in [1.0;6.0]$$

Este nuevo rango de deformación que trunca la curva de tracción, se determino arbitrariamente considerando que por estudios anteriores el límite superelástico se encuentra aproximadamente en el 2-4% de deformación.

Otra razón por que se ignoran los primeros datos, es debido a que se trata de la zona elástica, la cual esta ya bien definida y se conocen los valores.

También en esta primera zona $F(e)$ se diferencia mucha del resto en su forma por lo que considerar esta conlleva a una mayor imprecisión en el ajuste del polinomio a la curva $F(e)$.

4.3.2.4. Ajuste de la curva de tracción mediante un polinomio

Una vez deducido $f(\epsilon)$, se ajusta un polinomio $P(x)$ a este tramo.

Curva fractura Francisco Muga, ajuste de un polinomio $p(x)$ al tramo de la curva de tracción

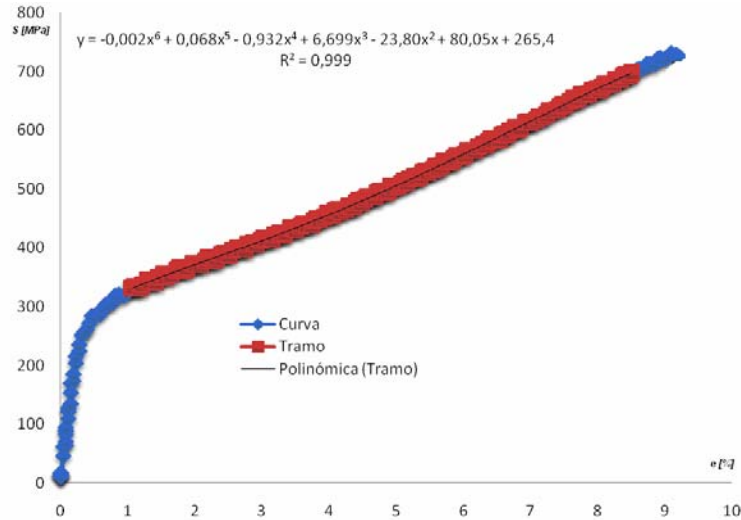


Gráfico N° 13

Ensayo hasta la fractura (parte de la curva del presente trabajo)

Este polinomio $P(x)$ en este caso puntual es de grado 6, pero puede ser de mayor menor grado siempre y cuando se obtenga un R lo mas cercano a 1.

4.3.2.5. Primera y segunda derivada

Al contar con $P(x)$ se puede desprender la primera derivada $P'(x)$, lo que nos mostrara de que manera va evolucionando al pendiente a medida que aumenta la deformación.

La primera derivada de la curva fractura refleja la evolución de la pendiente a través del ensayo, pendiente vinculada con la rigidez del material. En la zona superelástica la rigidez debiese ir disminuyendo y aumentando cuando se encuentra en la zona post- superelástica. En este sentido se determina una segunda derivada par ver a que deformación se encuentra este mínimo.

También se puede hacer una analogía para el caso del NiTi para el cual existe un tramo BC bastante extendido, en el cual la pendiente es prácticamente cero y luego existe un cambio en donde se encuentra el limite superelástico. Sabemos que es muy probable que cambios en la tasa de crecimiento de la pendiente en las curvas de tracción para las aleaciones superelásticas, determine un valor numérico para el limite superelástico (LSE).

Por todo lo anterior es apropiado determinar la segunda derivada del polinomio $P(x)$, así $P''(x)$ nos ayudara a reflejar en que punto de la deformación existe un cambio en la tasa de crecimiento de la pendiente, punto que estará dado por $P''(x) = 0$.

$$P''(x) = 0$$

$$x_0 = LSE$$

La menor de estas soluciones será el LSE buscado.

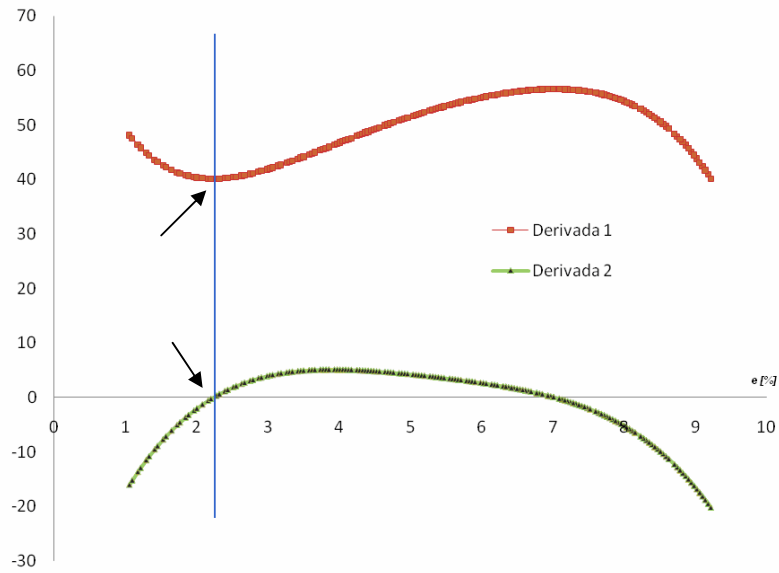


Gráfico N° 14

Primera derivada y segunda derivada del polinomio $p(x)$

4.4. Procedimiento microestructura

4.4.1. Zona útil de probetas

A continuación se presenta la zona útil de las probetas, luego de ser ensayadas, se esquematiza en la [Fig. N°32](#).

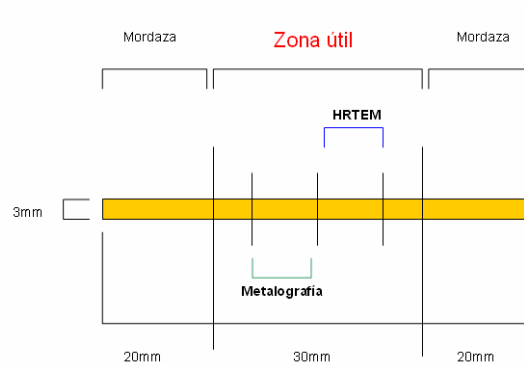


Fig. N° 32

Zonas de la probeta ensaya que serán para Metalografía y HRTEM

Como se observa en la [Fig. N°32](#), solo un 15% de la probeta se aprovecha para preparar muestras que tengan como destino las metalografías y HRTEM

4.4.2. Procedimiento para metalografías

La metalografía es un ensayo que estudia las características estructurales o constitutivas de un metal o aleación relacionándolas con las propiedades físicas y mecánicas.

Mucha información se puede suministrar de un examen metalográfico hacia un metal, como lo son la estructura de fases y el tamaño, forma y borde de los granos.

El principal instrumento para la realización de un examen metalográfico lo constituye el microscopio óptico, con el cual es posible examinar una muestra con aumentos que varían entre 50X y 2000X.



Fig. N° 33

Microscopio óptico

4.4.2.1 Procedimiento

1.- Se dispone de la muestra destinada a metalografía como se muestra en la [Fig. N°28](#), embutido, se debe esperar hasta cuando la muestra este adherida firmemente a la resina, con su respectivo nombre y origen.

2.- Una vez embutidas las muestras, se realiza un proceso de pulido con una serie de lijas al agua de mallas: 400, 600, 1000 y 1200. Finalmente se aplicaron paños con albúmina, de 0.3 y 0.05 μm , disuelta en agua estilada.



Fig. N° 34

Máquina para pulir

3.- Luego del pulido se realiza un ataque metalográfico cuya composición es: Alcohol (80ml), Acido Clorhídrico (20 ml) y Cloruro Férrico (1.5 g). Este ataque permite definir los bordes de grano de las muestras. La muestra se expone al ataque a 3 segundos aproximadamente, transcurrido este tiempo se neutralizó el ataque lavando en abundante agua y posteriormente es secada.

4.- Se observan las muestras en el Microscopio Óptico, tomando imágenes en resoluciones de 50X, 100X y 200X, más allá de estos valores la imagen pierde nitidez.

4.3.3. Preparación de muestras HRTEM.

El HRTEM requiere que se preparen previamente las muestras delgadas, como se mencionó en los antecedentes

4.3.3.1 Adelgazamiento previo.

1. - De la zona útil de la probeta destinada al análisis en el HRTEM, se realiza un primer desgaste, quedando de 3mm diámetro efectivo.

2.- Una vez obtenido este diámetro, mediante un disco de corte, la zona útil es rebanada en disco de 2 mm de espesor. En cada probeta se obtienen tres discos con dimensiones 3mm dia, 1mm de espesor.



Fig. N° 35

Máquina del disco de corte

3.- Luego, mediante el uso de lijas al agua, de mallas de 400, 600, 1000 y 1200, además del uso de paños con albúmina, de 0.3 y 0.05 μ m, se llega a un espesor de 100 μ m aproximadamente.

Luego se preparan las muestras según tres procedimientos diferentes;

- Electropólido
- Electropólido + pulido iónico
- Pólido iónico

4.3.3.2. Electropólido

Se ha escogido de forma preliminar el presente trabajo el pólido electrolítico para el adelgazamiento final de las muestras, ya que es un método rápido sin que haya un daño mecánico severo a la muestra. Pero se debe considerar que encontrar la solución de ataque correcta y las condiciones adecuadas del electropólido es lo que lleva la mayor cantidad de tiempo en el proceso de adelgazamiento.

El procedimiento que se llevo a cabo consto en la preparación de las muestras son principalmente:

- 1- Determinar solución de ataque
- 2- Determinar parámetros de electropólido
- 3- Realizar Electropólido

Determinación solución de ataque

En la **Tabla N°5** se presentan posibles soluciones de ataques encontradas en la literatura.

N°	Solución	Aleación	Parámetros				Referencia
			Voltaje	Corriente	Temperatura	Flujo	
1	70% Metanol 30% Acido Nítrico	Ni-x%Ti	12V , 15V	?	-40°C,-50°C	?	Ref N°5 Ruben Santamarta
2	<i>80% Metanol</i> <i>20% Acido Nítrico</i>	Cu-10%Al- 0.8%Be	8V , 14V	40 - 50mA	-20°C,-30°C	?	Ref N°6 H.H. Kuo, W.H. Wang, Y.F. Hsu
3	70% Metanol 30% Acido Nítrico	Cu-10.4% Al- 0.47% Be	?	?	?	?	Ref N°7 S. Kustov, J. Pons, E. Cesari

Tabla N° 5

Indica los parámetros recogidos del estudio bibliográfico

Se eligió la solución y parámetros N°2, pues ella fue empleada en una solución CuAlBe y cuenta con una mayor información en cuanto a los parámetros que se deben tomar en el electropúlido como partida.

Determinación parámetros de electropúlido

Una vez escogido la mezcla, que en este caso resulta metanol y ácido nítrico en una proporción en volumen de 4:1 respectivamente, se utilizarán muestras de material vírgen para realizar pruebas, con el fin de estimar los parámetros adecuados para el desgaste en el electropúlido.

Los parámetros que se variaran fueron la temperatura, la corriente, el voltaje y el flujo de impacto de la solución sobre la muestra.

A continuación se detallara el procedimiento con que se ejecutaron las distintas muestras en desgaste electrolito.

Procedimiento:

1.- Limpieza del recipiente que contiene la solución de ataque con agua y detergente. Luego se enjuaga con agua destilada. Se espera que el recipiente se seque para luego vertir unos pocos ml de solución de ataque y luego se botar nuevamente. Posteriormente se vierte hasta llegar a $\frac{3}{4}$ de la capacidad del recipiente con la solución de ataque (esta no se cambiara en todo el procedimiento).

2.- Se limpia el porta-muestra con detergente y luego enjuagar con agua destilada. Se limpia de igual forma pinzas y recipientes anexos que se utilicen en el proceso.



Fig. N° 36

Portador muestra y regulador

3.- En frascos se mantiene una cantidad pequeña de agua destilada, metanol y acetona, con el objeto de estar siempre limpiando la muestra, porta muestra y pinzas cada vez que se cambia de muestra en el porta-muestra.

4.- Se vierte lentamente en pequeñas cantidades y en intervalos de tiempo de 5 minutos, Nitrógeno líquido al recipiente que contiene la solución de ataque, Entre cada espera se debe controlar la temperatura mediante un tester. Se vierte hasta que la solución de metanol y ácido nítrico alcance la temperatura deseada.

5.- Se montan todas las partes de la máquina de electropulido, tomando la precaución que las boquillas del chorro y estén alineados y de forma perpendicular a la muestra antes de dar comienzo al proceso de electropulido.

6.- La máquina posee un sistema de alarma de sonido, el cual se activa cuando un sensor de luz recibe un haz proveniente del otro lado de la muestra, esto sucede cuando la muestra presente cualquier grieta que deja el paso de la luz (preocuparse de esto también, de forma que los sensores estén direccionados a la muestra).

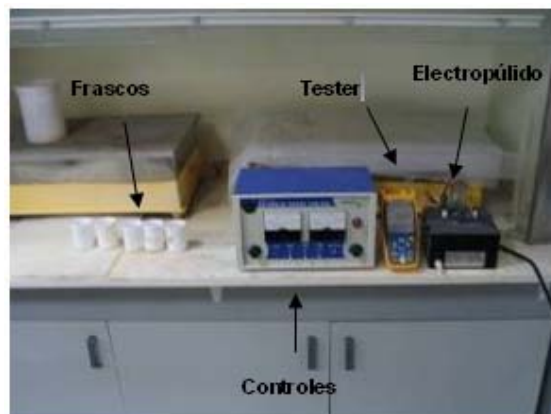


Fig. N° 37

Máquina de electropulido

7.- Se ajustan y anotan los parámetros deseados de Voltaje (este determina la corriente) y flujo de incidencia. De esta forma se da comienzo al electropúlido.

8.- Una vez accionada la alarma se detiene el procedimiento y se retira el porta muestra sumergiéndolo primeramente en el frasco de acetona, luego se pasa por el de agua destilada y finalmente se pasa por el metanol. Cuando ya se ha pasado por todos estos enjuagues se saca la muestra del porta-muestra con las pinzas y se deja la muestra secando en un papel o filtro absorbente.

Este es el procedimiento para una sola muestra, se continua nuevamente con el punto número uno para las siguientes, es importante seguir todos estos pasos, sobre todos los que implica la limpieza de los instrumentos y muestras, para así evitar la contaminación de las estas. Ver [Tabla N° 6](#).

test para muestras TEM, electropúlido				
N° Probeta	Temperatura [°C]	Amperaje [mA]	Voltaje [V]	Flujo
P01	-24	45	12	5
P02	-31	45	13	6
P03	-25	20	10	6
P04	-30	22	10	8
P05	-25	50	15	3
P06	-25	10	10	4
P07	-30	60	20	8
P08	-25	20	10	3
P09	-26	6	5	7
P10	-30	45	15	5
P11	-23	45	12	6
P13	-24	50	14	4

Tabla N° 6

Conjunto de datos en las variables para el electropúlido, destacada en rojo la fila adoptada para el electropúlido

Una vez terminado de confeccionar este cuadro, las muestras fueron observadas en el microscopio electrónico de transmisión, dando evidencia notoria de que el conjunto de variables asociados a la probeta P11, poseía mejores características en cuanto a espesor en los límites de la fisura y descontaminación.

Por consiguiente se estableció que para el electropúlido de las muestras definitivas, los parámetros serán:

- Temperatura : -23°C
- Amperaje : 45mA
- Voltaje : 12V
- Flujo : 6

Muestras definitivas

En la sección anterior se definieron los parámetros para realizar el electropólido, con lo cual se prepararon las muestras definitivas.

La **Tabla N°7** muestra las condiciones definitivas en que quedaron las muestras para su observación en el HRTEM.

Nombre	N° muestra	Flujo	Temperatura	Voltaje	Amperaje
			[°C]	[V]	[mA]
Fractura	01	6	-25	12	55
FM00	01	6	-23	12.5	40
	02	6	-23	12.5	40
FM03	01	6	-30	12	50
GG27	01	6	-25	12	50
	02	6	-30	12	45
GG02	01	6	-23	12.5	45
	02	6	-30	12.5	36
Test	01	6	-37	12	25
	02	6	-25	12	32

Tabla N° 7

Conjunto de datos en las variables para el electropólido para las muestras definitivas

Se tomo registro de cómo variaba la temperatura mientras se realizaba el electropólido, para las muestras numero 1 y 2 de la probeta GG27 y también de una muestra de test para ver como se comportan las variables.

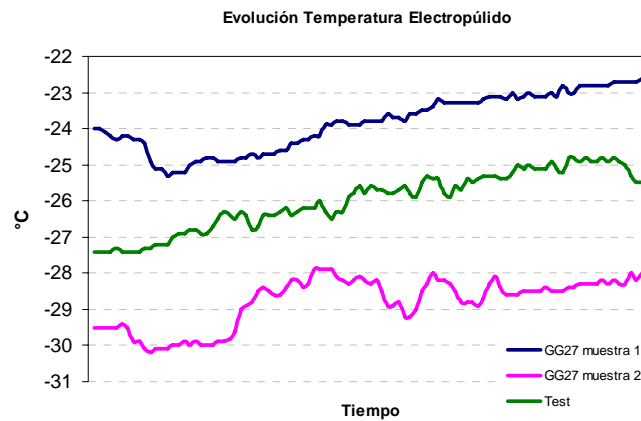


Gráfico N° 15

Evolución de la temperatura en la preparación de muestras GG27 1 y 2, y un test

4.3.3.3. El adelgazamiento iónico

1.- Los disco de 3mm de dia y 100um de espesor son rebajados mediante un rebajador mecánico, denominado Dimpling Grinder, Fig. N°38, el cual dejará la muestra hasta un espesor de 30um aproximadamente.



Fig. N° 38

El Rebajador mecánico modelo 200, es un sistema mecánico avanzado para preparar muestras para microscopia electrónica el cual ofrece control de la tasa de rebaje, una medida exacta del grosor de la muestra, y un interfaz fácil de utilizar

2.- Una vez rebajada la muestra a través del dimpling se introduce en el Ion Mill, Fig. N°39, Rebajador y Pulidor Iónico, el cual dejara la muestra con el grosor necesario.



Fig. N° 39

El modelo 1010 Ion Mill es un sistema rebajador y pulidor de precisión controlado vía computador, para la creación de muestras para TEM de alta calidad con grandes áreas de transparencia a electrón. Es completamente programable y fácil utilizar.

