



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

**TRANSFORMACIONES MICROESTRUCTURALES Y  
AMORTIGUAMIENTO INTERNO EN UNA ALEACIÓN Cu-Al-Be  
DEFORMADA EN EL RANGO POST-SUPERELÁSTICO**

TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE MAGISTER EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA,  
MENCIÓN MECÁNICA

**ALICIA ISABEL DURÁN CORREA**

PROFESOR GUÍA:  
AQUILES SEPÚLVEDA OSSES

PROFESORES MIEMBROS DE LA COMISIÓN:  
RODRIGO PALMA HILLERNS  
EDUARDO DONOSO CATALÁN  
ALBERTO MONSALVE GONZÁLEZ

SANTIAGO DE CHILE  
2014

# RESUMEN

El efecto de superelasticidad y memoria de forma presentada por las aleaciones con memoria de forma está relacionado con una transformación martensítica inducida por esfuerzo. Por otro parte, en una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be policristalina, la cual presenta un comportamiento superelástico a temperatura ambiente, se ha observado que tal comportamiento se extiende hasta aproximadamente 3-4% de elongación; para deformaciones mayores, en el llamado rango post-superelástico (RPSE) se tiene, al retirar la carga, martensita retenida y deformaciones permanentes. En el RPSE se han detectado ciclos de histéresis, asociados a amortiguamiento interno.

El objetivo de esta tesis es estudiar las transformaciones microestructurales de una aleación Cu-11,8% p. Al-0,5% p. Be deformada por tracción en el RPSE, para obtener información acerca del mecanismo de amortiguamiento interno en ese rango.

Se empleó una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be producida por Trefimetaux (Francia), bajo la forma de alambres de 3,4 mm de diámetro. Trozos de 100 mm de longitud se sometieron a un envejecimiento convencional a 100°C por 24 h. Con algunos de esos trozos se realizaron ensayos de tracción (carga-descarga), hasta distintas deformaciones ( $\epsilon_i^m = 0 - 10,7\%$ ) a temperatura ambiente y a una velocidad de deformación de 10 mm/min. Durante los ensayos se midió la temperatura superficial de las probetas,  $T_p$ . Se determinaron curvas esfuerzo-deformación  $\sigma$ - $\epsilon$  y temperatura-deformación  $T_p$ - $\epsilon$  para un único ciclo de carga-descarga por probeta. A muestras deformadas se les aplicó metalografía óptica. Por calorimetría diferencial de barrido (DSC) se analizaron muestras para distintos  $\epsilon_i^m$ , aplicando tres ciclos de enfriamiento-calentamiento (-100 a +500°C), a 10°C/min.

En las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  se observaron los habituales rangos para estas aleaciones: elástico, superelástico, y post-superelástico. De esas curvas, se determinaron los siguientes valores de propiedades, valores que en general son concordantes con resultados previos: módulo de Young  $E = 82$  GPa, esfuerzo de transformación  $\sigma_T = 237$  MPa, y esfuerzo de fractura  $\sigma_F = 692$  MPa para una elongación de 10,7%, aproximadamente. Se estableció que la deformación asociada al inicio del RPSE corresponde a  $\epsilon_{LSE} = 3,8\%$ , aproximadamente. Por otra parte, la forma de las curvas  $T_p$ - $\epsilon$  presentan rangos, en términos de esfuerzos, que coinciden con aquellos observados en las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$ .

El análisis metalográfico reveló que las probetas deformadas en el RPSE presentaron martensita retenida en una matriz de austenita. Así, al aumentar la deformación impuesta, se verificó que, después de descargar, la fracción en volumen de la austenita ( $f_V^\beta$ ) es decreciente y la de martensita retenida ( $f_V^M$ ) es creciente.

El análisis por DSC de las probetas deformadas en el RPSE, mostró máximos calorimétricos en el rango inicial de bajas temperaturas del primer ciclo térmico, los cuales son consistentes con que a mayor  $\epsilon_i^m$ , mayor es la  $f_V^M$  retenida y menor la de austenita. Además, al pasar por primera vez las muestras DSC por el rango de altas temperaturas, se observaron máximos por sobre los 450°C asociados a alguna forma de recuperación. Así, en los dos ciclos térmicos siguientes ya se tenían máximos calorimétricos de baja temperatura asociados a  $f_V^\beta$  cercanos a 1.

También se observó que el amortiguamiento interno aumenta con la  $\epsilon_i^m$  en el RPSE. Esto se puede explicar por que, a mayor  $\epsilon_i^m$  habrá más martensita y menos austenita, y es sabido que el amortiguamiento interno en la martensita para aleaciones con memoria de forma es mayor que en la austenita. De esta manera, el mecanismo de amortiguamiento que prevalece en el RPSE corresponde a aquel de la martensita.

# ABSTRACT

The shape-memory and superelastic effects presented by shape memory alloys are related to a stress-induced martensitic transformation. Moreover, in a polycrystalline Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be alloy, which presents a superelastic behavior at room temperature, it has been observed that such behavior extends up to approximately 3-4% tensile strains; for larger strains, in the here referred post-superelastic range (PSER), once the load is removed, retained martensite and permanent strains are observed. In the PSER, high hysteretic cycles, associated to internal damping, have been detected.

The objective of this thesis is to analyze the microstructural transformations in a Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be alloy which has been deformed through tensile tests in the PSER, in order to obtain information about the acting internal damping mechanism.

A Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be alloy, produced by Tréfinmétaux (France), under the form of 3.4 mm diameter wires was employed. Pieces 100 mm length were subjected to a conventional aging at 100°C for 24 h. Some of these pieces were submitted to loading-unloading tensile tests, up to different deformations ( $\varepsilon_i^m = 0 - 10,7\%$ ), at room temperature and with a strain rate of 10 mm/min. During these tests the surface temperature of the specimens,  $T_p$ , was measured. Stress-strain ( $\sigma$ - $\varepsilon$ ) and temperature-strain ( $T_p$ - $\varepsilon$ ) curves for a single load-unload cycle per specimen were determined. Deformed samples were analyzed by optical metallography. Differential scanning calorimetric (DSC) samples were analyzed for different  $\varepsilon_i^m$  values, applying three thermal cycles (between -100 and +500°C), at 10°C/min.

The shape of the  $\sigma$ - $\varepsilon$  curves presented zones associated to the usual strain ranges for these alloys: elastic, superelastic, and post-superelastic ones. From these curves, the following property values were measured, values which were in general agreement with previous results: Young's modulus,  $E = 82$  Gpa; transformation stress  $\sigma_T = 237$  MPa; and fracture stress  $\sigma_F = 692$  MPa for an elongation of 10.7%, approximately. It was established that the strain associated to the initiation of the RPSE corresponds to  $\varepsilon_{LSE} = 3,8\%$ , approximately. Moreover, the shape of the  $T_p$ - $\varepsilon$  curves presented ranges which coincided, in terms of strain, with those of the already mentioned ranges observed in the  $\sigma$ - $\varepsilon$  curves.

A metallographical analysis revealed that the specimens deformed in RPSE presented retained martensite and austenite, with an increasing martensitic volume fraction ( $f_V^M$ ) and a decreasing austenitic volume fraction ( $f_V^\beta$ ) when  $\varepsilon_i^m$  was increased.

DSC analyses of the samples deformed in the PSER, showed calorimetric peaks in the initial range of low temperatures of the first thermal cycle with energies that are consistent with a greater  $f_V^M$  with increasing  $\varepsilon_i^m$ . Additionally, when each deformed DSC sample crossed for the first time through the high temperature range, a peak at approximately 450°C was detected, observation which was interpreted as evidence of some form of recovery. Thus, in the two following thermal cycles, the area of the peaks present at low temperature where consistent with  $f_V^\beta$  approaching the unity.

These results allow us to interpret, from a microstructural perspective, the previously observed behavior consisting in that internal damping increases with increasing  $\varepsilon_i^m$  in the RPSE. In effect, when  $\varepsilon_i^m$  is increased  $f_V^M$  increases and  $f_V^\beta$  decreases, which explains why internal damping increases as it is known that damping in shape memory alloys is more effective in martensite than in austenite.

# Dedicatoria

A mis hijos Nathalia y Nelson

A mis tías Julita y Margarita

A mi hermana Ana María

# Agradecimientos

Principalmente a Dios, por darme salud y guiarme para así tener un buen desenvolvimiento durante la realización de este trabajo de investigación.

Agradezco a mi profesor guía Aquiles Sepúlveda por el apoyo otorgado durante la realización de este trabajo, por sus útiles sugerencias e intercambio sostenido, durante el desarrollo de esta memoria y por la confianza brindada sin los cuales este no hubiera sido posible.

Se agradece el apoyo prestado por el Centro de Estudios de Medición y Certificación de Calidad, CESMEC S.A de la División de Ingeniería Mecánica, Laboratorios de Ensayos Mecánicos donde don Francisco Barahona y Jared Bravo nos colaboraron en la realización de los ensayos de tracción.

Se agradece el apoyo prestado por el Centro de Investigación, Desarrollo e Innovación de Estructuras y Materiales, IDIEM, Area de Materiales, Laboratorio de Polímeros, donde don Patricio Jorquera y Bladimir Santa Cruz nos colaboraron para realizar todos los ensayos de calorimetría.

También expreso mi reconocimiento por la ayuda que recibí de muchos profesores del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Santiago de Chile. Además a mis colegas, a quienes no nombraré para evitar omitir a alguno.

También agradezco al personal administrativo del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile, cuyo buen humor alegraba los días de estudio.

Por último agradezco a mis hijos Nathalia y Nelson, mi hermana Ana María, y mis tías Julita y Margarita. Sin su apoyo nunca hubiera alcanzado esta meta.

Y a todos los que de una u otra forma me apoyaron en la realización de este trabajo. Gracias.

# Tabla de Contenido

ABSTRACT .....	iii
Dedicatoria.....	iv
Agradecimientos .....	v
Indice de Tablas.....	ix
Indice de Ilustraciones .....	x
1 INTRODUCCIÓN .....	1
1.1 Antecedentes .....	1
1.2 Objetivos .....	2
1.2.1 Objetivo general.....	2
1.2.2 Objetivos específicos .....	2
2 ANTECEDENTES.....	3
2.1 ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA.....	3
2.2 TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA.....	5
2.2.1 Mecanismo básico de la transformación.....	5
2.2.2 Transformación inducidas por temperatura .....	10
2.2.3 Transformación inducida por esfuerzo: superelasticidad .....	11
2.2.4 Comportamiento a diferentes temperaturas.....	12
2.3 ALEACIÓN CuAlBe .....	13
2.4 PARÁMETROS DE LOS CICLOS DE HISTÉRESIS.....	16
2.4.1 Capacidad de recuperación de la deformación del material .....	16
2.4.2 Coeficiente de amortiguamiento. ....	16
2.4.3 Mecanismos de amortiguamiento en AMF .....	18
2.5 TÉCNICAS EXPERIMENTALES.....	19
2.5.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) .....	19
2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	23
3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	27
3.1 INTRODUCCIÓN .....	27

3.2 ENSAYOS MECÁNICOS .....	27
3.2.1 Introducción .....	27
3.2.2 Ensayo de tracción .....	28
3.2.3 Metodología del ensayo .....	30
3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	31
3.4 MICRODUREZA.....	32
3.5 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	32
3.5.1 Introducción .....	32
3.5.2 Metodología utilizada .....	32
3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) .....	36
3.6.1 Introducción .....	36
3.6.2 Metodología utilizada .....	37
3.7 TRATAMIENTO TÉRMICO .....	38
4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	40
4.1 INTRODUCCIÓN .....	40
4.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL ORIGINAL .....	40
4.3 ENSAYOS TRACCIÓN CARGA-DESCARGA .....	42
4.3.1 Curvas de tracción.....	42
4.3.1.1 Ensayos con deformación impuesta dentro del rango superelástico.....	43
4.3.1.2 Ensayos con $\epsilon_i^m$ dentro del rango post-superelástico.....	45
4.3.2 Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ con deformación retenida en la descarga.....	49
4.3.2.1 Determinación del parámetro de recuperación .....	50
4.3.2.2 Comparación con ensayos de Araya.....	51
4.3.3 Determinación del límite superelástico LSE.....	52
4.3.4 Relación tiempo-temperatura.....	54
4.3.5 Relaciones $\sigma$ - $\epsilon$ - T en carga.....	58
4.3.6 Curvas que relacionan $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ .....	62
4.3.6.1 Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a 1/2, carga-descarga.....	62
4.3.6.2 Resumen de curvas $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla en el centro de la probeta .....	65
4.4 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	66
4.4.1 Microscopía de probetas deformadas y con tratamiento térmico.....	66
4.4.2 Determinación de fracción volumétrica por microscopía óptica .....	71
4.4.3 Microscopía de probetas llevadas a la fractura.....	73
4.5 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO.....	77
4.5.1 Curvas calorimetría o termogramas.....	77
4.5.1.1 Termogramas de muestras con $\epsilon_i^m = 0\%$ y 2,5% .....	77
4.5.1.2 Termogramas para muestras con $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ .....	79
4.5.2 Temperaturas de transformación y entalpías de los máximos.....	84

4.5.2.1	Temperaturas de transformaciones de fase a bajas temperaturas .....	84
4.5.2.2	Entalpías de los máximos .....	87
4.5.3	Determinación de la fracción volumétrica de la austenita .....	90
4.5.3.1	Procedimiento de análisis .....	91
4.5.3.2	Resultados de la fracción volumétrica de austenita para diferentes $\varepsilon_i^m$ .....	91
4.6	ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO POR SEM.....	97
5	CONCLUSIONES .....	106
	Bibliografía .....	108
	Anexo A .....	111
	Anexo B .....	113
	Anexo C .....	117
	Anexo D .....	119
	Anexo E .....	120
	Anexo F.....	121
	Anexo G.....	122



# Índice de Tablas

Tabla 3.1	Valores de peso de muestra utilizada en el DSC .....	33
Tabla 4.1	Resultados de microdureza Vickers para muestras originales y muestra con tratamiento térmico de 850°C y 5 h.....	42
Tabla 4.2	Parámetros mecánicos de probetas en el rango post-superelástico...	45
Tabla 4.3	Parámetro de recuperación de la transformación, $SR$ para diferentes valores de $\varepsilon_i^m$ .....	51
Tabla 4.4	Valores de los parámetros $\sigma_{LSE}$ y $\varepsilon_{LSE}$ y pendientes de las tangentes $M1, M2$ .....	52
Tabla 4.5	Valores A: inicio de la carga, B: fin de la carga, C: fin de la descarga	56
Tabla 4.6	Parámetros mecánicos de las probetas en el rango post-superelástico	61
Tabla 4.7	Resultados de Microdureza Vickers en muestras con diferentes $\varepsilon_i^m$ .	75
Tabla 4.8	Temperatura de transformación de fases para distintos $\varepsilon_i^m$ . .....	86
Tabla 4.9	Entalpías de los máximos asociados a la transformación martensítica directa (al enfriar) e inversa (al calentar), para diferentes valores $\varepsilon_i^m$ ....	88
Tabla 4.10	Entalpía de los máximos de alta temperatura para diferentes valores de $\varepsilon_i^m$ .....	90
Tabla 4.11	Determinación de la fracción volumétrica de austenita.....	92