Este modelo incorpora dos cañones de energía iónicas llamadas "hollow anode discharge" (HAD), independientemente ajustables, refrigeración de la muestra por nitrógeno líquido, ángulos de rebaje que van de los 0° a los 45°, control automático gas, y un sistema de vacío sin aceite para el proceso ultra-limpio de la muestra.

La configuración designada para las muestras en la [Tabla N°8](#).

Voltaje	Angulo	Tiempo
[KeV]	[°]	[Hr]
4.5	15	1
3.5	12	3
2.5	8	5

Tabla N° 8

Valores adoptados para el rebaje de muestra en ele Ion Mill

4.3.3.4. Electropólido más el adelgazamiento iónico

Esta forma de preparar la muestra consiste primero de realizar el desgaste mediante electropólido bajo las mismas condiciones y parámetros determinados anteriormente, para así luego considerar un rebaje menor mediante el uso del método Ion mill, sin la necesidad de que la muestra pase por Dimpler.

Los parámetros que se ingresan al Ion mill en esta segundo método de rebaje, es de un ángulo bajo 8° y de Voltajes de 3KeV por un tiempo de 20 a 30 minutos.

Esto tiene la intención de remover capas de amorfo y de óxidos alojados en la muestra preparada mediante electropólido.

4.3.4. HRTEM

Una vez obtenido el dimensionado final de las probetas a través del electropólido, estas se encontraban listas para su respectivo análisis en el HRTEM.

4.3.4.1. Procedimiento

A continuación se desarrolla el procedimiento empleado en el montaje de las muestras y de la búsqueda de imágenes y su selección.

4.3.4.2. Montaje de la muestra para microscopía

Finalizada la fabricación de la muestra se procede a montarla en el porta-muestra del microscopio el cual se muestra en la [Fig. N°40](#), una vez colocada la muestra en (2) se usa un spring para aprisionarla al portamuestra.

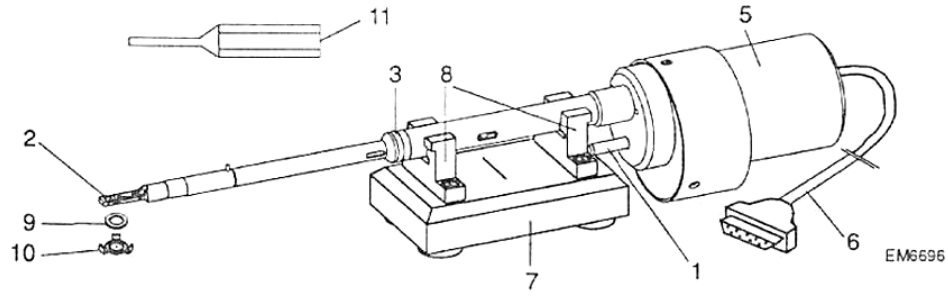


Fig. N° 40

1-Llave de entrada, 2-Porta muestra, 3-Anillo, 5-Motor y sistema medida posición, 6-Cable de información, 7-Soporte, 8-Receptor, 9-Anillo, 10-Clip de seguridad, 11-Clip soldador

Luego de la verificación de la correcta postura de la muestra, se procede a limpiar el Anillo (3), con el fin de no arruinar el vacío de la cámara del microscopio. Una vez adentro de la cámara la muestra puede ser movida en cualquier dirección, pero con un movimiento acotado. En la Fig. N° 41 están indicados los movimientos permitidos, todos ellos son manipulados desde el comando del microscopio.

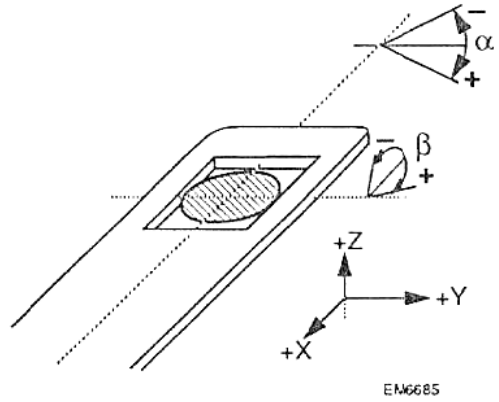


Fig. N° 41

Esquema de los movimientos permitidos de la muestra. X e Y se controlan por un solo comando y permiten explorar la muestra, los restantes tienen controles individuales, y son los que fijan las condiciones de observación.

5. Resultados

5.1 Resultados ensayos mecánicos

5.1.1. Caso 1

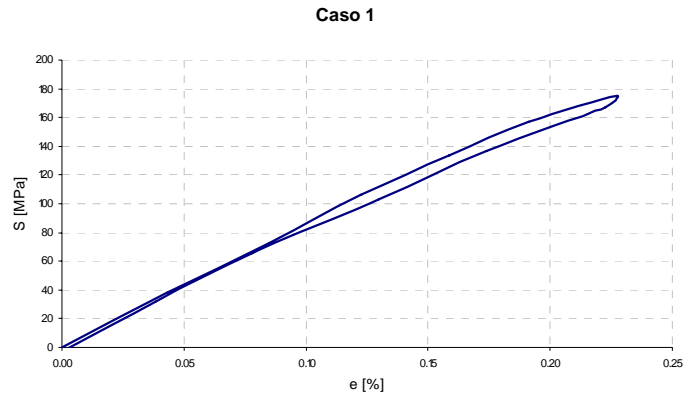


Gráfico N° 16

CuAlBe en el rango superelástico.

Su módulo de Young es de 88 GPa y su límite de elasticidad es 204 MPa

5.1.2. Caso 2

Aleación CuAlBe
Ensayo Monotónico y Cíclico (0.5Hz)
Esfuerzo límite 550MPa, (6% deformación)
Temperatura ambiente

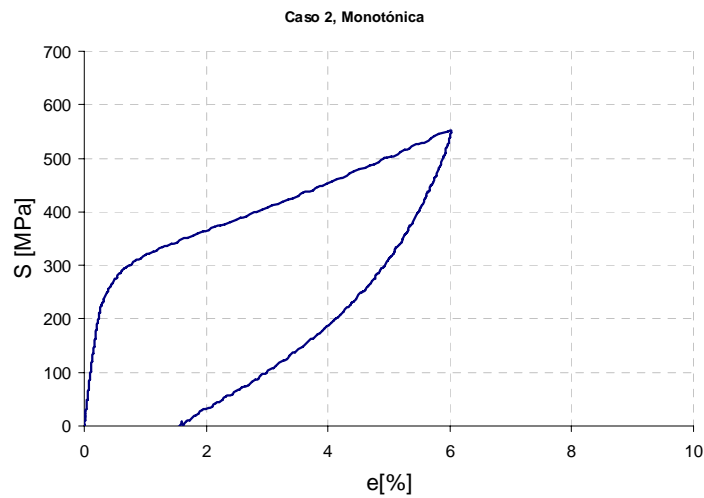


Gráfico N° 17

CuAlBe, ensayo monotónico, 6% deformación, caso 2.

Caso 2, Monotonica, Evolución del Esfuerzo y la Temperatura en el tiempo

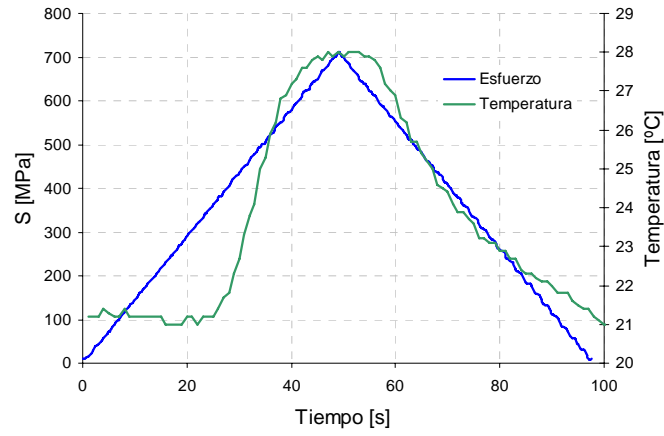


Gráfico N° 18

Evolución de esfuerzo y temperatura en el tiempo, ensayo monotónico, 6% deformación.

Caso 2, Cíclica

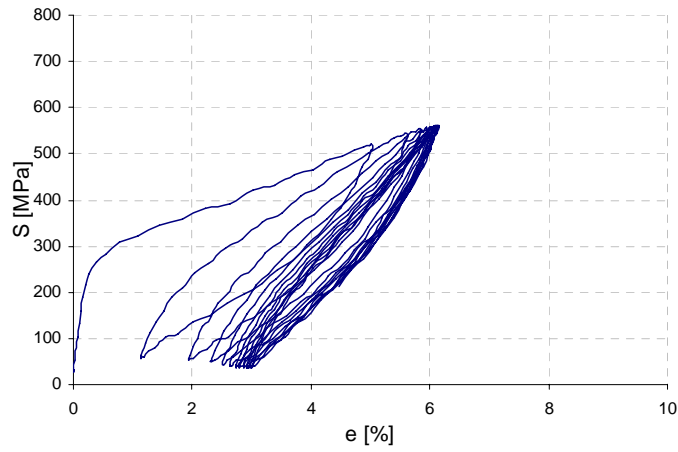


Gráfico N° 19

CuAlBe, ensayo cíclico, 6% deformación, caso 2.

Caso 2, Cíclica, evolución del esfuerzo en el tiempo

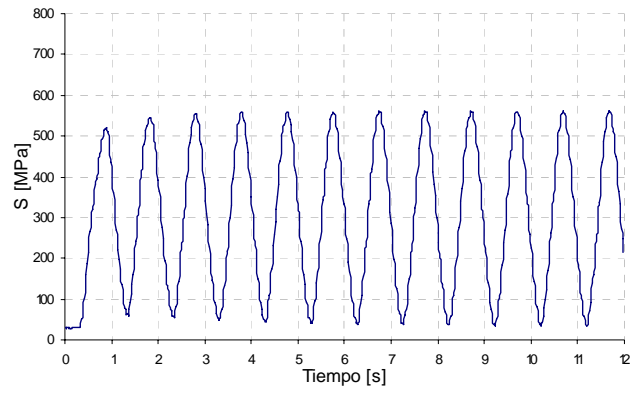


Gráfico N° 20

Evolución del esfuerzo en el tiempo CuAlBe, ensayo cíclico, 6% deformación, caso 2,

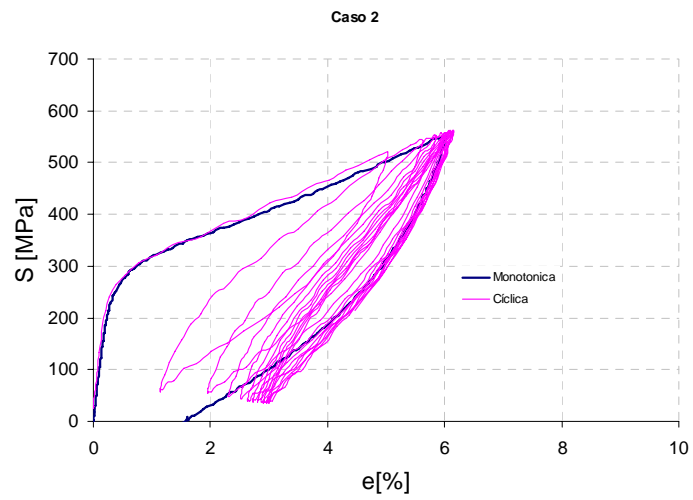


Gráfico N° 21

CuAlBe, ensayo cíclico y monotónico, 6% deformación, caso 2

5.1.2.1. Limite de Fluencia

En la **Tabla N°9** aparece el límite de fluencia y el modulo de Young de cada ciclo según distintos criterios.

N°	Sy (0,2%) (MPa)	E (0,2%) (%)	Sy (0,05%) (MPa)	e (0,05%) (%)	Sy (0,02%) (MPa)	e (0,02%) (%)
Ciclo	(MPa)	(%)	(MPa)	(%)	(MPa)	(%)
1	267,39	0,45	227,67	0,25	208,32	0,20
2	203,67	1,79	145,23	1,45	122,34	1,35
3	207,92	2,66	147,91	2,30	125,20	2,19
4	200,85	3,00	138,94	2,65	117,03	2,55
5	192,70	3,17	127,39	2,82	106,41	2,72
6	203,53	3,38	136,01	3,00	109,01	2,88
7	202,97	3,47	135,71	3,10	110,81	2,98
8	206,08	3,57	134,53	3,17	109,53	3,05
9	197,49	3,58	126,26	3,19	101,17	3,08
10	213,02	3,73	143,24	3,33	118,04	3,21

Tabla N° 9

CuAlBe límites de fluencia en distintos criterios

5.1.2.2. Pendientes

En la **Tabla N°10** aparecen las distintas pendientes características de las curva de tracción.

N°	E0 (Gpa)	pseudoelástica (Gpa)	E3 (Gpa)	E4 (Gpa)	Secante (Gpa)
Ciclo	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)
1	96,14	5,01	28,66	7,58	9,65
2	31,16	9,01	32,36	8,88	10,63
3	29,08	11,19	31,29	9,51	12,69
4	30,18	11,77	33,78	10,50	13,88
5	32,01	12,47	31,49	11,10	14,66
6	29,47	13,01	33,39	11,16	15,11
7	29,51	13,89	32,25	11,61	15,43
8	29,02	14,20	34,13	11,69	15,77
9	30,63	14,47	34,81	12,37	16,06
10	27,60	15,01	32,30	12,78	16,11

Tabla N° 10

Resultado de pendientes

5.1.2.3. Áreas y Factor de Amortiguación.

En la [Tabla N°11](#) se ha calculado las distintas áreas dependiendo del ciclo.

N° Ciclo	Área envolvente [mm ²]	Área inferior [mm ²]	Área ciclo [mm ²]	Área secante [mm ²]	Amortiguación B
1	19,27	9,08	10,19	11,15	0,084
2	15,83	9,30	6,54	13,32	0,066
3	13,40	8,76	4,64	11,67	0,055
4	12,23	8,51	3,72	10,85	0,048
5	11,56	8,34	3,21	10,38	0,044
6	11,14	8,22	2,92	10,07	0,042
7	10,86	8,16	2,70	9,91	0,040
8	10,63	8,06	2,56	9,75	0,038
9	10,44	8,00	2,44	9,63	0,037
10	10,27	7,94	2,33	9,51	0,036

Tabla N° 11

Resultados áreas según el ciclo

5.1.2.4. Gráfico de amortiguación

A partir de la [Tabla N°4](#) se puede graficar como evoluciona el factor de amortiguación dependiendo del N° de ciclo.

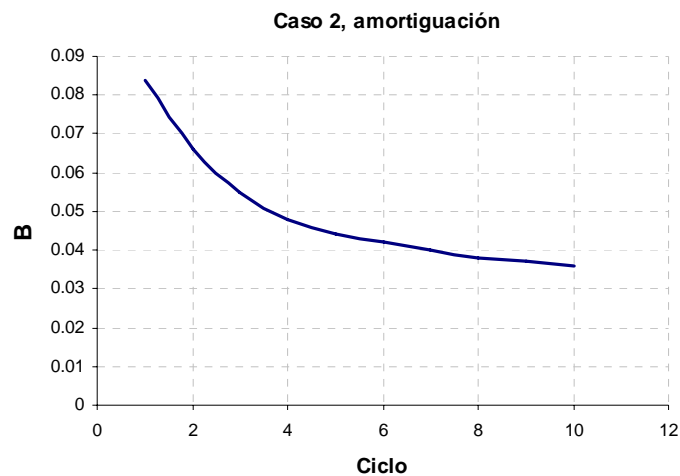


Gráfico N° 22

Factor de amortiguación vs el numero de ciclos

5.1.3. Caso 3

Aleación CuAlBe
Ensayo Monotónico y Cíclico (0.5Hz)
Esfuerzo límite 750MPa (9% deformación)
Temperatura ambiente

Caso 3, Monotónica

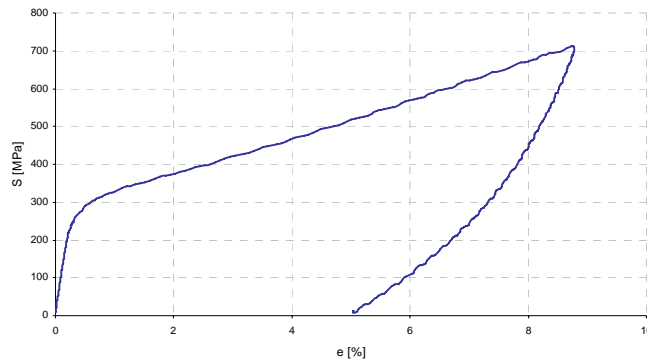


Gráfico N° 23

CuAlBe, ensayo monotónico, 9% deformación, caso 3

Caso 3, Cíclica

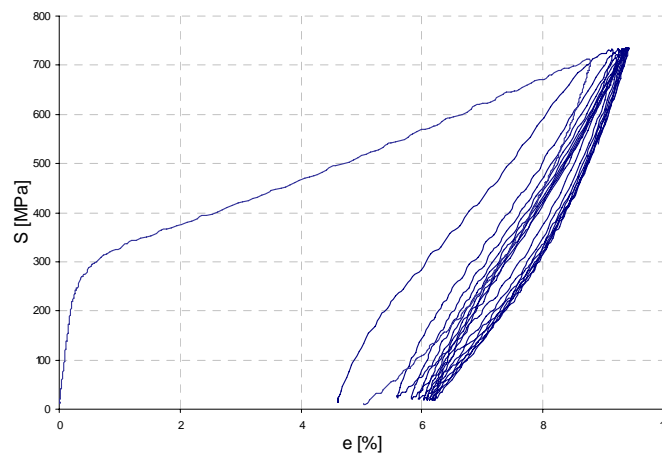


Gráfico N° 24

Gráfico N°10. CuAlBe, ensayo cíclico, 9% deformación, caso 3

Caso 3, Cíclica, Evolucion del esfuerzo en el tiempo

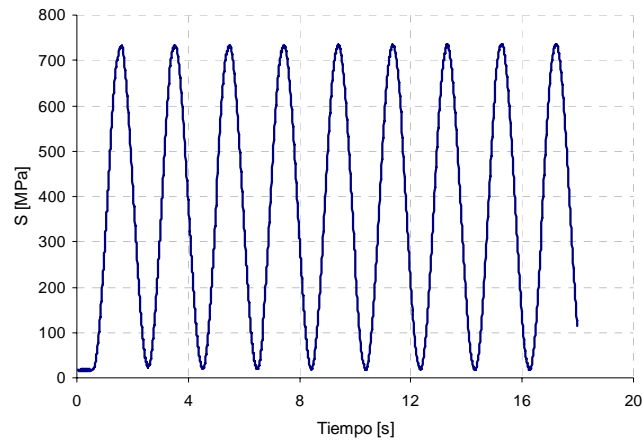


Gráfico N° 25

Gráfico N°11. Evolución del esfuerzo en el tiempo CuAlBe, ensayo ciclico, 9% deformación, caso 3,

Caso 3, Cíclica y monotónica

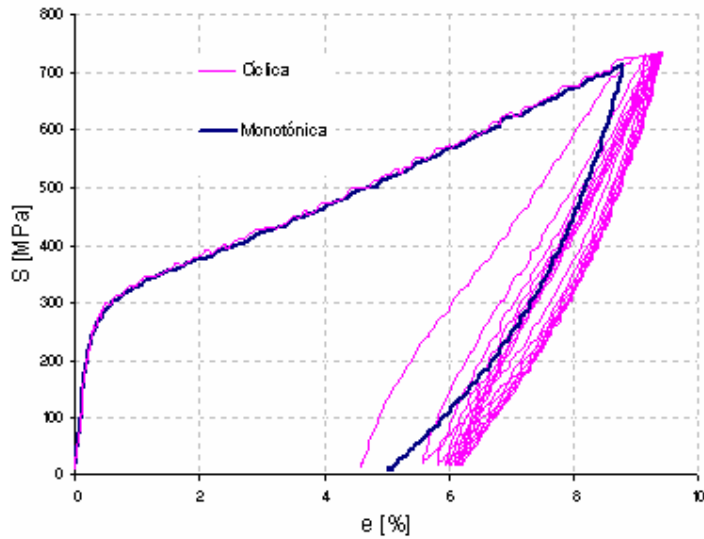


Gráfico N° 26

Gráfico N°12. CuAlBe, ensayo ciclico y monotónico, 9% deformación, caso 3

5.1.3.1. Fluencia de la Aleación

En la **Tabla N°12** aparece el límite de fluencia y el modulo de Young de cada ciclo según distintos criterios.