# Índice de Ilustraciones

Figura 2.1	Temperatura de transformación de fase (a) por enfriamiento rápido desde $\beta$ estable y (b) por calentamiento rápido desde martensita. ....	3
Figura 2.2	Comportamiento superelástico. ....	4
Figura 2.3	Comportamiento efecto de memoria de forma (EMF). ....	5
Figura 2.4	Plano macroscópico invariante ABCD. ....	6
Figura 2.5	Transformación martensítica por cizalle de planos cristalinos. ....	7
Figura 2.6	Mecanismos de desplazamiento heterogéneos en la martensita. ....	7
Figura 2.7	Modelo simplificado de la transformación martensítica (OTSUKA, 1998). ....	8
Figura 2.8	Figura extraída de la página 37 (OTSUKA, 1998). ....	9
Figura 2.9	Típica Micrografía SEM diferentes variantes de martensita. (MURAKAMI et al., 1994). ....	10
Figura 2.10	Termograma DSC “flujo de calor versus temperatura” de una muestra NiTi. (SHAW et al., 1995). ....	11
Figura 2.11	Curva esfuerzo versus deformación de una aleación NiTi superelástica, con representación esquemática de los cambios microestructurales. ....	12
Figura 2.12	Representación conjunta del comportamiento mecánico de un material AMF a diferentes temperaturas: a) comportamiento mecánico clásico, b) efecto superelástico (ES) y c) efecto de memoria de forma (EMF). ....	13
Figura 2.13	Diagrama binario Cu-Al. (HANDBOOK METALS). ....	14
Figura 2.14	Zonas en la curva de tracción monotónica de la aleación CuAlBe. ....	15
Figura 2.15	Ciclo típico de ES con deformación retenida, donde se definen distintas formas de deformación. (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2007). ....	16
Figura 2.16	Esquema del comportamiento en tracción de una aleación Cu-11,8%p.Al 0,5%p.Be: a) curva de tracción hasta la fractura; b) ciclo de histéresis superelástico; y c) ciclo de histéresis ya en presencia de deformación remanente, en el rango post-superelástico (RPSE). ....	17
Figura 2.17	Esquemas de los parámetros considerados para la determinación del coeficiente de amortiguamiento $\beta$ de un ciclo de histéresis, según la definición de (LIU & VAN HUMBEECK, 1997). ....	18
Figura 2.18	Termogramas obtenidos en el DSC a) Isotermal b) No isotermal. ....	20
Figura 2.19	Esquema interior de DSC. ....	20
Figura 2.20	Definición de parámetros térmicos y calorimétricos, en un experimento no isotermal (transformación tipo $M \rightarrow \beta$ ). ....	21
Figura 2.21	Área A de un máximo que se extiende entre $T_0$ y $T_f$ . ....	23
Figura 2.22	Sección transversal esquemática de un microscopio electrónico de barrido JEOL disponibles comercialmente. ....	24
Figura 2.23	Origen y detección de señales de datos (Handbook Metals). ....	25
Figura 3.1	a) Ubicación de termopares en la probeta dentro de la zona de 25mm del extensómetro y 3,4 mm de diámetro. b) Interfaz DAQVIEW XL. ....	28
Figura 3.2	Geometría de la probeta de tracción. a) probeta de CuAlBe, b) zona dentro de la probeta de tracción. ....	29
Figura 3.3	Montaje de la probeta de tracción de CuAlBe. ....	29
Figura 3.4	a) Microscopio óptico y b) Máquina de corte. ....	31
Figura 3.5	a) Equipo DSC modelo METTLER, b) balón que contiene nitrógeno líquido, c) balanza donde se pesa la muestra antes de ingresar al DSC. ....	33
Figura 3.6	Ciclos térmicos utilizado en el análisis de DSC. ....	34
Figura 3.7	Termograma del cobre recocido: a) 1er ciclo, b) 2do ciclo y c) 3er ciclo. ....	35
Figura 3.8	Definición de parámetros térmicos y calorimétricos. ....	36
Figura 3.9	Equipo de microscopía electrónica de barrido SEM. ....	36

Figura 3.10	a) Desbaste longitudinal de la probeta CuAlBe fracturada, b) zonas analizadas en el SEM 1 y 2.....	37
Figura 3.11	Montaje de muestra para SEM.....	37
Figura 3.12	Mufla THERMOLYNE digital, utilizada en los tratamientos térmicos. ....	38
Figura 3.13	Probeta con la perforación donde se inserta la termocupla para registrar la evolución de temperatura.....	38
Figura 3.14	Evolución de la temperatura de la probeta de referencia y probeta con 2,5% deformación. ....	39
Figura 4.1	Microestructura de barra del material original de 3,4 mm de diámetro,a) sección longitudinal y b) sección transversal.....	40
Figura 4.2	Microscopía óptica del material tratado térmicamente a 850°C por 5 h: a) sección longitudinal y b) sección transversal.....	41
Figura 4.3	Curvas de tracción para los diferentes niveles deformación impuesta.....	43
Figura 4.4	Curvas de tracción para los diferentes niveles deformación impuesta más curva $\epsilon_i^m = 4,2\%$ (ARAYA, 2008).....	43
Figura 4.5	Curva tensión-deformación a temperatura ambiente de los ensayos a $\epsilon_i^m = 2,5$ y $3,3\%$ de deformación impuesta. ....	44
Figura 4.6	Determinación del módulo de Young E(A), E(d) y el esfuerzo de transformación para la probeta con $\epsilon_i^m = 2,5$ y $3,3\%$ . ....	44
Figura 4.7	Curva tensión-deformación a temperatura ambiente de los ensayos con $\epsilon_i^m = 5,0\%$ , $6,5\%$ , $9,0\%$ , $10,5\%$ y $10,7\%$ .....	46
Figura 4.8	Deformación remanente en función de la deformación máxima impuesta.....	46
Figura 4.9	a) Determinación del módulo de Young E(A), E(d) y el esfuerzo de transformación para la probeta con $\epsilon_i^m = 5,0\%$ (a), $6,5\%$ (b) y $9,0\%$ (c). ....	47
Figura 4.10	Determinación del módulo de Young E(A), E(d) y el esfuerzo de transformación para la probeta con $\epsilon_i^m = 10,5\%$ y $10,7\%$ . ....	48
Figura 4.11	Módulo de Young E(A) y E(d) para diferentes $\epsilon_i^m$ .....	49
Figura 4.12	Parámetro de recuperación de la transformación, SR, $\epsilon_i^m = 5,0$ ; $6,5$ y $9,0\%$ .....	50
Figura 4.13	Evolución de la recuperación en la elongación del material en función de la deformación máxima aplicado por (ARAYA, 2008) y datos de esta tesis. ....	51
Figura 4.14	Determinación del punto correspondiente a la transición del rango superelástico al rango post-superelástico, por el método de las tangentes. ....	53
Figura 4.15	Esquema de la curva temperatura-tiempo donde se distinguen 3 etapas.....	54
Figura 4.16	Temperatura versus tiempo para $\epsilon_i^m = 2,5\%$ , $3,3\%$ , $5,0\%$ , $6,5\%$ y $9,0\%$ de deformación máxima impuesta y probetas hasta la fractura $10,5\%$ y $10,7\%$ . (el inicio de las curvas es a temperatura ambiente).....	55
Figura 4.17	Gráficas experimentales temperatura versus tiempo a diferentes $\epsilon_i^m$ a temperatura ambiente para deformación creciente. ....	56
Figura 4.18	Ajuste de las gráficas experimentales de la Figura 4.17 para diferentes $\epsilon_i^m$ a la misma temperatura ambiente para deformación creciente. ....	57
Figura 4.19	Gráficas experimentales de la diferencia de temperatura, $T_C - T_A$ versus deformación impuesta, $\epsilon_i^m$ .....	57
Figura 4.20	Curva $\sigma$ - $\epsilon$ y curva $T_p$ - $\epsilon$ de la probeta llevada a $2,5\%$ y $3,3\%$ deformación. ....	58
Figura 4.21	Curva $\sigma$ - $\epsilon$ y curva $T_p$ - $\epsilon$ de la probeta llevada a $5,0\%$ deformación.....	59
Figura 4.22	Curva $\sigma$ - $\epsilon$ y curva $T_p$ - $\epsilon$ de la probeta llevada a $6,5\%$ y $9,0\%$ deformación.....	60
Figura 4.23	Curva $\sigma$ - $\epsilon$ y curva $T_p$ - $\epsilon$ de la probeta llevada a la fractura $10,5\%$ y $10,7\%$ .....	60
Figura 4.24	Curva $\sigma_T - T_{amb}$ de la probetas $\epsilon_i^m = 2,5\%$ , $3,3\%$ , $5,0\%$ , $6,5\%$ , $9,0\%$ , $10,5\%$ y $10,7\%$ .....	61
Figura 4.25	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ , con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para $\epsilon_i^m = 2,5\%$ . ....	62
Figura 4.26	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para $\epsilon_i^m = 3,3\%$ .....	62
Figura 4.27	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para $\epsilon_i^m = 5,0\%$ , con deformación retenida. ....	63