N°	Sy (0,2%) (MPa)	e (0,2%) (%)	Sy (0,05%) (MPa)	e (0,05%) (%)	Sy (0,02%) (MPa)	e (0,02%) (%)
1	184,27	5,30	108,80	4,92	81,93	4,81
2	192,41	6,24	112,91	5,87	84,96	5,77
3	173,24	6,39	90,26	6,04	62,74	5,94
4	233,40	6,82	145,40	6,39	113,43	6,25
5	179,31	6,63	94,77	6,27	63,67	6,16
6	186,78	6,73	98,21	6,34	69,12	6,24
7	179,02	6,74	93,22	6,37	60,83	6,26
8	185,62	6,80	97,80	6,43	69,01	6,32
9	207,93	6,94	113,15	6,52	81,71	6,40
10	187,62	6,87	99,86	6,49	67,87	6,38

Tabla N° 12

Sigma fluencia bajo distintos criterios

5.1.3.2. Pendientes de la Aleación

En la **Tabla N°13** aparecen las distintas pendientes características de las curva de tracción.

N°	E	pseudoelastica	E3	E4	Secante
Ciclo	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)	(Gpa)
1	33,45	13,99	46,39	14,75	15,56
2	36,83	18,38	44,68	14,94	19,10
3	41,28	17,98	43,24	15,16	20,34
4	31,41	18,85	45,80	15,38	20,86
5	39,79	19,36	45,46	15,24	21,35
6	37,84	19,85	43,43	15,33	21,62
7	39,30	20,00	46,24	15,54	21,87
8	38,48	19,28	45,15	15,72	22,09
9	34,80	19,45	44,94	15,67	22,27
10	38,03	19,57	45,27	15,78	22,38

Tabla N° 13

Resultado de pendientes

5.1.3.3. Áreas y Factor de Amortiguación

Se muestra en la [Tabla N°14](#) en donde se han calculado las distintas áreas dependiendo del ciclo.

N° Ciclo	Área envolvente [mm ²]	Área inferior [mm ²]	Área ciclo [mm ²]	Área secante [mm ²]	Amortiguación B
1	18,95	10,41	8,54	13,40	0,072
2	14,79	10,25	4,54	13,76	0,049
3	13,71	10,10	3,61	13,09	0,042
4	13,22	10,02	3,20	12,72	0,038
5	12,90	9,96	2,94	12,52	0,036
6	12,67	9,91	2,76	12,37	0,035
7	12,51	9,87	2,65	12,25	0,034
8	12,37	9,84	2,54	12,16	0,033
9	12,26	9,79	2,47	12,08	0,032
10	12,15	9,77	2,38	12,00	0,031

Tabla N° 14

Resultados áreas según el ciclo

5.1.3.4. Gráfico de Amortiguación

A partir de la [Tabla N°14](#) se puede graficar como evoluciona el factor de amortiguación en los distintos N° de ciclo.

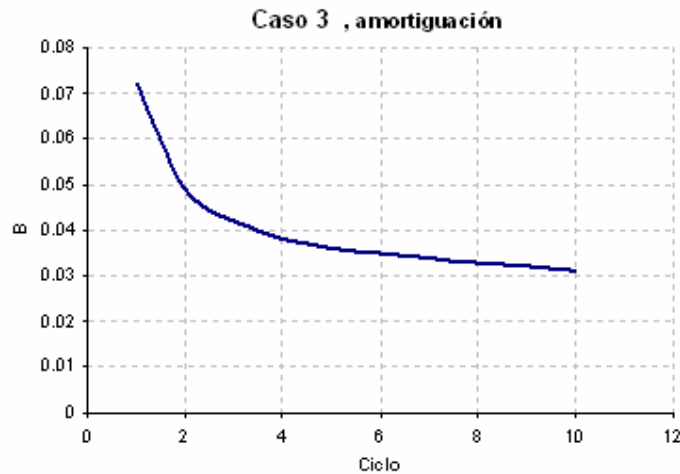


Gráfico N° 26a

Factor de amortiguación vs numero de ciclos

5.1.4. Caso 4

Aleación CuAlBe
Ensayo Monotónico
Hasta la hactura
Temperatura ambiente

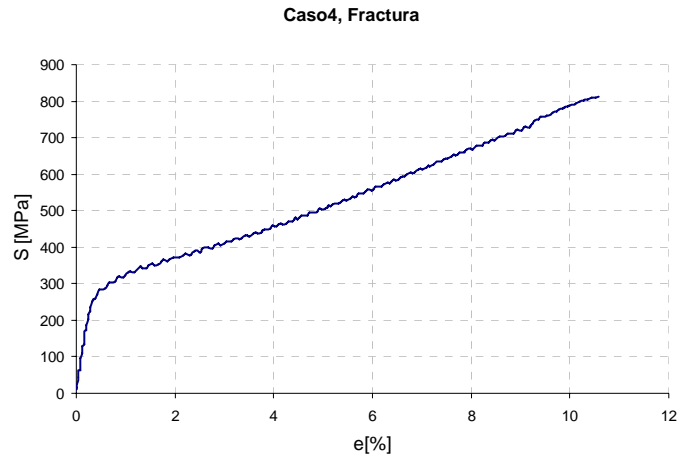


Gráfico N°26b

CuAlBe hasta la fractura, caso 4

Para la aleación en estudio, ensayando hasta la fractura se llega aun esfuerzo máximo de 802MPa a una deformación, a una deformación 10.6%

5.1.5. Gráfico del caso 2 y 3 simultáneos cíclico

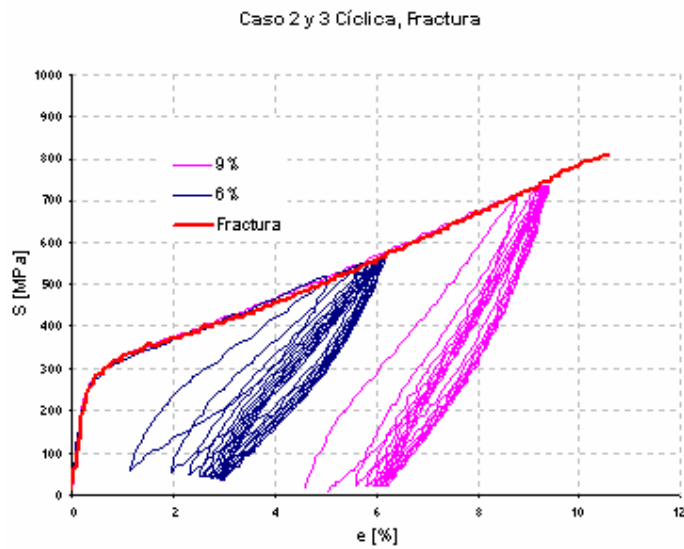


Gráfico N° 27

CuAlBe ensayo cíclico, monotónico y fractura

5.1.6. Gráfico del caso 2 y 3 simultáneos monotónico

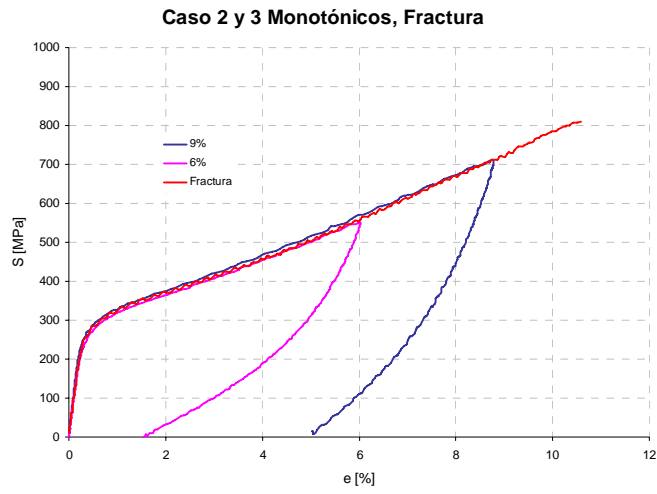


Gráfico N° 28

CuAlBe ensayo cíclico, monotónico y fractura

5.1.7. Gráfico del caso 2 y 3 en amortiguación

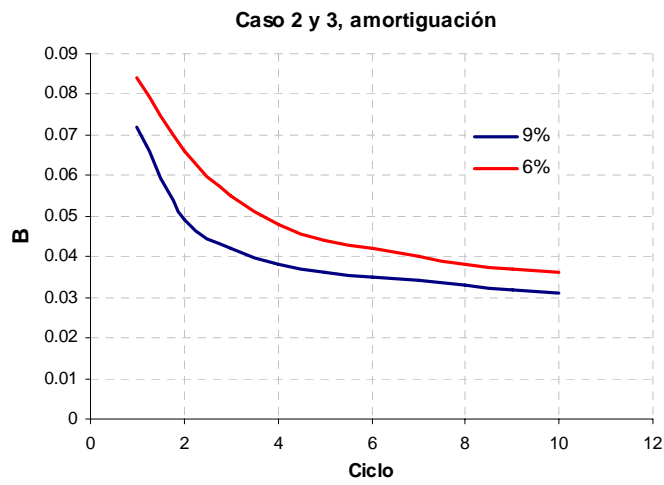


Gráfico N° 29

CuAlBe amortiguación del 9% y 6% de deformación

5.1.8. Conclusiones

El material tiene una resistencia a la fractura de 802Mpa hasta una deformación del 10.6%, su modulo de Young en a zona elástica es de 88Gpa.

Se ajustaron adecuadamente las curvas monotónicas, cíclicas y de fractura entre ellas, no se produjeron desfases importantes, sobre todo en la parte elástica, en donde todas ellas teóricamente tienen el mismo modulo de Young.

En ensayos de tracción cíclicos (0,5 y 1 Hz) se encontró que en el rango post-superelástico existe elasticidad no lineal y amortiguamiento, siendo este último mayor que en el rango superelástico.

A medida que se tienen más ciclos a una deformación impuesta, el valor de la amortiguación decrece, pero tiende a estabilizarse a números de ciclos mayores

Los valores de amortiguación obtenidos en el rango post-superelástico son mayores que obtenidos en el rango superelástico, ver [Ref. N°11](#)

5.2 Resultados cálculo límite superelástico

5.2.1. Resultados de los datos Giovanni González

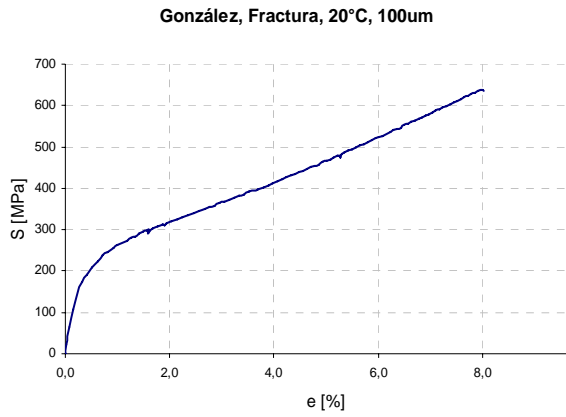


Gráfico N° 30

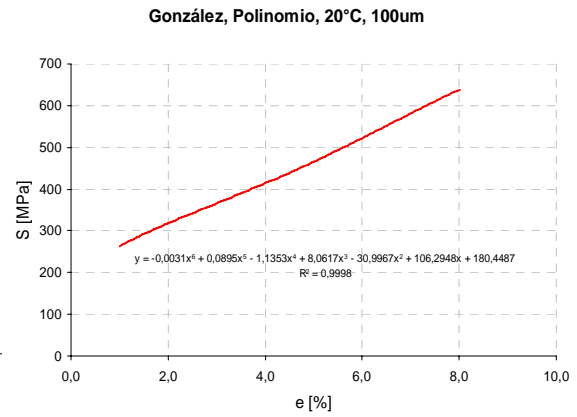


Gráfico N° 31

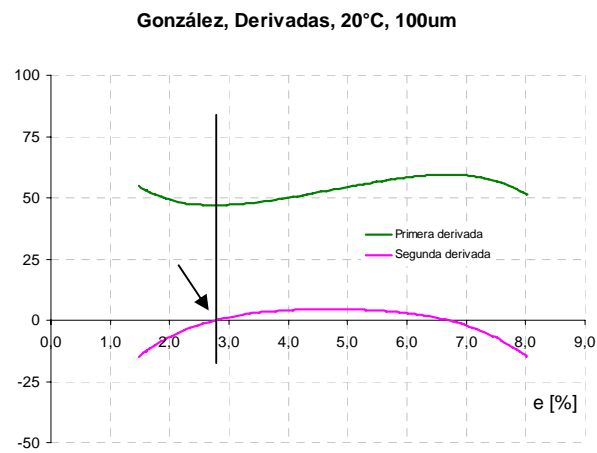


Gráfico N° 32

En el **Gráfico N°32**, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 2.8%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico, para el ensayo de la probeta a 20°C y con tamaño de grano 100um

5.2.2. Resultados de los datos González

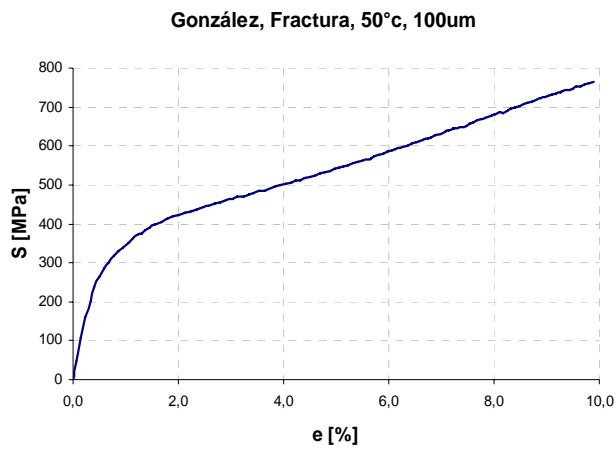


Gráfico N° 33

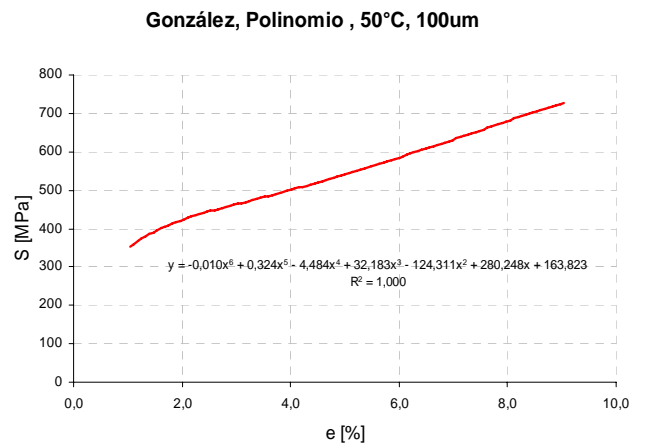


Gráfico N° 34

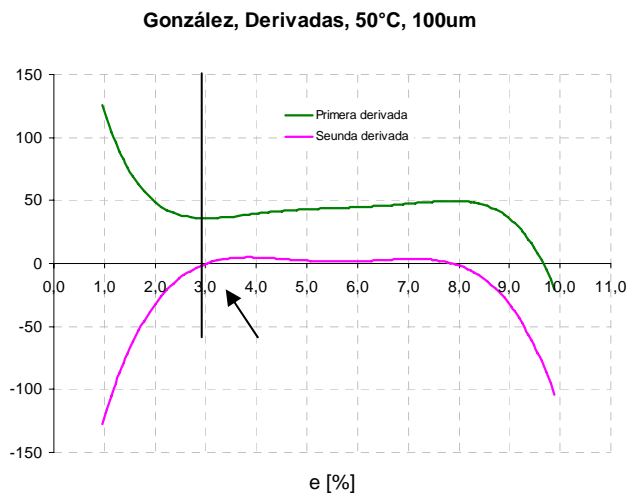


Gráfico N° 35

En el Gráfico N°35, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 3.1%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico, para el ensayo de la probeta a 50°C y con tamaño de grano 100um.