Figura 4.28	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para $\epsilon_i^m = 6,5\%$ , con deformación retenida. ....	63
Figura 4.29	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , con deformación retenida. ....	64
Figura 4.30	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga a fractura para $\epsilon_i^m = 10,5\%$ . ....	64
Figura 4.31	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ , carga a fractura para $\epsilon_i^m = 10,7\%$ . ....	65
Figura 4.32	Curva $T_p$ - $\epsilon$ de carga $\epsilon_i^m = 2,5\%; 3,3\%; 5,0\%; 6,5\%; 9,0\%; 10,5\%$ y $10,7\%$ . ....	65
Figura 4.33	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ en descarga para distintos valores de $\epsilon_i^m$ . ....	66
Figura 4.34	Microestructura para $\epsilon_i^m = 2,5\%$ : a) con deformación y b) después del tratamiento térmico. Se observan granos equiaxiales de austenita y el crecimiento de grano debido al tratamiento térmico aplicado. ....	67
Figura 4.35	Microestructura después de deformar, de probetas deformadas en el RPSE para los valores de $\epsilon_i^m$ indicados en las metalografías. Se observa que al aumentar $\epsilon_i^m$ disminuye la fracción volumétrica de la austenita remanente (ver sección 4.5.3.2 y Figura 4.36). ....	68
Figura 4.36	Martensita remanente presente en la probeta deformada hasta $\epsilon_i^m = 10,5\%$ , en una zona alejada de la fractura. En el sector de la metalografía marcado con A se observan dos conjuntos de placas paralelas, donde las placas de un conjunto son perpendiculares a las del segundo; en tanto que en el sector marcado con B se observa solo un conjunto de placas de martensita paralelas y contiguas. ....	69
Figura 4.37	Microestructura después del tratamiento térmico aplicado a probetas previamente deformadas en el RPSE, para los valores de $\epsilon_i^m$ indicados en las metalografías. Para todo los valores $\epsilon_i^m$ se observan granos austeníticos, los cuales han crecido con el tratamiento térmico y no presentan martensita remanente. El tamaño de grano es $\approx 250 \mu\text{m}$ . ....	70
Figura 4.38	Algunas de las micrografías empleadas para la determinación de la fracción volumétrica de austenita por la técnica de metalografía cuantitativa de conteo por punto: a) $\epsilon_i^m = 5,0\%$ , b) $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , y c) $\epsilon_i^m = 10,5\%$ . ....	71
Figura 4.39	Fracción volumétrica de austenita, determinada por microscopía cuantitativa, en función de $\epsilon_i^m$ . ....	72
Figura 4.40	Metalografías longitudinales cercanas a la fractura de probetas con $\epsilon_i^m = 10,5\%$ (columna izquierda) y $\epsilon_i^m = 10,7\%$ (columna derecha). Se observan grietas secundarias planas tanto transgranulares (T) como intergranulares (I). ....	74
Figura 4.41	Curva de Microdureza Vickers versus Deformación impuesta. ....	75
Figura 4.42	Termograma del 1er, 2do y 3er ciclo para $\epsilon_i^m = 0\%$ , a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre $180 - 780 \text{ K}$ y b) entre $180 - 300 \text{ K}$ . ....	78
Figura 4.43	Termograma del 1er y 2do ciclo para $\epsilon_i^m = 2,5\%$ , a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre $180 - 780 \text{ K}$ y b) entre $180 - 300 \text{ K}$ . ....	79
Figura 4.44	Termogramas del 1er ciclo con $\epsilon_i^m = 0\%, 2,5\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%$ y $10,7\%$ : a) entre $180 - 780 \text{ K}$ , b) entre $180 - 300 \text{ K}$ y c) entre $600 - 800 \text{ K}$ . ....	81
Figura 4.45	Termogramas del 2do ciclo con $\epsilon_i^m = 0\%, 2,5\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%$ y $10,7\%$ : a) entre $180 - 780 \text{ K}$ , b) entre $180 - 300 \text{ K}$ y c) entre $600 - 800 \text{ K}$ . ....	82
Figura 4.46	Termogramas del 3er ciclo con $\epsilon_i^m = 0\%, 5,0\%, 6,5\%$ y $9,0\%$ : a) entre $180 - 780 \text{ K}$ , b) entre $180 - 300 \text{ K}$ y c) entre $600 - 800 \text{ K}$ . ....	83
Figura 4.47	Representación de las temperaturas $M_s, M_f, A_s$ y $A_f$ para a) el primer ciclo, b) segundo ciclo y c) tercer ciclo. ....	85
Figura 4.48	Ancho de máximo en temperatura, azul = primer ciclo, verde=segundo ciclo y rosado=tercer ciclo: a) $\Delta M = (M_s - M_f)$ y b) $\Delta A = (A_f - A_s)$ . ....	87
Figura 4.49	Determinación de las áreas o las entalpía correspondientes a las transformaciones $\beta \rightarrow M$ , y $M \rightarrow \beta$ , a través de los termogramas experimentales. ....	88

Figura 4.50	Entalpía de los máximos de alta temperatura en función de la deformación impuesta corregida por $\epsilon_{LPSE}$ . $T_m$ es la temperatura nominal de los máximos de alta temperatura. ....	89
Figura 4.51	Determinación de las fracciones volumétricas de austenita correspondiente las transformaciones $\beta \rightarrow M$ , y $M \rightarrow \beta$ , a partir de los termogramas experimentales.....	92
Figura 4.52	Fracción volumétrica de los ciclos 1, 2 y 3 en endotérmico y exotérmico.(ARAYA 2008). ....	94
Figura 4.53	Comparación de los resultados de esta tesis y la de Araya 2005 para la relación entre la fracción volumétrica de austenita transformada de los ciclos 1, 2 y 3 en función de la deformación impuesta.....	95
Figura 4.54	Fracción volumétrica de austenita transformada por DSC y microscopía óptica. ....	95
Figura 4.55	Fractografía general de una superficie de fractura. ....	97
Figura 4.56	Metalografías sobre un corte longitudinal central de una probeta tracción en un sector alejado de la superficie principal de fractura; el eje de la probeta corresponde a la vertical de la figura. Se observan placas de martensita rectas. ....	98
Figura 4.57	Metalografías sobre un corte longitudinal central de una probeta fracturada en tracción en un sector cercano a la superficie principal de fractura; la vertical de la figura es paralela al eje de tracción. Se observa una grieta de clivaje, casi en la horizontal de la figura, que se ha desarrollado paralela a placas de martensita. La imagen b) es una ampliación de un sector de la imagen a). ....	99
Figura 4.58	Observaciones sin preparación metalográfica en el manto de una probeta de tracción fracturada y en la superficie de fractura cercana; la vertical de la figura es paralela al eje de tracción. En dicha zona del manto se ven placas de martensita deformadas plásticamente, en tanto que en la superficie de fractura principal se observan placas de martensita paralelas fracturadas. ....	100
Figura 4.59	Primera fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H). ....	102
Figura 4.60	Segunda fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H). ....	103
Figura 4.61	Tercera fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H). ....	104
Figura A1.1	a) Curva $\sigma$ - $\epsilon$ y curva $T_p$ - $\epsilon$ . b) Temperatura versus tiempo de la probeta llevada a 4,5% deformación. ....	111
Figura A1.2	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ carga-descarga para $\epsilon_i^m = 4,5\%$ deformación impuesta con termocupla a) $\frac{1}{2}$ y b) $\frac{1}{4}$ .....	111
Figura A1.3	Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con $\epsilon_i^m = 4,5\%$ con termocupla a) $\frac{1}{2}$ , a) solo en la carga y b) solo en descarga.....	111
Figura A1.4	a) Curvas Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ para $\epsilon_i^m = 4,5\%$ con termocupla a) $\frac{1}{2}$ y $\frac{1}{4}$ , b) Método de la tangente para encontrar el LSE en 4,5%. ....	112