5.2.3. Resultados de los datos Marco Marivil

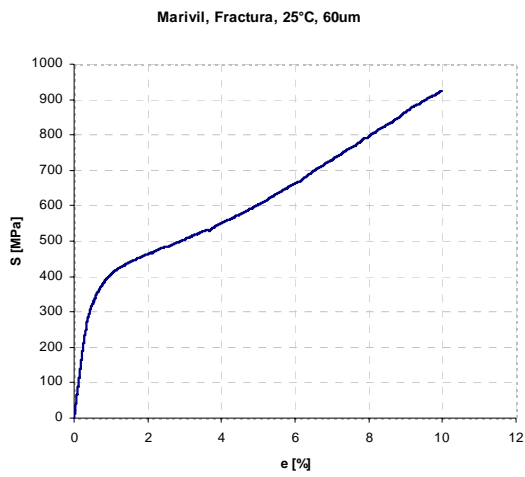


Gráfico N° 36

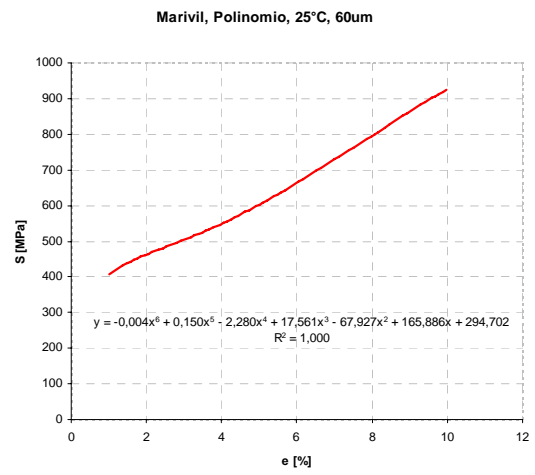


Gráfico N° 37

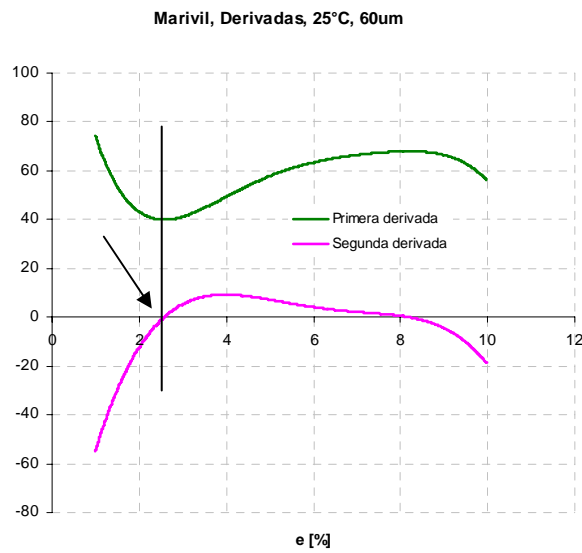


Gráfico N° 38

En el **Gráfico N°38**, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 2.5%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico, para el ensayo de la probeta a 25°C y con tamaño de grano 60um.

Marivil, Fractura, 25°C, 115um

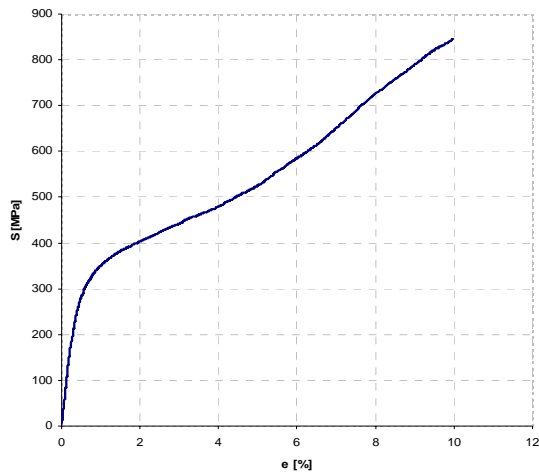


Gráfico N° 39

Marivil, Fractura, 25°C, 115um

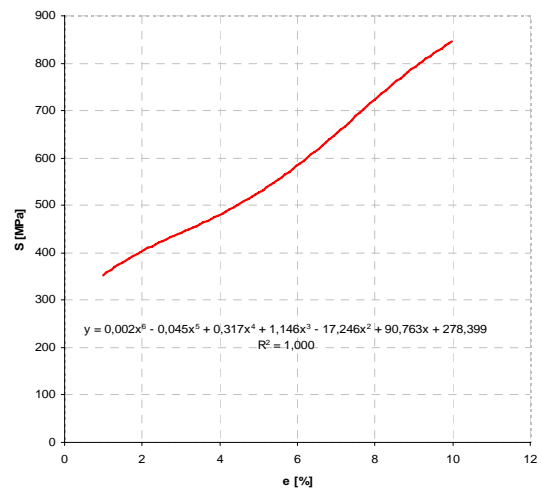


Gráfico N° 40

Marivil, Derivadas, 25°C, 115um

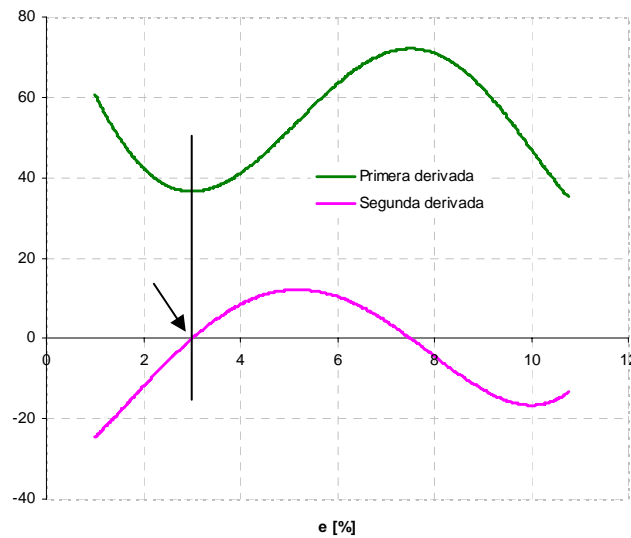


Gráfico N° 41

En el Gráfico N°41, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 3.0%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico, para el ensayo de la probeta a 25°C y con tamaño de grano 115um

Marivil, Fractura, 50°C, 60um

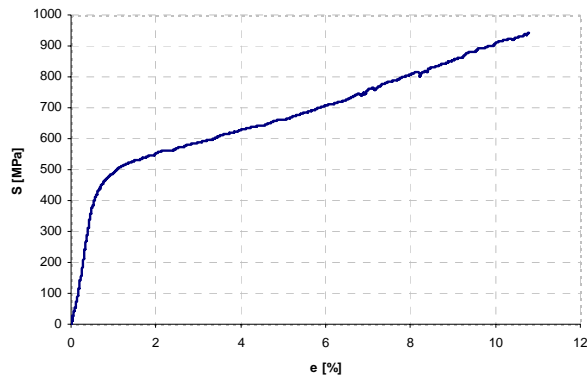


Gráfico N° 42

Marivil, Polinomio, 50°C, 60um

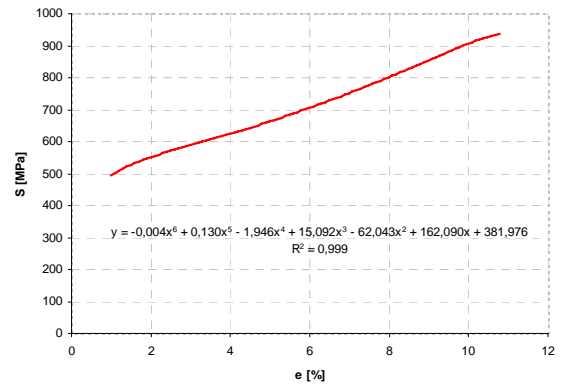


Gráfico N° 43

Marivil, Derivadas, 50°C, 60um

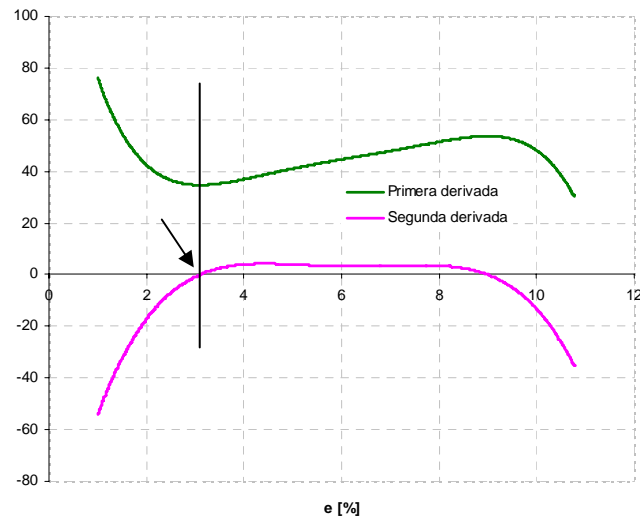


Gráfico N° 44

En el Gráfico N°44, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 3.1%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico, para el ensayo de la probeta a 50°C y con tamaño de grano 60um.

Marivil, Fractura, 50°C, 100um

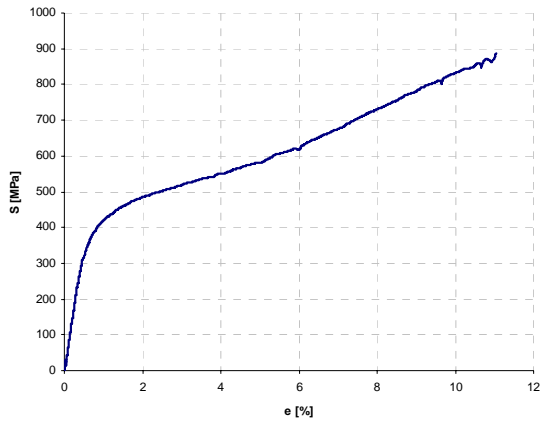


Gráfico N° 45

Marivil, Polinomio, 50°C, 100um

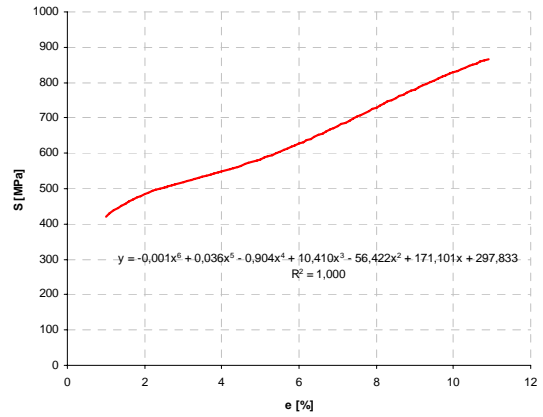


Gráfico N° 46

Marivil, Derivadas, 50°C, 100um

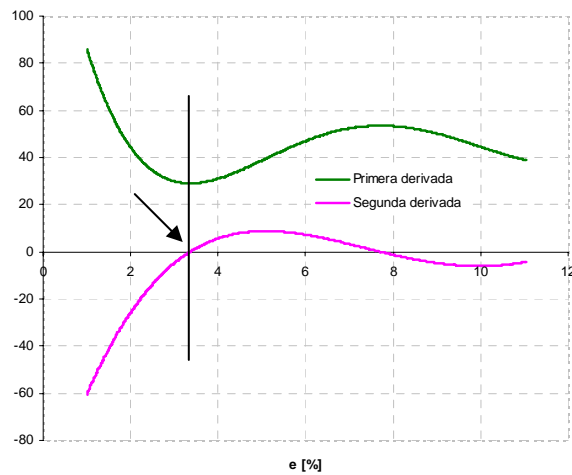


Gráfico N° 47

En el Gráfico N°47, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es el punto 3.36%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico para el ensayo de la probeta a 50°C y con tamaño de grano 100um

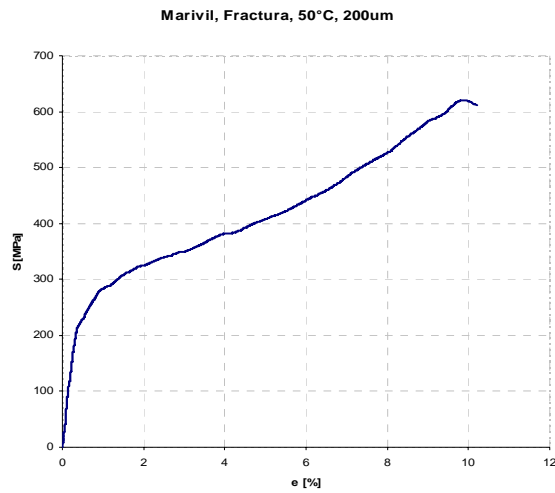


Gráfico N° 48

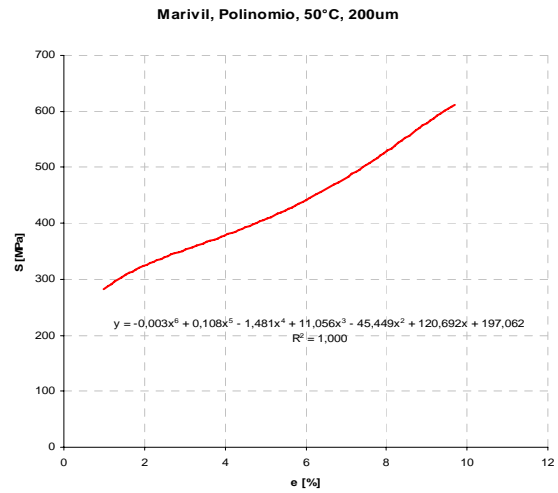


Gráfico N° 49

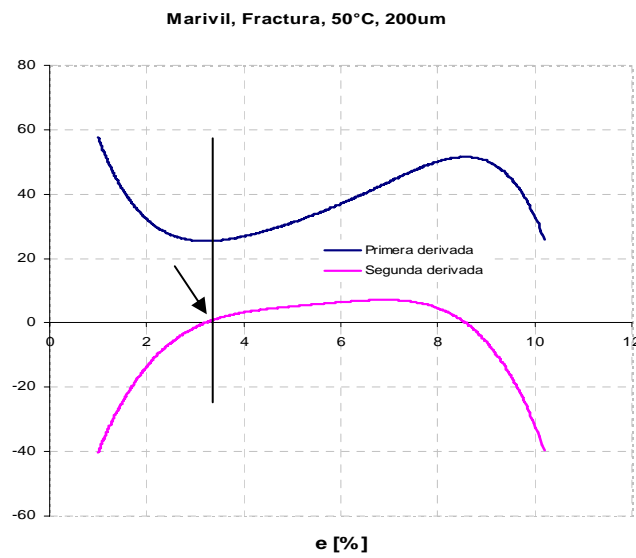


Gráfico N° 50

En el **Gráfico N°50**, se aprecia que el primer cero en la curva de la segunda derivada es de 3.2%, el cual según el procedimiento es el límite superelástico para el ensayo de la probeta a 50°C y con tamaño de grano 200um

5.2.4. Resultados de los datos de Rodrigo Araya

Las probetas de fracturas de este estudio son las mismas que las de Giovanni González, por lo que arrojaran los mismos resultados, las cuales ya fueron analizadas.

5.2.5. Trabajo actual

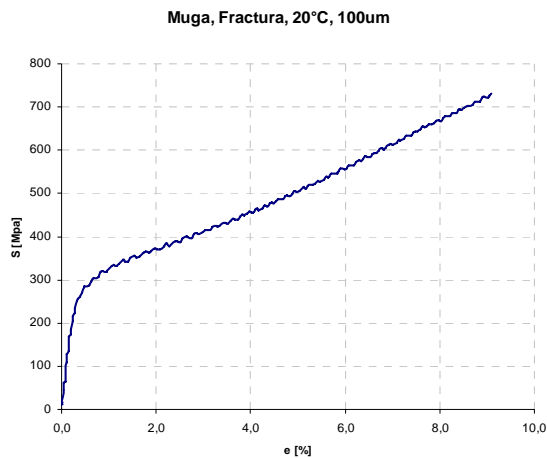


Gráfico N° 51

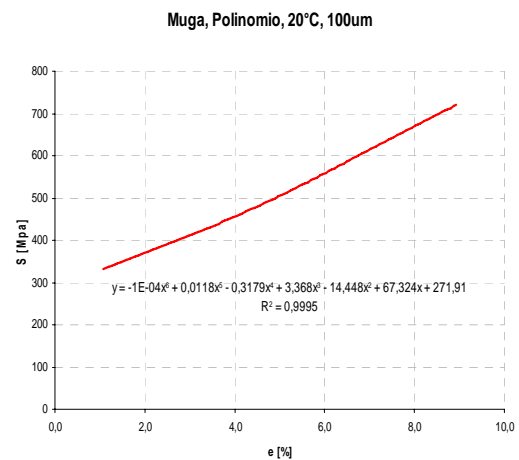


Gráfico N° 52

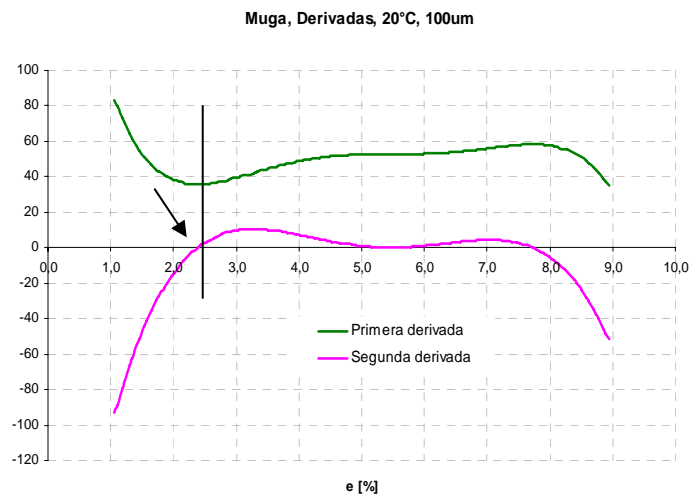


Gráfico N° 53

Para este caso el límite superelástico es de 2.4%, con parámetros de 100um y temperatura 20°C.

Este resultado es comparable con el análisis de **Montecinos-Sepúlveda** realizado para su ensayo cíclico y del cual no se tienen disponibles datos fidedignos.

5.2.6. Tabla resumen de resultados

Datos	Aleación	Probeta	Temperatura	tamaño grano	Limite superelástico Cíclico	Limite superelástico Fractura	Se cumple	Error
			[°C]	[um]	[%]	[%]		
Marivil	Cu-11.8%pAl-0.5%pBe	Alambre	25	60	> 2,2	2,5	SI	-
				115	> 2,2	3,0	SI	-
			50	60	> 2,2	3,1	SI	-
				100	> 2,2	3,4	SI	-
González	Cu-11.8%pAl-0.5%pBe	Barra, 3mm día	20	100	2,4 - 2,7	2,8	NO	5%
			50		2,8 - 3,1	3,0	SI	-
Muga	Cu-11,8%pAl-0,5%pBe	Barra, 3mm día	20	100	< 6	2,3	Si	-
Montecinos Sepúlveda	Cu-11,8%pAl-0,5%pBe	Barra, 3mm día	20	?	2,3-2,6	*2,4	SI	-
Araya	Cu-11,8%pAl-0,5%pBe	Barra, 3mm día	20	100	2,8	2,8	SI	-
			50		3,1	3,0	NO	5%

Tabla N° 15

Resultado comparativos del calculo del limite superelástico

* este resultado es indirecto, se obtuvo a partir del análisis de la curva de fractura de del actual trabajo

? de los datos de Montecinos-Sepúlveda, no se tiene claro si es correcto el tamaño de grano de 400um. Descrito en su trabajo.

5.2.7. Conclusiones

- Metodología

Se estableció y válido una metodología para estimar el límite superelástico en las aleaciones CuAlBe. Metodología que consistió en la aproximación de un polinomio a un tramo de la curva de tracción y el análisis posterior obteniendo la primera y segunda derivada del polinomio.

En la [Tabla N°15](#) comparativa se ve que el método estuvo de acorde en la mayoría de los casos estudiados, a excepción de dos, pero con un error menor al 5%, que se pueden deber a errores experimentales o metodológicos.

Así se establece un procedimiento para determinar el límite superelástico a partir de la curva de tracción a la fractura, complementando el análisis por deformación remanente en ensayos cíclicos continuos.

En estudios futuros del CuAlBe se puede hacer una estimación del límite superelástico a través del procedimiento presentado, para realizar un ensayo cíclico teniendo claro cuales serán los rangos de deformación en los que se pasara a tener deformación remante.

- Relación del Límite superelástico con el tamaño de grano y temperatura.

Por los resultados se puede sostener inicialmente, que existe una tendencia al aumento del rango [%] de superelasticidad cuando se aumenta el tamaño de grano de las probetas como cuando se aumenta la temperatura del ensayo

- Interpretación de la Derivadas

Primera derivada

Se puede ver que la primera derivada del polinomio, en la aproximación de la curva de tracción, es un indicador de cómo varía la pendiente durante el ensayo, este concepto está asociado a la constante de rigidez de la probeta, así de esta forma en la zona elástica, la rigidez (la pendiente o primera derivada) desciende hasta llegar a un mínimo.

Este mínimo puede ser vinculado con el límite superelástico, ya que aumentos de la rigidez están vinculados con un cambio del largo natural de la probeta o sea de la aparición de deformación remanente.

Segunda derivada

Es un indicador de cuando la primera derivada encuentra su primer mínimo (cuando la segunda derivada toma valor “cero”), de esta manera se puede determinar de forma precisa el valor del límite superelástico.

- Trabajo Futuro

Este procedimiento de aproximación y derivadas del polinomio de la curva de tracción a la fractura se podría llevar a otros materiales superelásticos como CuZnAl, En el presente trabajo se intento realizar esto, pero los datos que se disponían no eran lo suficientemente consistentes.

Recaudar nuevos datos para una gama mas amplia de temperaturas y tamaños de granos como también de materiales de distinta composición, para elaborar un diagrama que refleje como varia el limite superelástico al variar estos parámetros.

5.3. Resultado microestructura

A continuación se presentan metalografías obtenidas en los diferentes ensayos, fotografías tomadas por el microscopio óptico.

5.3.1. Caso 1

Superelástico

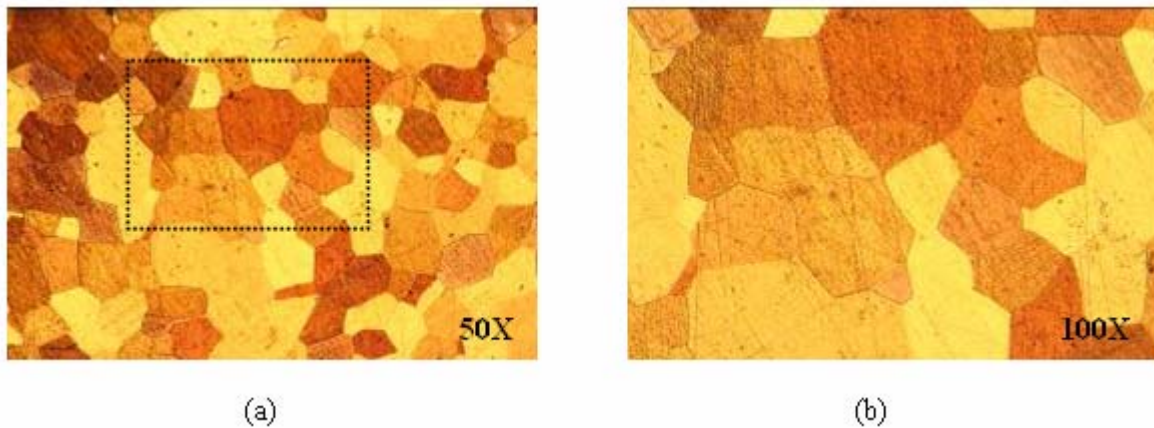


Fig. N° 42

Metalografía, caso 1, superelástico, microscopio óptico (a) 50X, (b) 100X

5.3.2. Caso 2

Esfuerzo 550 MPa

Deformación 6%

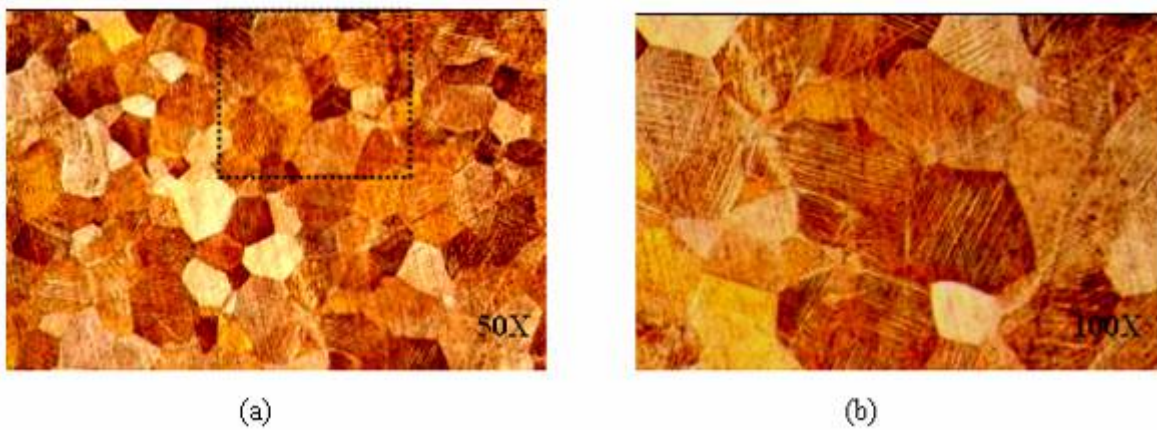


Fig. N° 43

Metalografía, caso 2, 550MPa, 6% deformación, microscopio óptico (a) 50X, (b) 100X

5.3.3. Caso 3

Esfuerzo 700 MPa

Deformación 9%

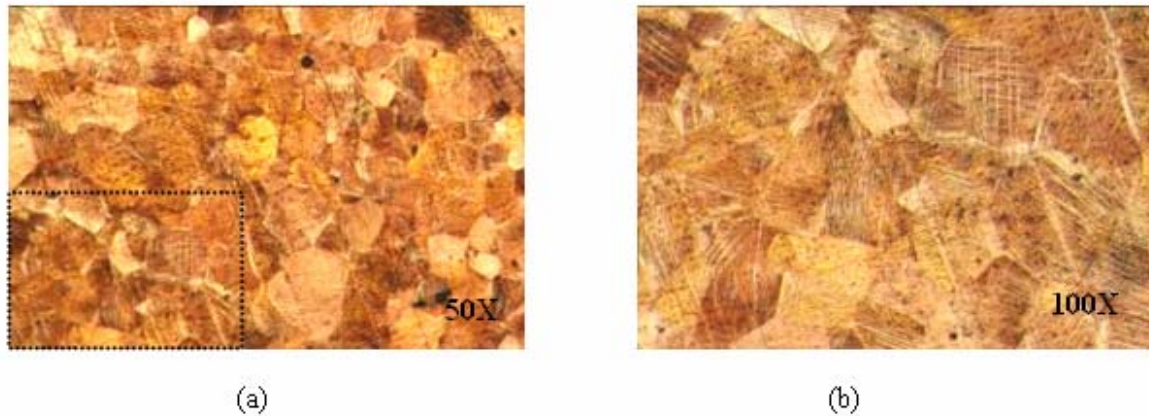


Fig. N° 44

Metalografía, caso 3, 700MPa, 9% deformación, microscopio óptico (a) 50X, (b) 100X

5.3.4. Caso 4

Fractura

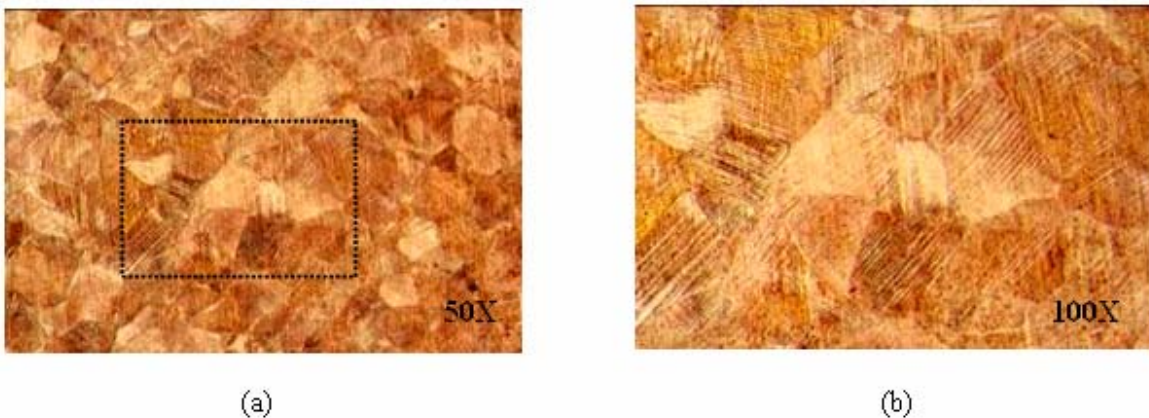


Fig. N° 45

Metalografía, caso 4, Fractura, microscopio óptico (a) 50X, (b) 100X

Se ve claramente que para el primer caso no se ven agujas de martensita, como era de esperarse ya que en este ensayo no se supero el limite superelástico. En cambio para el resto de los casos, si se ven agujas de martensita retenida. Es un poco más difícil de ver, pero se observa un aumento en la cantidad de agujas por grano a medida que se aumenta la deformación.

5.4. Fracción volumétrica Austenita - Martensita

Para estimar la fracción de volumen de los constituyentes microestructurales se utiliza el conteo de puntos (ASTM E562), la cual es una de las técnicas más simples y útiles. Aún cuando se puede emplear otros procedimientos, el conteo de puntos es el más eficiente.

Para efectuar esta prueba se emplea una rejilla transparente con un número de puntos sistemáticamente (usualmente se emplean cruzados, donde el “punto” es la intersección de los brazos) espaciados, típicamente de 9, 16, 25, 49, 64 y 100, que se coloca sobre una micrografía y en una pantalla de proyección o insertada como una retícula en el ocular. Se cuenta el número de puntos que yacen a lo largo de la fase o constituyente de interés y se divide por el número total de puntos de la rejilla. El número de puntos que yacen sobre una frontera, límite o contorno se cuenta como medio punto.

La fracción punto PP está dada por:

$$PP = Pa / PT$$

Donde Pa es el número de puntos de la rejilla que yacen o descansan dentro de la partícula, figura o forma de interés, más la mitad del número de puntos de la rejilla que descansan en los límites, bordes o frontera de la partícula y PT es el número total de puntos de la rejilla. Los estudios han mostrado que la fracción punto es igual a la fracción área AA y a la fracción volumen VV de las partículas de la segunda fase.

A continuación se presentan los resultados para los distintos casos en estudio, siendo:

Pa = Aciertos de puntos de la rejilla en agujas de martensita

PT = Cantidad total de puntos en la rejilla (72 puntos)

5.4.1. Caso 2

Pa = 16

Entonces PP = 0.23



Fig. N° 46

Metalografía con malla, caso 2,100X

5.4.2. Caso 3

Pa = 26

Entonces PP = 0.36

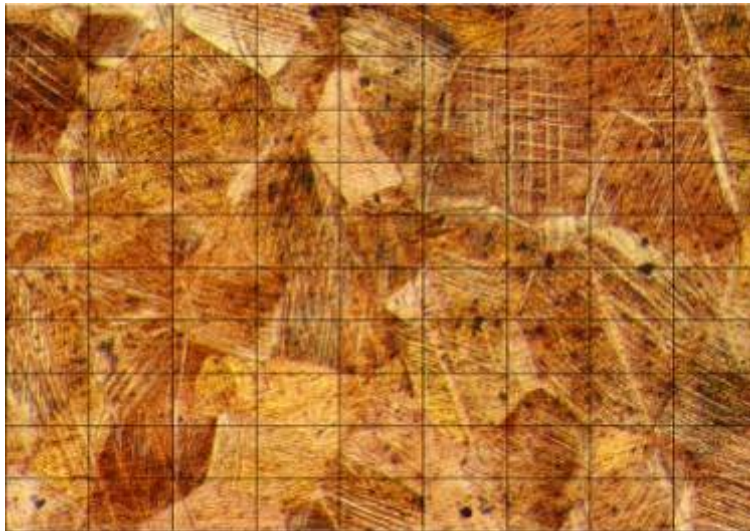


Fig. N° 47

Metalografía con malla, caso 3,100X

5.4.2. Caso 4

Pa = 31

Entonces PP = 0.43

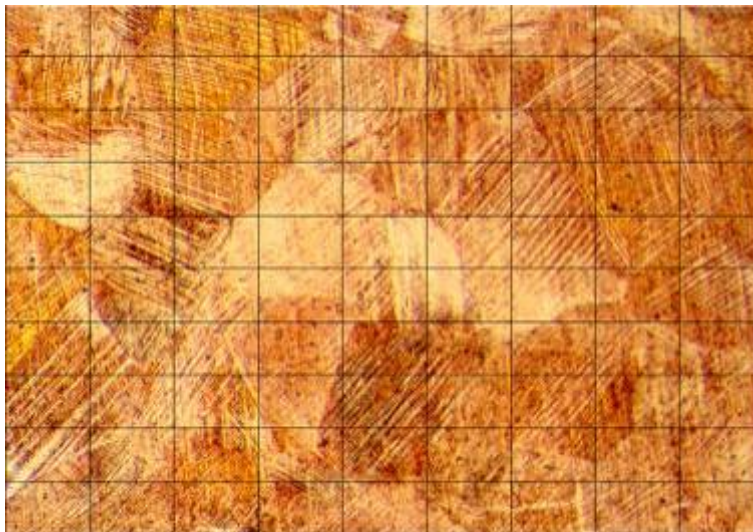


Fig. N° 48

Metalografía con malla, caso 4, Fractura,100X

En la **Tabla N°16** se puede ver que existe un aumento de la presencia martensita a medida que se aumenta la deformación, lo que a simple vista era difícil de constatar. Esta martensita es denominada martensita remanente.

Casos	Deformación	Aciertos Pa	Total puntos PT	Fracción volumen martensita %PP
1	0.23%	0	72	0%
2	6%	16	72	22%
3	9%	26	72	36%
4	10%	31	72	43%

Tabla N° 16

Resumen de resultados de la fracción de volumen de martensita

5.5. Fractografía

Fractografía es el tipo de examen donde se observa la superficie de fractura a grandes aumentos, en un microscopio electrónico, este examen se realizó para el caso n°4, que corresponde a la probeta FM01, la cual fue llevada a la fractura.

A continuación se muestran las fractografías obtenidas del ensayo de fractura, caso 4, por el microscopio electrónico.