Figura A1.5	Microestructura para $\epsilon_i^m=2,5\%$ : a) con deformación y b) después del tratamiento térmico. Se observan granos equiaxiales de austenita y el crecimiento de grano debido al tratamiento térmico aplicado. ....	112
Figura A2.1	Termograma para probetas con $\epsilon_i^m =5,0\%$ de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K. ....	113
Figura A2.2	Termograma para probetas con $\epsilon_i^m =6,5\%$ de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K. ....	114
Figura A2.3	Termograma para probetas con $\epsilon_i^m =9,0\%$ de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K. ....	115
Figura A2.4	Termograma para probetas con $\epsilon_i^m =10,7\%$ hasta la fractura, 1er y 2do ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K. ....	116
Figura A3.1	Curvas de temperatura versus tiempo para la termocupla ubicada en el centro de la probeta. ....	117
Figura A4.1	Curva de carga para esfuerzo-deformación y temperatura-deformación con $\epsilon_i^m =2,5\%, 3,3\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%,10,5\%$ y $10,7\%$ para termocupla a $\frac{1}{2}$ , solo en carga. ....	119
Figura A5.1	Curva de carga para esfuerzo-deformación y temperatura-deformación con $\epsilon_i^m =2,5\%, 3,3\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%,10,5\%$ y $10,7\%$ para termocupla a $\frac{1}{2}$ , solo en descarga. ....	120
Figura A6.1	Curvas $\sigma-\epsilon$ y $T_p-\epsilon$ para $\epsilon_i^m =2,5\%, 3,3\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%, 10,5\%$ y $10,7\%$ con termocupla a $\frac{1}{2}$ y $\frac{1}{4}$ , en carga y descarga. ....	121
Figura A7.1	Curva de tracción monotónica hasta la fractura y curvas de tracción cíclica hasta distintos niveles de deformación. ....	122
Figura A7.2	a) Área del ciclo de histéresis, $E_t$ , en función del número de orden de los ciclos de una serie, $n$ , para distintos valores de $\epsilon_i^m$ . b) Área del ciclo de histéresis, $E_t$ , coeficiente de amortiguamiento, $\beta$ , y amplitud de deformación, $\delta$ , en función de la máxima deformación impuesta, $\epsilon_i^m$ , en cada serie de ciclos. Los valores $E_t$ , $\beta$ y $\delta$ corresponden a promedios calculados sobre los últimos 5 ciclos de cada serie. ....	122

# 1 INTRODUCCIÓN

## 1.1 Antecedentes

Las Aleaciones con Memoria de Forma (AMF) presentan dos tipos de efectos al aplicársele esfuerzos, en distintos rangos de temperatura: el efecto superelástico (ES), y el efecto de memoria de forma (EMF) (OTSUKA & WAYMAN, 1998). En ambos casos, el comportamiento se relaciona con una transformación de fases sin difusión (por desplazamiento), denominada martensítica. Ella involucra una fase madre, austenita o fase  $\beta$ , de alta simetría, y una fase metaestable, martensita ( $M$ ), de baja simetría. Para ambos efectos se pueden obtener deformaciones importantes, por aplicación de carga, que son recuperables. En el ES, el material recupera su forma inicial simplemente retirando la carga, en tanto que en el EMF, además de retirar primero la carga, es preciso aplicar un tratamiento térmico.

Una de las familias de AMF más conocidas y estudiadas corresponde a la aleación NiTi (Nitinol) (OTSUKA & WAYMAN, 1998), para la cual se han desarrollado diversas aplicaciones para la industria y medicina, tales como: stents, termostatos, válvulas de control, monturas de gafas para niños y actuadores mecánicos. Otras aleaciones superelásticas estudiadas en las últimas décadas incluyen varias aleaciones base cobre, por ejemplo: CuZnAl, CuAlNi y CuAlBe (CASCIATI, 2008).

Aplicaciones de aleaciones base cobre: mecanismo de seguridad (válvulas de seguridad), fusibles de temperatura, alarmas (MIRAVETE, 1995), elementos vibratorios estructurales para disminuir el efecto de los terremotos (TORRA et al., 2007), (BELTRAN et al., 2011), termostatos para recipientes de café (GUARIGLIA et al., 1999).

Las aleaciones de Cu-Al presentan una transformación eutectoide  $\beta$  (bcc)  $\leftrightarrow$   $\alpha$  (fcc) +  $\gamma_2$  (estructura Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub>), para 11,8%p. Al y 548,2°C (823K). La fase  $\beta$  puede ser retenida metaestablemente a temperatura ambiente mediante enfriamientos rápidos. Durante este enfriamiento, suficientemente rápido, esta fase  $\beta$  primero se ordena y luego transforma martensíticamente alrededor de los 347°C (620K) (OTSUKA & WAYMAN, 1998), la cual es una temperatura demasiado alta para aplicaciones prácticas de una AMF; esta temperatura disminuye con el aumento de contenido de Al, pero se facilita la precipitación de la fase de equilibrio  $\gamma_2$ , lo cual es indeseable para una AMF. Como consecuencia, en la perspectiva de dichas aplicaciones, a las aleaciones CuAl se les agrega un tercer elemento para obtener temperaturas de transformación adecuadas. Los resultados de agregar pequeñas cantidades de Be a la aleación próxima a la composición eutectoide revelan que se produce una pronunciada disminución de la temperatura  $M_s$  sin acelerar la formación de las fases de equilibrio. Esta y otras importantes características, han hecho que sea de gran interés el estudio de aleaciones pertenecientes al sistema CuAlBe para analizar el efecto del Be (BELKAHLA, 1993).

En particular, la aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be es una aleación superelástica a temperatura ambiente que ha sido objeto de numerosas publicaciones en la última década, ver por ejemplo [(MONTECINOS et al., 2006 y 2008), (ARAYA, 2008), (SEPÚLVEDA et al., 2008) y (DURAN et al., 2011)]. En particular, ella ha sido propuesta como potencialmente utilizable para disipar energía sísmica en las uniones viga columna de edificios altos y/o flexibles. (BELTRAN et al., 2011). Por otra parte, se ha observado que las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  en tracción cíclica de esta aleación superelástica muestran, para deformaciones más allá del rango superelástico, en el llamado rango

post-superelástico (RPSE), ciclos de histéresis a los cuales se asocia un importante amortiguamiento interno. El amortiguamiento de un material es la capacidad para convertir la energía mecánica en calor.

## **1.2 Objetivos**

### **1.2.1 Objetivo general**

El objetivo general de esta tesis es analizar la evolución de la microestructura de una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be deformada en el rango post-superelástico, para así obtener información acerca del mecanismo de amortiguamiento interno en ese rango. La deformación se impondrá por tracción, en ciclos de carga-descarga, a temperatura ambiente y a velocidad constante de deformación.

### **1.2.2 Objetivos específicos**

- 1.- Determinar parámetros mecánicos del material en tracción tales como: módulo de Young, esfuerzo de transformación, límite superelástico, y esfuerzo y deformación a la fractura, en tracción.
- 2.- Estudiar la evolución del esfuerzo y de la temperatura de la probeta por calentamiento cuasiadiabático, durante ensayos de tracción. En particular, determinar si se presentan discontinuidades sobre la curva temperatura-deformación que se puedan relacionar con cambios en el comportamiento del material con la deformación impuesta.
- 3.- Estudiar las transformaciones de fase, mediante microscopía óptica y calorimetría diferencial de barrido (DSC), producidas por la deformación y por los ciclos térmicos aplicados en el calorímetro, en probetas sometidas a distintas deformaciones por tracción en el rango post-superelástico,
- 4.- Caracterizar los mecanismos de fractura en relación con las fases presentes, mediante análisis fractográfico por microscopía electrónica de barrido (SEM).
- 5.- Analizar el conjunto de los resultados aquí obtenidos y la información de otros trabajos previos, buscando relaciones estructura-propiedades particularmente en relación con el mecanismo de amortiguamiento interno manifestado en el RPSE.



# 2 ANTECEDENTES

## 2.1 ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA

Una Aleación con Memoria de Forma (AMF) es un material que presenta dos tipos de efectos al aplicársele esfuerzos, en distintos rangos de temperatura: el efecto superelástico (ES), que es aquel de interés en este trabajo, y el efecto de memoria de forma (EMF) (OTSUKA & WAYMAN, 1998). En ambos casos, el comportamiento se relaciona con una transformación de fases sin difusión (por desplazamiento), denominada martensítica. Ella involucra una fase madre, austenita o fase  $\beta$ , de alta simetría, y una fase metaestable, martensita ( $M$ ), de baja simetría. La forma más conocida de inducir esta transformación es por cambio de temperatura. Sin embargo, estrictamente, en las AMF ella puede ser inducida por temperatura o por esfuerzos.