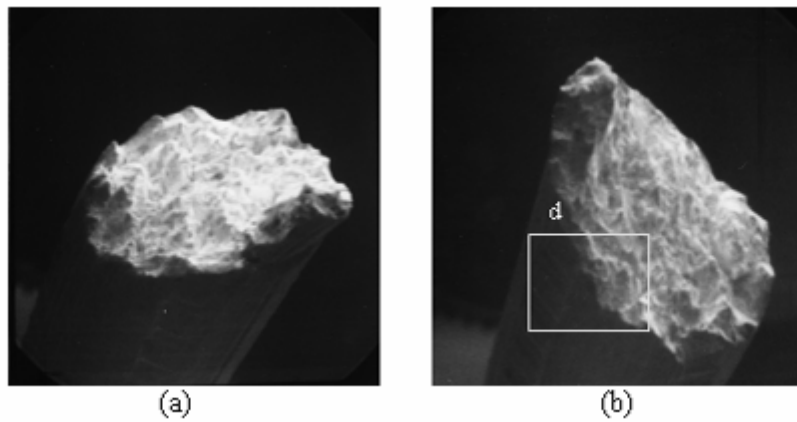


Fig. N° 49

Fractografía, caso 4, Fractura, microscopio electrónico (a) y (b) mayor aumento en distintos perfiles

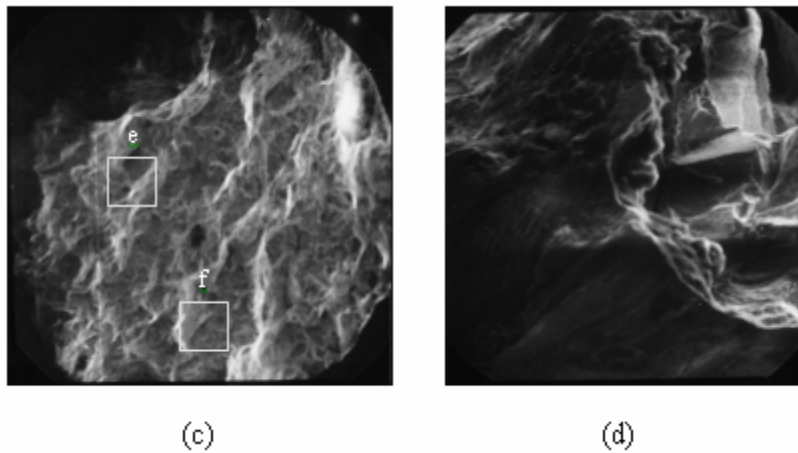


Fig. N° 50

Fractografía, caso 4, Fractura, microscopio electrónico, aumento 50 (c) frontal, (d) perfil lateral

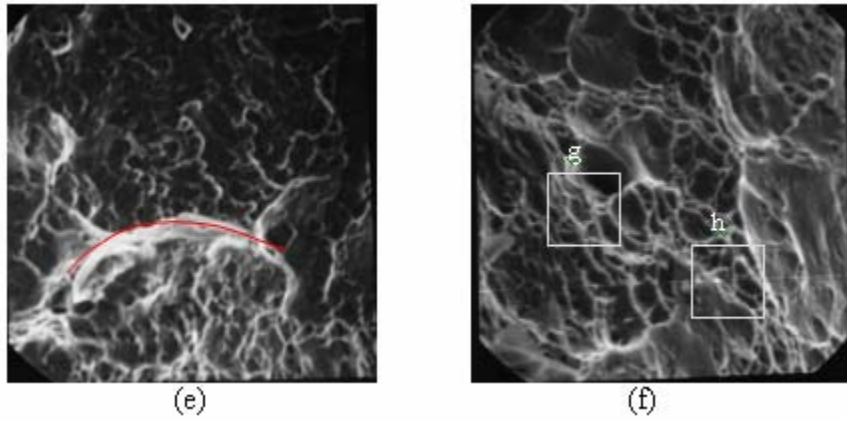


Fig. N° 51

Fractografía, caso 4, Fractura, microscopio electrónico, aumento 100

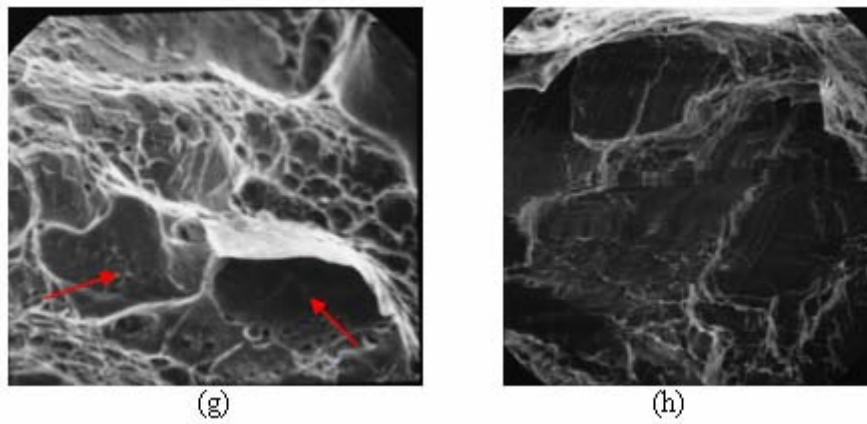


Fig. N° 52

Fractografía, caso 4, Fractura, microscopio electrónico, aumento 500

5.5.1 Conclusiones

La aleación presenta preferentemente fracturas transgranular, pero también algunas zonas de fracturas en los bordes de grano. Dentro de las zonas de fractura transgranular es por fractura dúctil y frágil (fractura mixta).

5.6. Resultados HRTEM

5.6.1. Análisis en la preparación de las muestras

Las muestras preparadas inicialmente mediante electropólido presentaron una capa amorfa superficial la cual, mediante un análisis químico en su oportunidad, se demostró que se trataba de óxido. Esta se formó probablemente durante el electropólido mismo o bien durante el tiempo de espera entre la preparación y el momento de la observación de la muestra.

En las Fig. N°53a y Fig. N°53b se aprecian manchas negras de óxido sobre lo que debiese ser la fase de austenita. Estas manchas de óxido impedían obtener patrones de difracción limpios, ver Fig. N°54b, e imágenes de alta resolución de la fase austenita. En cambio, la fase de martensita no fue afectada de forma importante, por lo cual se obtuvo un patrón de difracción, Fig. N°54a; también por lo mismo fue posible apreciar maclas en su interior, ver Fig. N°53b.

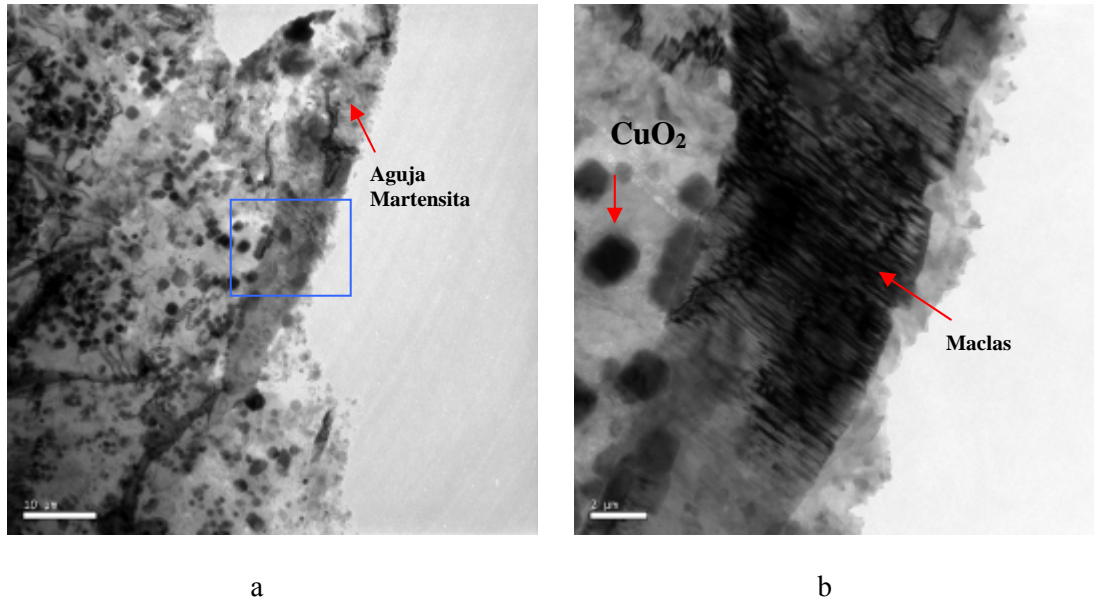


Fig. N° 53

Caso 2, 6% deformación.. a) Aguja de martensita dentro de una zona oxidada, b) aumento del recuadro azul de la figura 53a en donde se destaca oxidación CuO₂ y la presencia de maclas

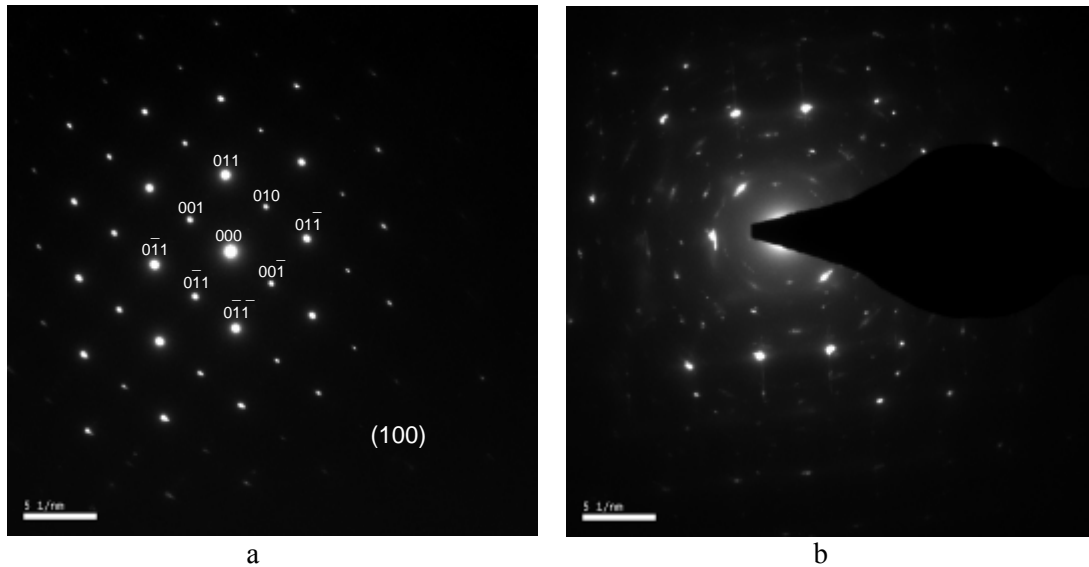


Fig. N° 54

a) patrón de difracción de la fase martensita eje de zona (100). b) patrón de difracción de la austenita

Probablemente el ataque químico adoptado en el electropúlido generaba una superficie amorfa en las muestras de CuAlBe. Una forma de mejora consistió en emplear un segundo procedimiento, consistente en un pulido iónico adicional (20 min) posterior al electropúlido; también se minimizó el tiempo entre el fin de la preparación y el inicio de la observación. Como se verá, aún se tenía algo de amorfo superficial que limitaba la calidad de las observaciones. Finalmente se aplicó un tercer procedimiento, que resultó ser adecuado para lograr una muestra limpia, y el cual se recomienda para preparaciones futuras: pulido iónico, solamente, durante 9 h.

En las Fig. N°55a y Fig. N°55b se aprecian, como resultado del segundo procedimiento, los que podrían ser distintos niveles de amorfo mezclados con la fase de austenita. Allí se observan franjas cuya interpretación es compleja, sabiendo que existen capas de material amorfo en la superficie.

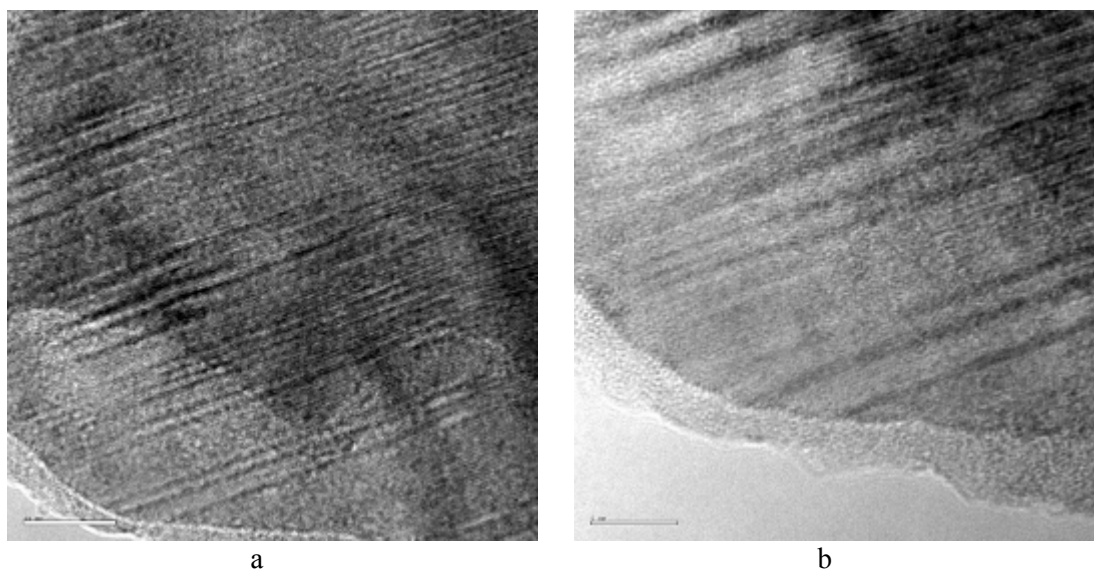


Fig. N° 55

Muestra virgen , caso 1. a) fase austenítica con distintos niveles de amorfo, b) aumento de figura a

5.6.2. Muestra virgen.

5.6.2.1. Muestra virgen con envejecimiento, preparada mediante electropulido más pulido iónico

En esta muestra se observó en su mayoría fase austenita, aunque existían ocasionales agujas de martensita consideradas artefactos producto de la preparación de la muestra. En la [Fig. N°56](#) se muestra una aguja de martensita, la cual es la zona más oscura y la fase austenita en la zona más clara.

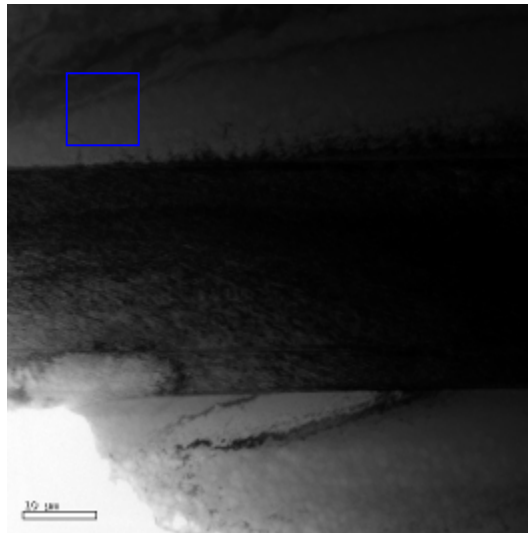
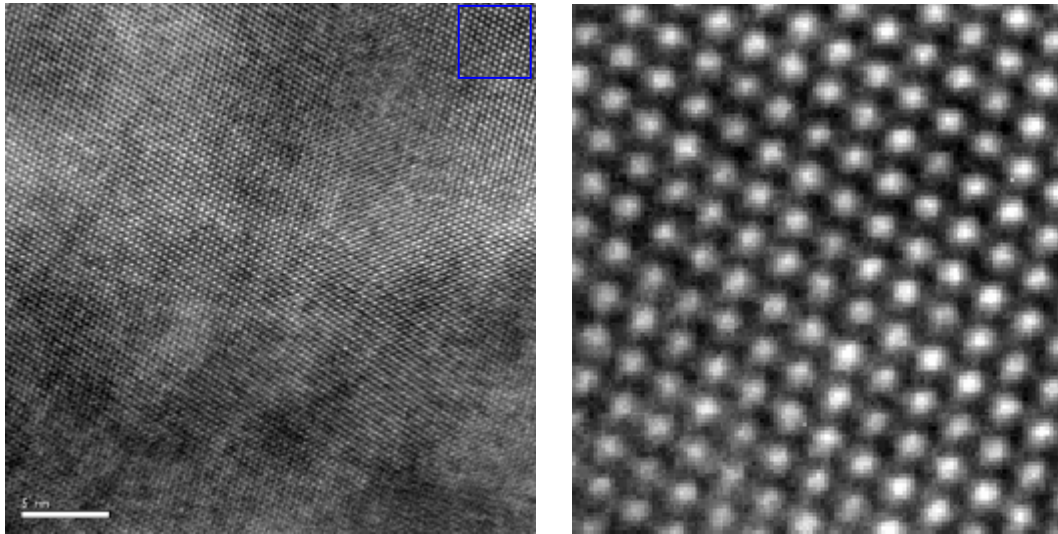


Fig. N° 56

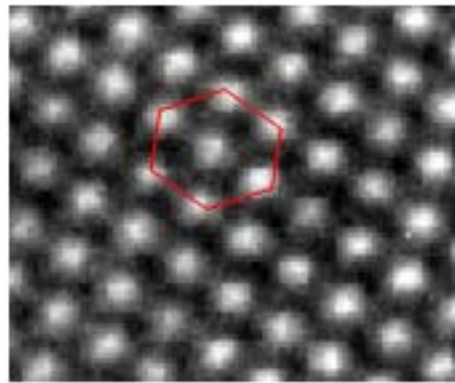
Muestra virgen , caso 1. aguja de martensita, recuadro azul en austenita

De una zona de austenita marcada con un recuadro azul , [Fig. N°56](#), se obtuvo imágenes de alta resolución de la austenita, ver [Fig. N°57](#). Esta última corresponde a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) observada según el eje de zona (111), según se determinó del patrón de difracción de la [Fig. N°58](#).



a

b



c

Fig. N° 57

a) Resolución atómica de la interfase Austenita - Martensita de una muestra virgen con envejecimiento preparada con electropulido mas un desgaste adicional con rebaje iónico. b) ampliación de la resolución atómica de la austenita. C) En rojo estructura de cristalina BCC vista del plano (111)

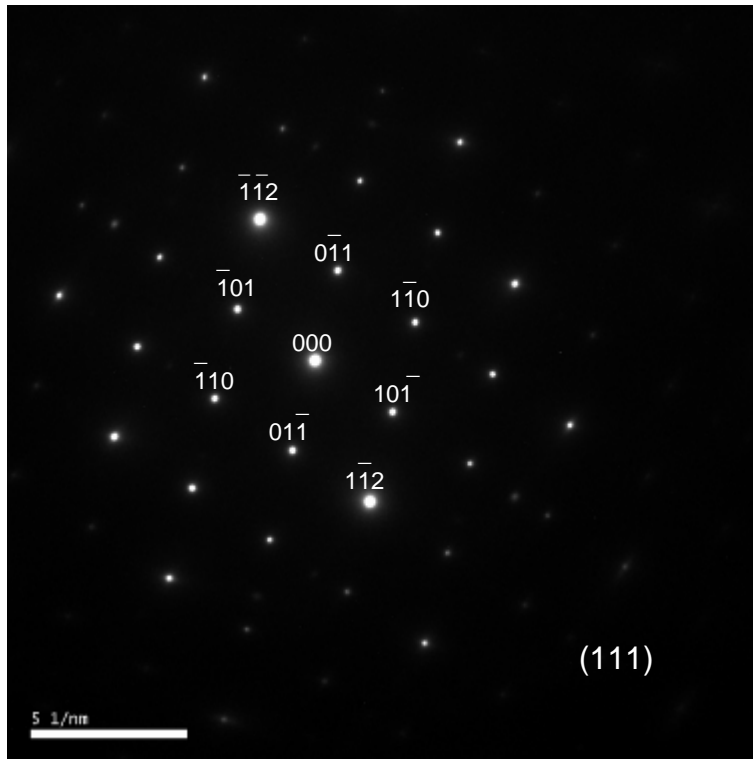


Fig. N° 58

Muestra virgen, patrón de difracción de la fase austenita.

5.6.2.2. Muestra virgen sin envejecimiento, preparada mediante pólido iónico.

En esta muestra se encontraron extensas zonas delgadas aptas para su observación, ver [Fig. N°59](#). Estas zonas aparecían como monofásicas, muy probablemente austeníticas, y libres de dislocaciones.

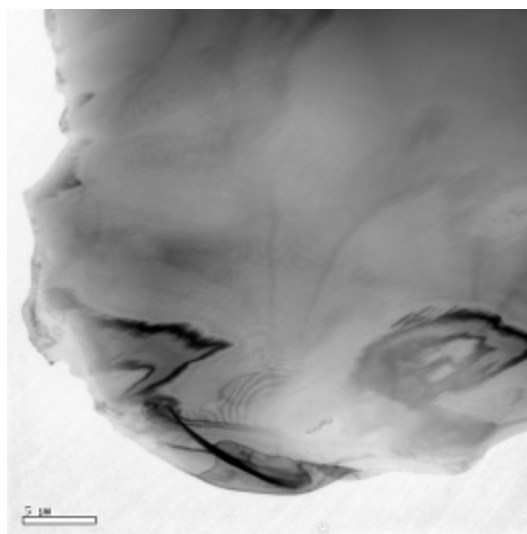


Fig. N° 59

Muestra virgen., fase austenítica

El patrón de difracción asociado a la [Fig. N°59](#) se presenta en la [Fig. N°60](#). Se observa una distribución cuadrada de manchas de difracción, corresponde a un patrón de un cristal BCC con un eje de zona (100). También allí se observan manchas de difracción más débiles alargadas, las cuales debiesen defectos de la austenita.

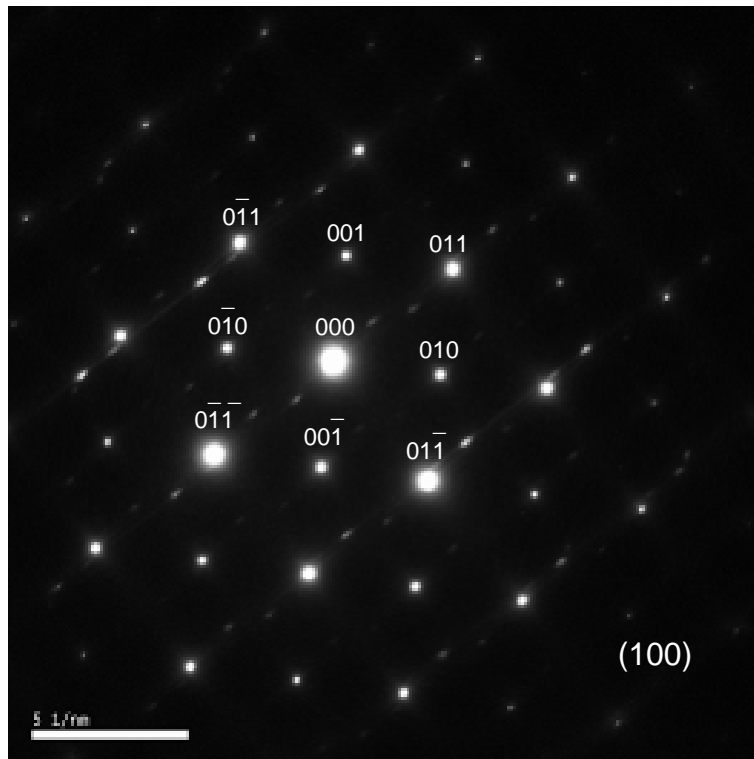


Fig. N° 60

Muestra virgen., patrón de difracción austenita.

En una zona distinta de la anterior se observaron, al igual que en la [Fig. N°55](#), zonas de franjas paralelas, ver [Fig. N°61](#). Un trabajo a futuro es determinar a qué corresponden estas franjas y si tienen alguna relación con la transformación martensítica.

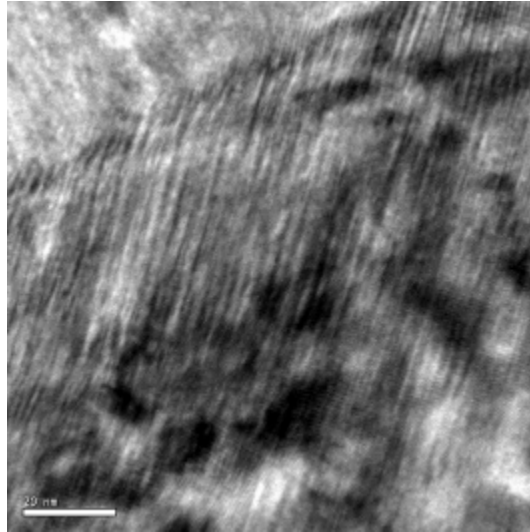


Fig. N° 61

Muestra virgen., franjas en austenita

5.6.2.3. Conclusiones

En las probetas vírgenes se obtuvo imágenes de alta resolución y diagramas de difracción propios de una estructura BCC. Lo anterior es concordante con la presencia de la esperada fase austenítica.

En esa fase no se observaron dislocaciones. Ocasionalmente se observaron finas agujas de martensita, las que deben corresponder a artefactos de la preparación de la muestra. También en las imágenes de la austenita se observaron franjas oscuras paralelas, en tanto que en los diagramas de difracción se observaron unas manchas alargadas no correspondientes a una fase BCC. Estos son puntos a revisar en una futura investigación.

5.6.3. Muestras con deformación

5.6.3.1. Muestra de probeta llevada al 6% deformación (Caso 2).

Esta muestra con envejecimiento fue preparada mediante electropulido más desgaste iónico. Se observó fase austenítica y martensita marcadamente, ver [Fig. N°62](#). Esa martensita debe corresponder a martensita remanente.

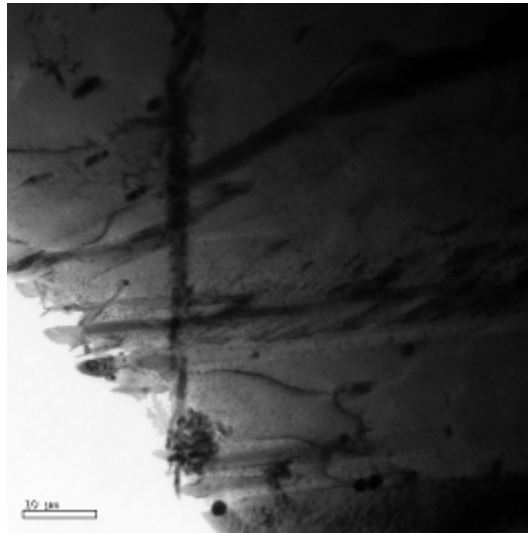
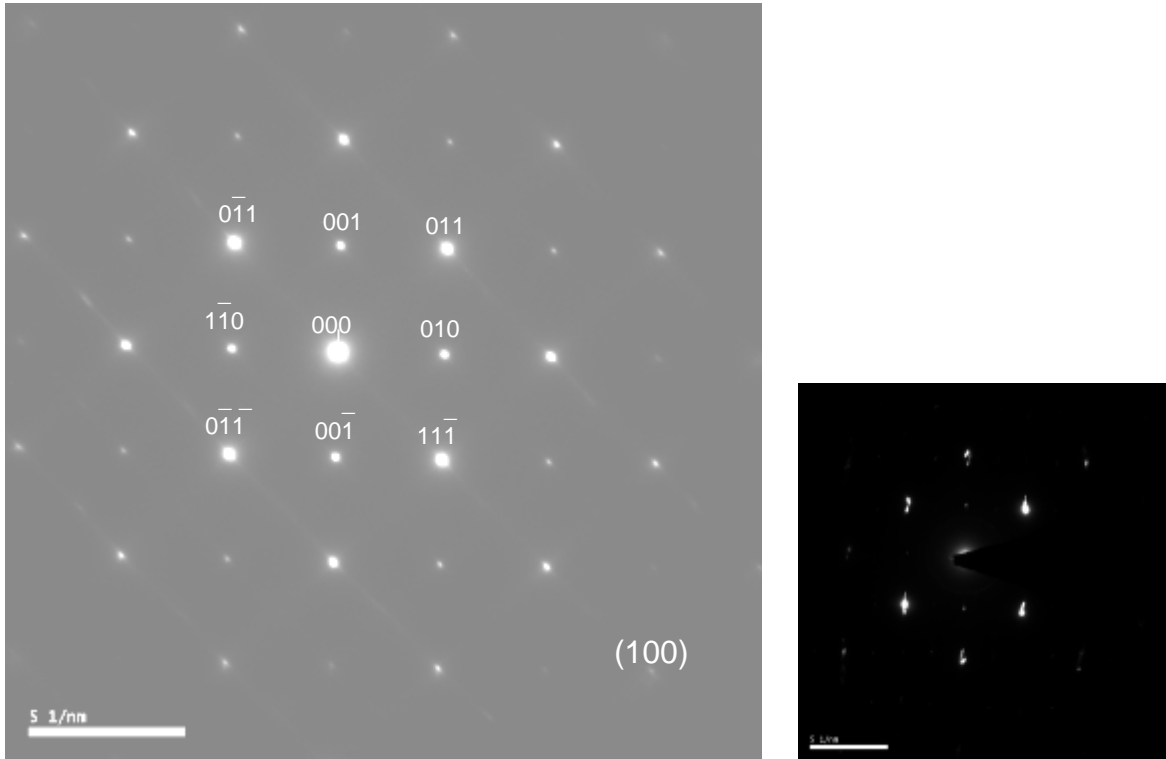


Fig. N° 62

Muestra 6% deformación, caso2. Austenita y agujas de martensita

En la [Fig. N°63](#) se ven dos patrones de difracción de la imagen anterior. La [Fig. N°63a](#) corresponde a austenita según el eje de zona (100), en tanto que la [Fig. N°63b](#) corresponde a martensita vecina (sin cambiar la orientación del haz).



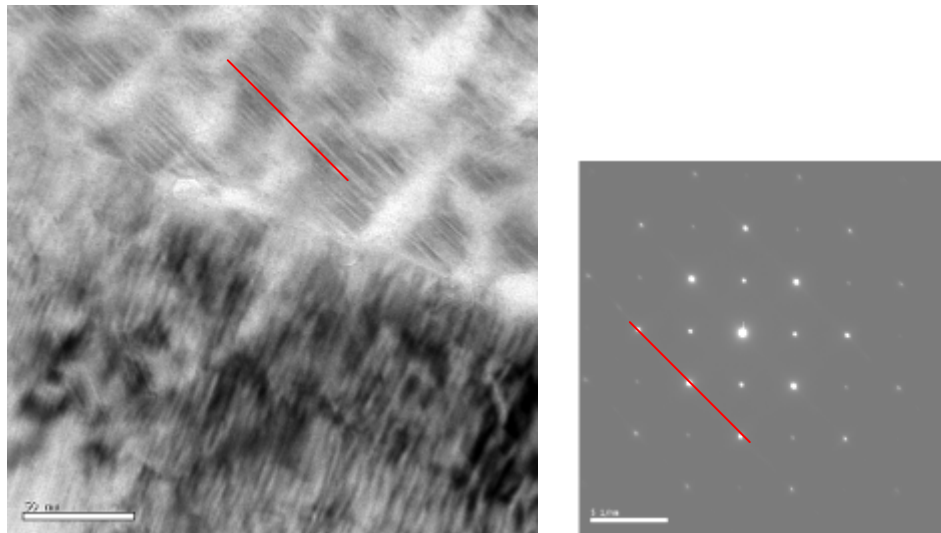
a

Fig. N° 63

b

a) Patrón de difracción austenita eje de zona (100). b) Patrón de difracción de la martensita

En esta muestra se observaron, ver Fig. N°64, franjas paralelas en la austenita (parte superior de la figura), similar a lo aparecido en la muestra virgen (Fig. N°60), y fallas de apilamiento en la martensita (parte inferior de la figura).



a

Fig. N° 64

b

a) Interfase austenita-martensita, línea roja representa orientación de los defectos b) El mismo patrón de difracción que en la 63a, línea roja señala manchas alargadas.

La Fig. 64b corresponde al mismo diagrama de la Fig. 63a. Las rayas rojas de las Fig. N°64a y Fig. N°64b muestran que las franjas paralelas de la estructura austenítica son paralelas con la dirección de alargamiento de las manchas secundarias de difracción.

5.6.3.2. Muestra de probeta envejecida llevada a la fractura (Caso 4).

Esta muestra proviene de la zona deformada homogéneamente de la probeta de fractura. Se observó claramente las fases de austenita y martensita, ver Fig. N°65. Particularmente, en el recuadro de la Fig. N°65d hay una aguja de martensita, inclinada según el puntero horario de las 5AM. En la zona de austenita de la Fig. N°65d se aprecian algunas dislocaciones apareadas; ellas deben corresponder a dislocaciones de superred en una matriz que es una solución sólida ordenada.

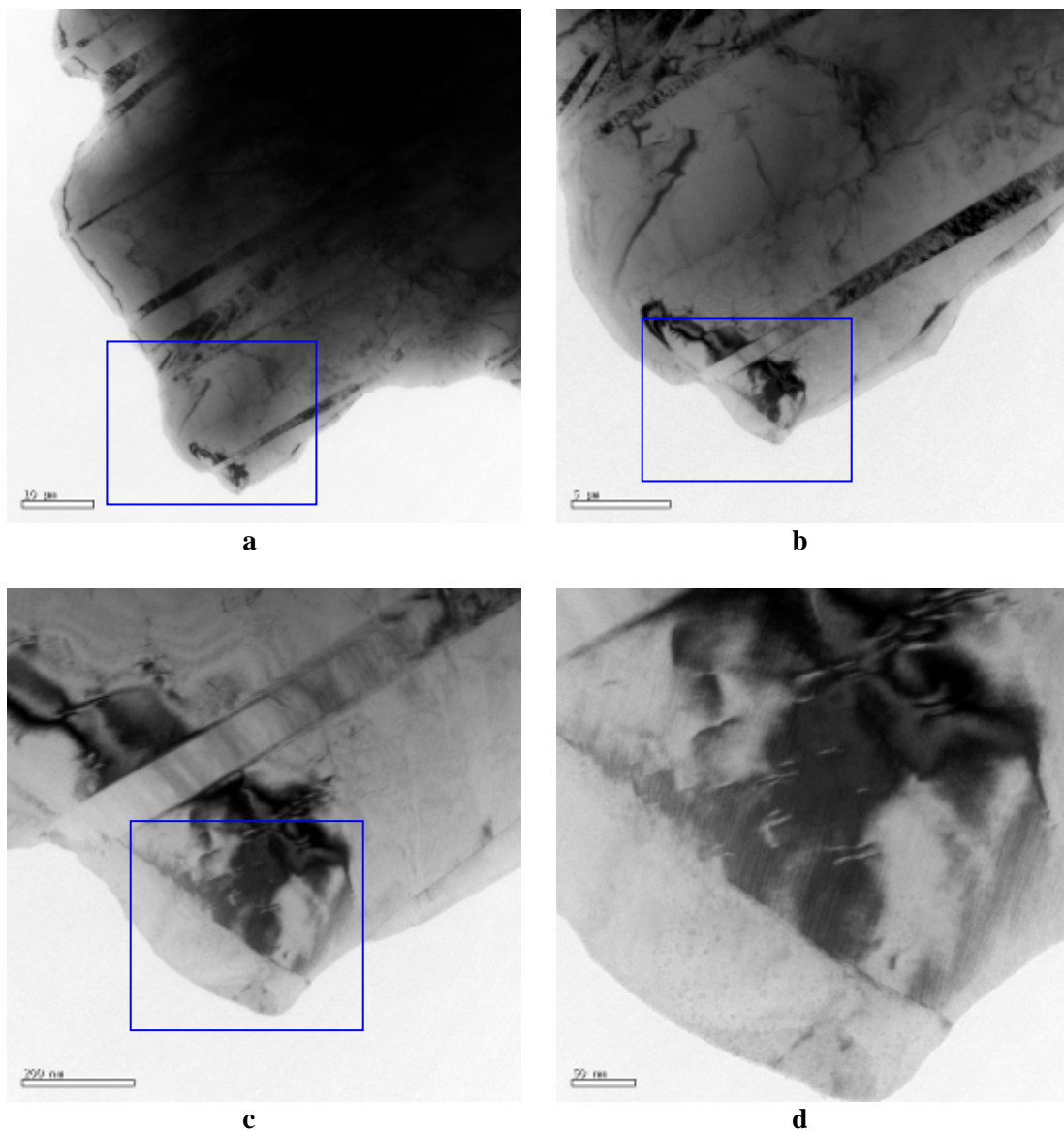


Fig. N° 65

Muestra fractura, caso 4. Recuadros azules representas zonas tomadas para su ampliación

En otra región de la misma muestra, se observaron franjas paralelas en la fase austenítica y fallas de apilamiento en la aguja de martensita, ver Fig. N°66. También se observa un engrosamiento del límite de la interfase, esto se explicaría por la inclinación del plano de interfase.

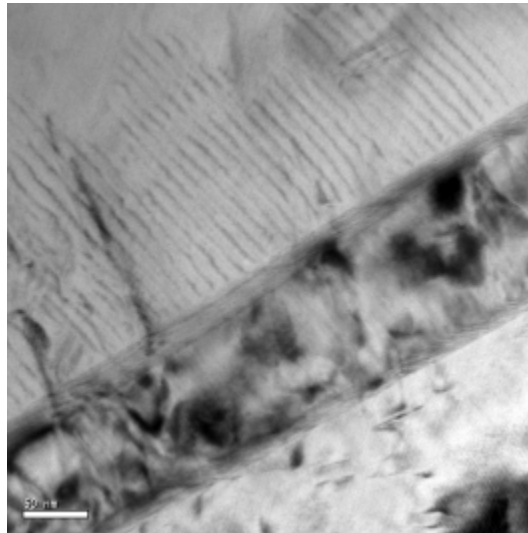


Fig. N° 66

Interfase austenita-martensita

En la Fig. N°67 aparecen lo que posiblemente serían dislocaciones apareadas las cuales se conocen como dislocaciones de superred (superlattice dislocations, Ref. N°18), las cuales son comunes en estructuras sólidas ordenada. Esto es congruente con lo se conocía teóricamente de la fase austenita, ya que su estructura es DO₃, la cual es una estructura ordenada BBC y sus átomos ocupan posiciones determinadas dentro de la red.