La transformación austenita-martensita ( $\beta \rightarrow M$ ) se caracteriza por varias temperaturas de interés, ver Figura 2.1, las que dependen principalmente de la composición de la aleación y también de los defectos cristalinos. Al enfriar rápidamente, desde un rango de temperatura donde la austenita es estable, se tienen las temperaturas de inicio y fin de la transformación en martensita ( $M_s$  y  $M_f$ , respectivamente, con  $M_s > M_f$ ); en tanto que al calentar desde un rango de temperatura donde la martensita esté presente, se tienen las temperaturas de inicio y fin de la transformación en austenita metaestable ( $A_s$  y  $A_f$  respectivamente, con  $A_s < A_f$ ), siendo normalmente  $A_f > M_s$ . Para obtener, a partir de la austenita estable, austenita metaestable o bien martensita, esta última una fase siempre metaestable, el enfriamiento tiene que ser necesariamente rápido, para evitar la aparición de las fases de equilibrio.

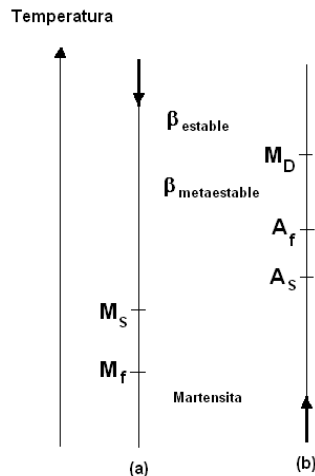


Figura 2.1 Temperatura de transformación de fase (a) por enfriamiento rápido desde  $\beta$  estable y (b) por calentamiento rápido desde martensita.

Para temperaturas superiores a una temperatura llamada  $M_d$  ( $M_d > A_f$ ) la austenita será estable y no será posible inducir la transformación de austenita en martensita por la aplicación de esfuerzo; entonces, para  $T > M_d$ , el comportamiento

mecánico del material será clásico. Por otra parte, para  $A_f < T < M_d$  se tendrá inicialmente austenita metaestable y se dará el efecto superelástico, el cual es un comportamiento reversible inducido por esfuerzo.

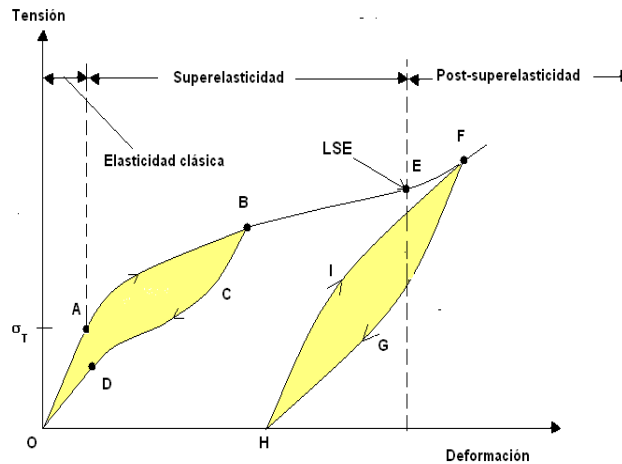


Figura 2.2 Comportamiento superelástico.

De esta manera, para una temperatura  $T$  con  $A_f < T < M_d$ , se tendrá inicialmente austenita metaestable y se podrá dar el efecto superelástico (ES), el cual es un comportamiento reversible inducido por esfuerzo (estrictamente, cuasi reversible), ver Figura 2.2. Al aplicar esfuerzos, esta austenita inicialmente se deformará elásticamente en forma clásica, sin transformación de fase); después, por sobre un esfuerzo llamado de transformación,  $\sigma_T$ , se induce la transformación martensítica por esfuerzo, iniciándose un tramo AB de elasticidad no lineal, el cual se extiende hasta deformaciones que pueden corresponder típicamente a 2-8% de deformación (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Si en este rango de esfuerzos se retira la carga, la transformación austenita-martensita se revertirá; así, se tendrá nuevamente austenita y el material recuperará su forma inicial (superelasticidad), luego de seguir la trayectoria de descarga BCDO. En el caso de un ciclo carga-descarga, ciclo OABCDO de la Figura 2.2, se observa un ciclo de histéresis en el rango superelástico (con disipación de energía) en la respectiva curva esfuerzo-deformación.

Para esfuerzos mayores, al superar un esfuerzo que se llamará límite superelástico, LSE, punto E de la Figura 2.2, se entra al denominado rango post-superelástico; aquí primero se tiene que parte o particularmente toda la martensita formada ya no es reversible (martensita retenida), por lo que al retirar la carga habrá deformaciones remanentes. Para deformaciones aún mayores, eventualmente habrá deformación plástica clásica (irreversible) de las fases presentes, hasta la fractura. Cabe señalar que, al menos en algunas aleaciones, en el rango post-superelástico también se da, concurrentemente, el efecto superelástico, y con aparición de un ciclo de histéresis (ciclo HIFGH de la Figura 2.2) (MONTECINOS et al., 2006), (MUGA, 2008), y (ARAYA, 2008).

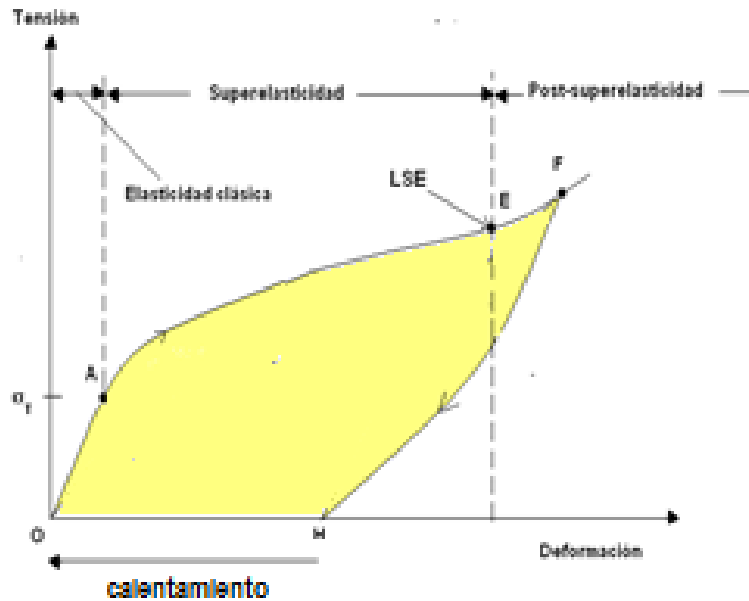


Figura 2.3 Comportamiento efecto de memoria de forma (EMF).

El efecto de memoria de forma (EMF) puede describirse esquemáticamente considerando la Figura 2.3, para el caso de tracción. El material debe estar inicialmente en condición martensítica, con  $T < M_f$ . Cuando el elemento es deformado desde O a F y luego es descargado, queda con una deformación remanente OH. Para que el material recupere su forma inicial, yendo desde H a O, debe ser calentado hasta el rango donde  $\beta$  es estable; así, la recuperación de la forma comienza en  $A_s$  y es completada en  $A_f$ .

Una de las familias de aleaciones AMF más conocidas y estudiadas corresponde a la aleación NiTi (Nitinol) (OTSUKA & WAYMAN, 1998), para la cual, en su estado superelástico, se han desarrollado diversas aplicaciones para la industria y medicina, tales como: stents, termostatos, válvulas de control, monturas de gafas para niños y actuadores mecánicos. Otras aleaciones superelásticas estudiadas en las últimas décadas incluyen varias aleaciones base cobre, por ejemplo: CuZnAl, CuAlNi y CuAlBe (CASCIATI, 2008).

En particular, la aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be policristalina, se comporta en forma superelástica dentro de un rango de temperaturas que incluye a la ambiente y hasta deformaciones de un 3-4%, aproximadamente. Se ha propuesto el uso de esta aleación en disipadores de energía sísmica, particularmente en las uniones viga columna en edificios altos y/o flexibles, donde se procura no sólo evitar el colapso de las estructuras, de acuerdo a las normativas actuales, sino que también limitar el daño estructural (TORRA et al., 2007), (MORONI et al., 2002).

## 2.2 TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA

### 2.2.1 Mecanismo básico de la transformación

En el ámbito de la ingeniería, la martensita es conocida como un componente duro de los aceros templados. De hecho, ésta fue la primer martensita observada por el

metalurgista alemán Adolf Martens. En los aceros, la austenita de estructura fcc se convierte en martensita de estructura bcc o bct, mediante un mecanismo atómico cooperativo con desplazamientos atómicos de corto alcance; por lo demás, se han observado transformaciones similares en muchas aleaciones metálicas no ferrosas. Todas estas transformaciones presentan en común el proceso no difusivo que da lugar a la nueva fase, (OLSON & COHEN, 1975) señalan que las principales características de la transformación martensítica son:

- No presenta difusión o, si ocurre difusión, ella no es propia de la transformación.
- La transformación es muy rápida.
- Ocurre distorsión de la red la que origina cambios de forma macroscópicos y no sólo reajustes atómicos dentro de un volumen determinado.
- La distorsión de la red consiste principalmente en una componente de corte, sin corresponder a deformaciones por dilatación pura.

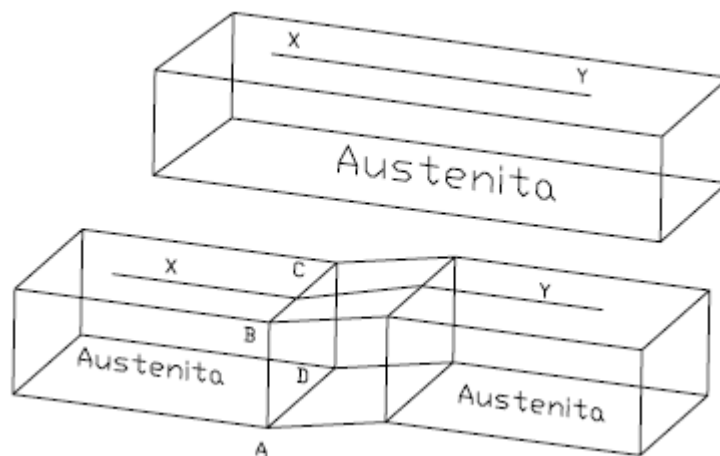


Figura 2.4 Plano macroscópico invariante ABCD.

En aleaciones base Cu, la fase madre que da lugar a la martensita se le denomina austenita,  $\beta$ . Las características geométricas de una transformación martensítica son el cambio de forma en la región y la existencia de un plano macroscópico invariante. Ambas características, llamadas de distorsión, se muestran en la Figura 2.4. La existencia de un plano macroscópico invariante requiere que la transformación se lleve a cabo por una deformación plana invariante también. En un plano invariante, el desplazamiento de cualquier átomo ocurre en una dirección fija y la distorsión es proporcional a la distancia del plano a algún otro plano de referencia, ver Figura 2.5. En algunas transformaciones martensíticas, la deformación de corte paralela al plano invariante se combina con una deformación normal, originando esta última un cambio de volumen.

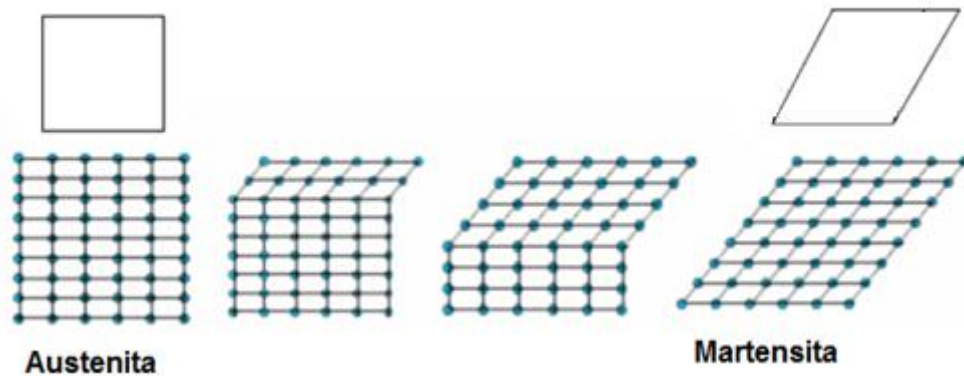


Figura 2.5 Transformación martensítica por cizalle de planos cristalinos.

Otra característica de las transformaciones martensíticas es la ocurrencia de desplazamientos heterogéneos, además de las anteriores deformaciones de distorsión. En oposición a estas últimas, los desplazamientos heterogéneos no alteran la celda del cristal. Ellos ayudan a aliviar la energía de deformación, y también forman un plano de interfaz invariante, sin distorsión macroscópica. Estas deformaciones heterogéneas pueden corresponder a los mecanismo de deslizamiento (slip) o maclado (twinning) en la martensita, ver Figura 2.6.

En estas aleaciones, la fase madre austenítica, de alta temperatura presenta una elevada simetría, por ser cúbica, en tanto que la fase martensítica, de baja temperatura, presenta una estructura cristalina compleja de baja simetría.

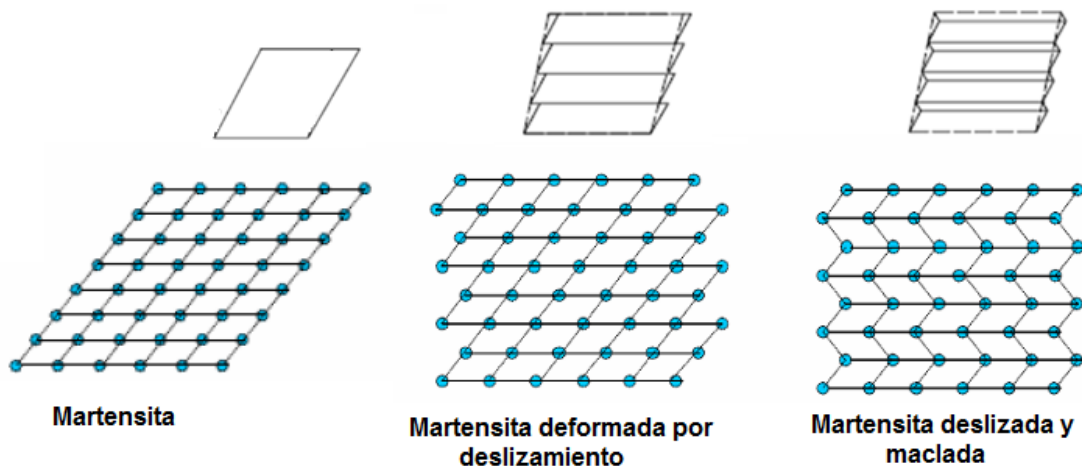


Figura 2.6 Mecanismos de desplazamiento heterogéneos en la martensita.

Por otra parte, las transformaciones martensíticas pueden ser no-termoelásticas o termoelásticas. (OLSON & COHEN, 1975) y (OTSUKA & WAYMAN, 1998). Las transformaciones no-termoelástica en general muestran un cambio de volumen importante, lo cual introduce una gran deformación, por lo que el auto acomodamiento de las distintas variantes cristalinas de la martensita dentro de un solo cristal madre es complejo, la transformación es isotérmica y la martensita es un componente duro en los

aceros, pero no es así en las aleaciones base cobre. La histéresis es muy ancha, de manera que la transformación es muy difícil. Los ejemplos típicos de transformación no-termoelástica se presentan en los aceros, aunque también pueden observarse en otros sistemas tales como Zr-Nb, ZrO, etc. Además, en las aleaciones con transformaciones termoelásticas, el cambio de volumen es pequeño y las distintas variantes martensíticas logran auto-acomodarse para minimizar la distorsión global. La transformación avanza según se incrementen las condiciones favorables de esfuerzo y/o temperatura. Dentro de este grupo se encuentran las AMF y los ejemplos más típicos son las aleaciones Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, CuAlBe y Ni-Ti. Las aleaciones Cu-Zn-Al son las que muestran un mayor amortiguamiento, pero sólo las aleaciones NiTi están disponibles comercialmente debido a sus otras propiedades funcionales superiores, tales como efecto de memoria de forma y superelasticidad. (VAN HUMBEECK, 2003). En cualquier caso, se puede afirmar que la martensita de las aleaciones termoelásticas Ni-Ti y base Cobre muestran una capacidad de amortiguación de al menos un orden de magnitud mayor que los materiales clásicos, como los aceros (VAN HUMBEECK AND STALMANS, 1998).