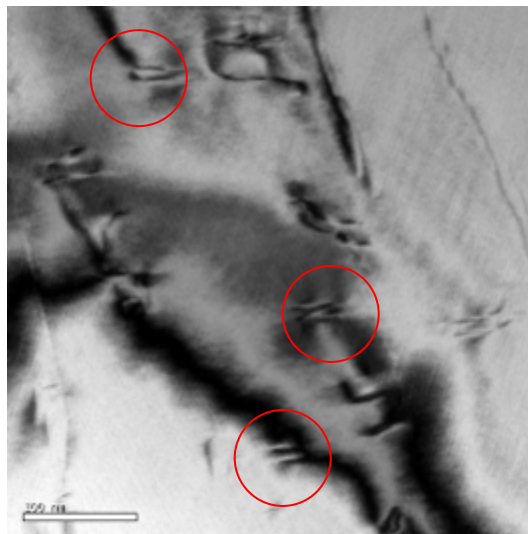


Fig. N° 67

Muestra fractura, caso 4. algunas dislocaciones apareadas encerradas en circulo de color rojo

Al examinar la muestra, se observaron agujas de martensita que desaparecían al variar el contraste del campo claro. Al inspeccionar más detenidamente las líneas de Kikuchi (Ref. N°19), se observó que al pasar de la aparente aguja de martensita a la fase de austenita, las líneas de Kikuchi no cambiaban de intensidad ni orientación, por lo que sus patrones de difracción tampoco lo harían. Con esto se desprende que la aparente aguja de martensita pertenece a la fase de austenita. Un ejemplo de lo anteriormente descrito se ve en las Fig. N°68 y Fig. N°69. Esta “martensita fantasma” en la austenita es probable que sea un vestigio de la transformación martensítica ya revertida. Estas agujas fantasmas se presentaron en gran cantidad en la zona de austenita de la muestra.

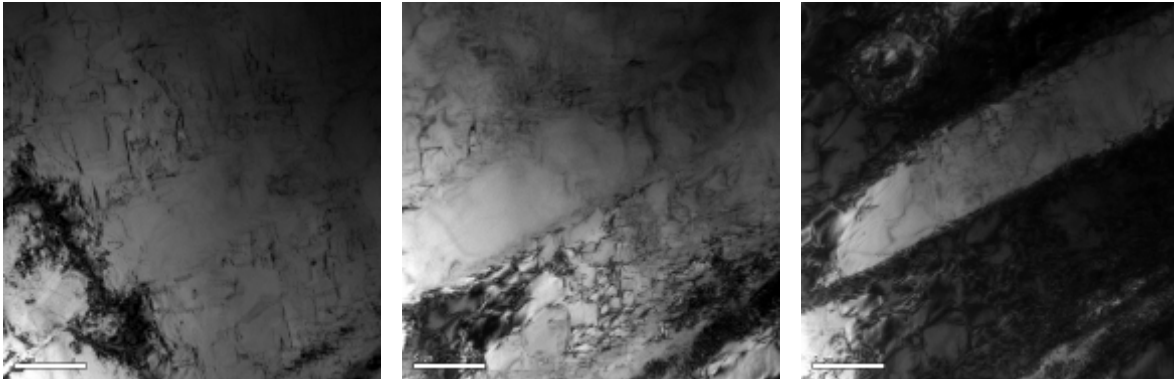


Fig. N° 68

Muestra fractura, caso 4. agujas de martensita fantasma en la austenita que aparecen al variar el contraste.

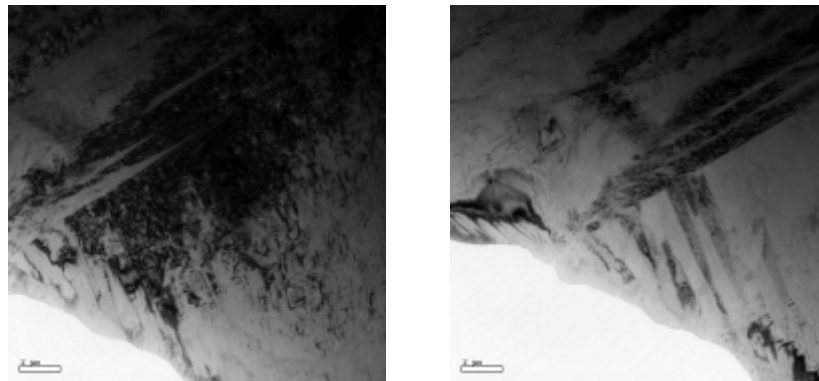


Fig. N° 69

Muestra fractura, caso 4. agujas de martensita fantasma en la austenita que aparecen al variar el contraste.

5.6.3.3. Conclusiones

En las probetas con deformación se obtuvo imágenes de alta resolución y diagramas de difracción de la austenita y martensita.

En el caso de la austenita:

Los patrones de difracción son consistentes con una estructura BCC.

Se observaron franjas paralelas, tal como en las muestras vírgenes, que corresponderían a algún tipo de defectos cristalinos. Un trabajo a futuro es determinar la procedencia e implicancia de estos defectos.

Se observaron dislocaciones de superred, las cuales son consistentes con una fase que es una solución ordenada.

Se observaron franjas gruesas que es posible que sean vestigios de placas revertidas de martensita inducida por deformación plástica, en muestras sometidas a elevadas deformaciones.

En el caso de la martensita:

Se observaron defectos que deben corresponder a maclas y/o fallas de apilamiento

6. Conclusiones

6.1. Comportamiento Mecánico

Se determinó que el material tiene un Módulo de Young de 88 GPa, un Esfuerzo de Transformación de 204 MPa, un Esfuerzo de Fractura de 802 MPa a 10.6% de deformación.

El material presenta áreas de amortiguamiento importantes más allá del Límite Superelástico, incluso mayor que las observadas en el rango post-superelástico.

Se estableció y validó una metodología para estimar el Límite Superelástico en las aleaciones CuAlBe. La metodología consistió en la aproximación de un polinomio a un tramo de la curva de tracción y en un análisis posterior obteniendo la primera y segunda derivada del polinomio.

Así se estableció un procedimiento para determinar el Límite Superelástico a partir de la curva de tracción a la fractura, complementando el análisis por deformación remanente en ensayos cíclicos con deformación creciente.

Se observó que existe una tendencia al aumento del rango [%] de superelasticidad cuando se aumenta el tamaño de grano de las probetas y cuando se aumenta la temperatura del ensayo.

6.2. Microestructura

Se observó a través de la metalografía martensita retenida, como era de esperarse en los ensayos post-superelástico, a diferencia del ensayo en el rango superelástico, en el cual no se aprecia martensita retenida.

También se puede desprender que existe un aumento en la martensita retenida por lo observado en las metalografías a medida que aumenta la deformación. Así se demostró al realizarse el mallado en las metalografías y estimar la proporción de martensita en los distintos casos.

Para el caso de la fractura, un alcance importante es que no toda la austenita está transformada en martensita retenida, esto en porcentaje es un 43% de martensita. En la fractografía del caso N°4, se observó fractura por los bordes de granos y al interior de granos, esto es, una combinación de fractura dúctil con fractura frágil.

En las observaciones TEM de las probetas vírgenes se obtuvo imágenes de alta resolución y diagramas de difracción consistente con una estructura BBC, concordante con la presencia de la esperada fase austenítica. Ocasionalmente se observaron finas agujas de martensita, las que deben corresponder a artefactos de la preparación de la muestra.

Tanto en muestras vírgenes como con deformación, se observaron franjas finas paralelas correspondientes a defectos cristalinos de la fase austenítica, en tanto que en los diagramas de difracción se observaron unas manchas alargadas (complementarias al diagrama BC) que probablemente sean producto de estos defectos.

En las probetas con deformación, se obtuvo imágenes de alta resolución y diagramas de difracción de la austenita y martensita. La martensita observada corresponde a la martensita retenida. En el caso de la austenita, los patrones de difracción son consistentes con una estructura BBC.

En la austenita de muestras deformadas se observaron dislocaciones de superred, lo cual es consistente con una fase que es una solución sólida ordenada (estructura DO₃). En la austenita se observaron franjas gruesas que es posible que sean vestigios de placas revertidas de martensita inducida por deformación, en muestras sometidas a elevadas deformaciones.

Se concluye que la elasticidad no lineal observada en el rango post-superelástico se asocia a la austenita aún presente en ese rango, la que podría transformarse por esfuerzo en martensita. Además, el mayor amortiguamiento observado en el rango post-superelástico, en relación con aquel en el rango elástico, estaría relacionado con los defectos cristalinos observados en la austenita, al requerir ellos una mayor energía para que ocurra la transformación martensítica.

Bibliografía

1. S. Montecinos, M. O. Moroni y A. Sepúlveda. "Superelastic behavior and damping capacity of Cu-Al-Be alloys".2006
2. Mauro Dolce, Donatello Cardone. "Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications. Martensite and austenite NiTi bars subjected to torsion".2006.
3. Mauro Dolce, Donatello Cardone. "Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications. Austenite NiTi wires subjected to tension".2006.
4. S. Montecinos, M. O. Moroni y A. Sepúlveda, "Grain Size and Pseudoelastic Behaviour of a CuAlBe Alloy".2006
5. Otsuka K, Wayman CM, editors. Shape memory materials. Cambridge University Press, Cambridge; 1998, p. 5-27, 97-114.
6. Athermal stabilization of Cu–Al–Be martensite due to plastic deformation and heat treatment, S. Kustov, J. Pons, E. Cesari, M. Morin c, J. Van Humbeeck, *Materials Science and Engineering A* 373 (2004) 328–338, September 2000.
7. A model for the structural changes at non basal plane defects of Cu-Zn-Al 18R martensite A.M. Condo and F.C. Lovey, *Scripta mater.* 44 (2001) 2795–2800, November 2001
8. Microstructural characterization of precipitates in Cu–10 wt.%Al–0.8 wt.%Be shape-memory alloy H.H. Kuo , W.H. Wang , Y.F. Hsu, *Materials Science and Engineering A* 430 (2006) 292–300, Mayo 2006
9. Polycrystal orientation maps from TEM, J.-J. Fundenbergera,* , A. Morawiech, E. Bouzya, J.S. Lecomte, *Ultramicroscopy* 96 (2003) 127–137, November 2002
10. Caracterización de una aleación superelástica CuZnAl extruida, considerada para disipadores de energía. Armando Vera. Universidad de Chile, Facultad de Ingeniería, 2007.
11. Comportamiento Superelástico de la aleación Cu-11,8%pAl-0,5%p Be en ensayos de tracción cíclicos bajo condiciones sísmicas. Giovanni González, Universidad de Chile, Facultad de Ingeniería, 2007.
12. Comportamiento superelástico de una aleación Cu-11.8%p.Al-0.5 %p.Be, para aplicaciones en ingeniería antisísmica. Marco Marivil, Universidad de Chile, Facultad de Ingeniería, 2007.
13. Caracterización de las propiedades mecánicas y microestructurales de una aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be en ensayos monotónicos y cíclicos. Rodrigo Araya, Universidad de Chile, Facultad de Ingeniería, 2007.
14. S. Montecinos, M. O. Moroni y A. Sepúlveda. "Superelastic behavior and damping capacity of Cu-Al-Be alloys".2006

15. Otsuka K, Wayman CM, editors. *Shape memory materials*. Cambridge University Press, Cambridge; 1998, p. 5-27, 97-114.
16. Enciclopedia Digital Wikipedia en español. <http://es.wikipedia.org/>
17. <http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/>
18. *Deformation and fracture Mechanics of Engineering Materials*, R. W. Hertzberg, John Wiley and Scns, 3rd edition, New York (1989), páginas 71 y 72.
19. *Electron Microscopy of Thin Crystals*, P.B Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D. W. Pashley, M.J. Whelan, 1era edición, Washington (1965).

Apéndice A

Códigos de funciones MATLAB utilizados

Funciones matlab que fueron utilizadas en el tratamiento de los datos para el cálculo de los distintos parámetros mecánicos de la curva de tracción de la aleación CuAlBe.

Estos códigos fueron desarrollados por los alumnos tesistas Marco Marivil y Rodrigo Araya en sus respectivos trabajos de memoria (ver [Ref. N°12](#) y [Ref. N°13](#)). Se ejecutaron algunas modificaciones en los códigos con el objetivo de adecuarlas a las necesidades del trabajo presente.

Suavizar curvas

```
function R=suaviza(e,S)
largo=input('Ingrese el largo que se considera para promediar el punto suavizado (tiene que ser par): ');
nveces=input('Ingrese el numero de veces que desea suavizar: ');

plot(e,S,'red');
hold on;
n=length(e);
for k=1:1:nveces
    %el principio
    for i=1:1:largo/2
        e(i)=mean(e(1:i+i-1));
        S(i)=mean(S(1:i+i-1));
    end
    %en el medio
    for m=(1+largo/2):1:n-((largo/2)+1)
        e(m)=mean(e(m-largo/2:m+largo/2));
        S(m)=mean(S(m-largo/2:m+largo/2));
    end
    %el final
    for j=n-(largo/2):1:n
        e(j)=mean(e(j-(n-j):n));
        S(j)=mean(S(j-(n-j):n));
    end
end
R=[e S];
plot(e,S);
```

Calculo límite de Fluencia

```
function [Sf02,ef02,Sf005,ef005,Sf002,ef002]=limitefluencia(ciclo,a,E,respuesta0)
%function [Sf005,ef005,Sf002,ef002]=limitefluencia(ciclo,a,E,respuesta0)
n=length(ciclo(:,1));
e=ciclo(4:1:n,1)/100;
S=ciclo(4:1:n,2);
if respuesta0=='m'
    a=0;
```

```

end
i=1;
while true
    m=(S(i+1)-S(i))/(e(i+1)-e(i));
    Sf002=1/(1-m/E)*(S(i)-m*(-0.02/100+a/E+e(i)));
    if Sf002>=S(i) & Sf002<=S(i+1)
        break;
    else
        i=i+1;
    end
end
ef002=1/E*(Sf002+E*0.02/100-a);

while true
    m=(S(i+1)-S(i))/(e(i+1)-e(i));
    Sf005=1/(1-m/E)*(S(i)-m*(-0.05/100+a/E+e(i)));
    if Sf005>=S(i) & Sf005<=S(i+1)
        break;
    else
        i=i+1;
    end
end
ef005=1/E*(Sf005+E*0.05/100-a);

while true
    m=(S(i+1)-S(i))/(e(i+1)-e(i));
    Sf02=1/(1-m/E)*(S(i)-m*(-0.2/100+a/E+e(i)));
    if Sf02>=S(i) & Sf02<=S(i+1)
        break;
    end
    if Sf02<=S(i) & Sf02>=S(i+1)
        break;
    end
    i=i+1;
end
ef02=1/E*(Sf02+E*0.2/100-a);

```

Calculo del área del ciclo en los ensayos cíclicos

```

function [Asup,Ainf,Aint,Ak]=areaciclo(ciclo,extremos,i)
e=ciclo(:,1);
S=ciclo(:,2);
n=length(e);

if i~=1
    if e(1)<e(n)
        e=[e;e(1)];
        S=[S;S(n)];
    end
    if e(n)<e(1)

```



```

        e=[e(n);e];
        S=[S(1);S];
    end
end
plot(e,S);
xlabel('Deformacion (%)')
ylabel('Esfuerzo (MPa)')
title('Grafico de un ciclo acondicionado para calculo de las areas')
grid
n=length(e);
imax=1;

while true
    if extremos(i,2)==e(imax)
        break
    end
    imax=imax+1;
end

if min(S)<0
    S=S-min(S);
end
%se calcula el area superior e inferior
Asup=0;
for i=2:1:imax
    Asup=Asup + (e(i)-e(i-1))*(S(i)+S(i-1))/2;
end
Ainf=0;
for i=imax:1:n-1
    Ainf=Ainf + (e(i+1)-e(i))*(S(i+1)+S(i))/2;
end

Asup=Asup/100;
Ainf=-Ainf/100;
Aint=(Asup-Ainf);
Ak=Ak/100;

```

Regresión lineal

```

function [a,E,li,ls]=reglineal(ciclo, caso, respuesta4, respuesta5)
%interpolacion del tipo y=a+E*x
% x e y deben ser vectores columnas
e=ciclo(:,1);
S=ciclo(:,2);

emax=1;
while true
    if e(emax)==max(e)
        break
    end

```

```

    emax=emax+1;
end
li=1;

if caso==0
    while true
        if e(li)>=respuesta4
            inferior=e(li);
            break;
        end
        li=li+1;
    end
    ls=li;
    while true
        if e(ls)>=respuesta5
            superior=e(ls);
            break;
        end
        ls=ls+1;
    end
end

if caso==1
    while true
        if e(li)>=respuesta4
            inferior=e(li);
            break;
        end
        li=li+1;
    end
    ls=li;
    while true
        if e(ls)>=respuesta5
            superior=e(ls);
            break;
        end
        ls=ls+1;
    end
end

if caso==2
    while true
        if e(li)>=respuesta4
            inferior=e(li);
            break;
        end
        li=li+1;
    end
    ls=emax;
end

if caso==3

```

```

li=emax;
while true
    if e(li)<=respuesta4
        inferior=e(li);
        break;
    end
    li=li+1;
end
ls=li;
while true
    if e(ls)<=respuesta5
        superior=e(ls);
        break;
    end
    ls=ls+1;
end
end

if caso==4
    li=emax;
    while true
        if e(li)<=respuesta4
            inferior=e(li);
            break;
        end
        li=li+1;
    end
    ls=length(e);
end

if caso==5
    li=1;
    ls=length(e);
end

x=ciclo(li:ls,1)/100;
y=ciclo(li:ls,2);

n=length(x);
for i=1:1:n-2
    sumax=sum(x(1:n-i));
    sumay=sum(y(1:n-i));
    E=((n-i)*x(1:n-i)*y(1:n-i)-sumax*sumay)/((n-i)*x(1:n-i)*x(1:n-i)-sumax^2);
    a=mean(y(1:n-i))-E*mean(x(1:n-i));
    yaprox=a+E*x(1:n-i);
    SST=(y(1:n-i)-mean(y(1:n-i)))*(y(1:n-i)-mean(y(1:n-i)));
    SSE=(y(1:n-i)-yaprox)*(y(1:n-i)-yaprox);
    r=sqrt(1-(SSE/SST));
    if r>0.99
        break
    end
end
end

```