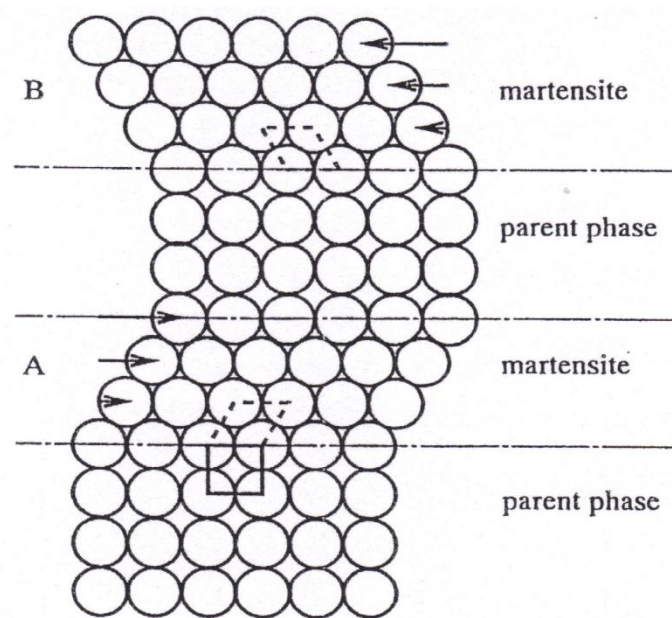


Figura 2.7 Modelo simplificado de la transformación martensítica (OTSUKA, 1998).

A continuación se expone de manera muy básica las características reversibles, en términos de forma, de las aleaciones con transformación martensítica termoestable. Al disminuir suficientemente rápido la temperatura por debajo de  $M_s$ , la transformación martensítica ocurre por un mecanismo de corte como se muestra en la Figura 2.7. Las martensitas en la región A y en la región B de esa figura tienen la misma estructura, pero sus orientaciones cristalinas son diferentes, éstas son las llamadas variantes de correspondencia de la martensita. Dado que la martensita tiene una simetría más baja, muchas variantes se pueden formar a partir de la misma fase austenita de la matriz. Ahora bien, si se eleva la temperatura y la martensita se vuelve inestable y, si es cristalográficamente reversible, la martensita se transforma en la fase madre inicial

(austenita) con la orientación inicial; de esta manera el monocristal o policristal recupera su forma inicial. (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

Por otra parte, en la Figura 2.8 a) se observa las mismas dos variantes mostrado en la Figura 2.7, estas variantes de correspondencia son macla (twin) relacionada con borde de macla y que se mueven cuando se aplica una tensión externa, estos límites individuales se mueven con el fin de dar cabida a la tensión aplicada, como se muestra en la Figura 2.8 b) o c), y si la tensión es lo suficientemente alta, se convertirá en una sola variante de martensita bajo esfuerzo. Una típica micrografía SEM (scanning electron microscopy) de martensita auto acomodada es mostrada en la Figura 2.9 a) y la Figura 2.9 b) es una ampliación de a) donde aparecen cuatro plano de variantes designado como A,B,C,D.

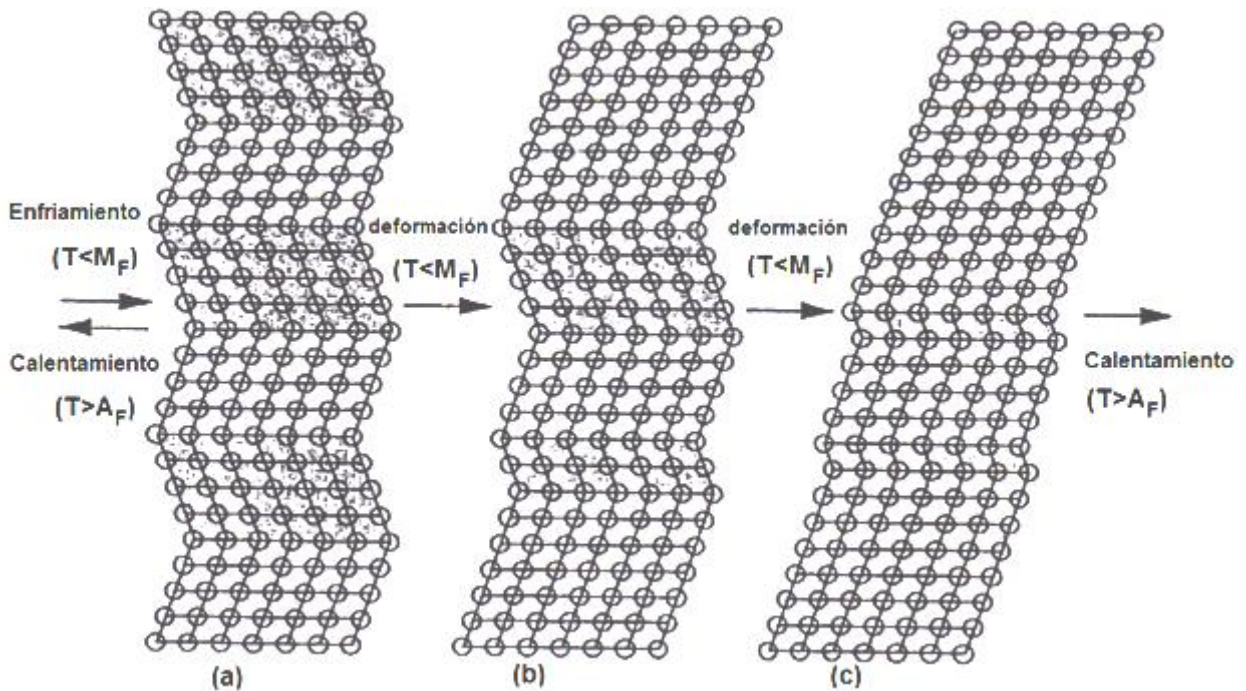


Figura 2.8 Figura extraída de la pagina 37 (OTSUKA, 1998).

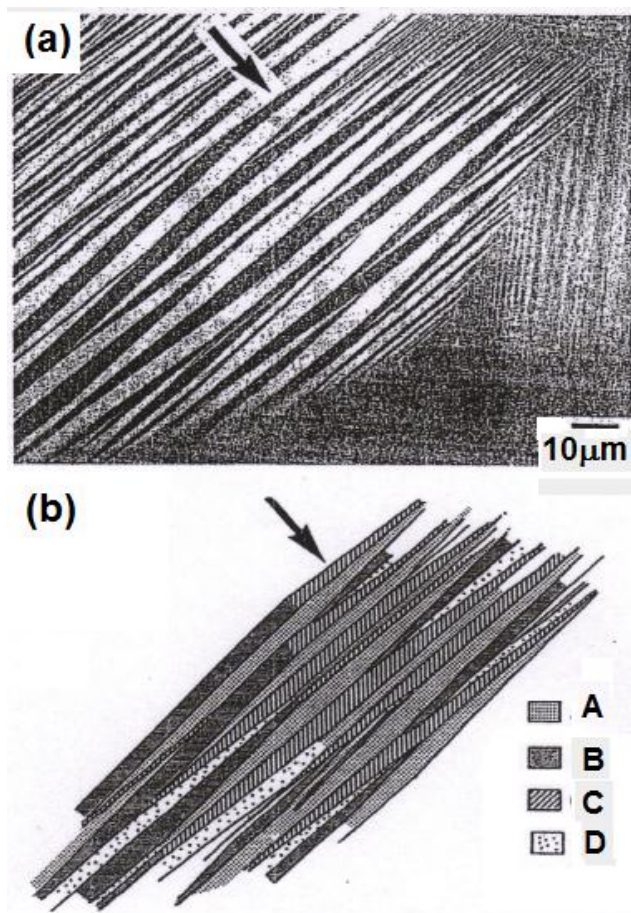


Figura 2.9 Típica Micrografía SEM diferentes variantes de martensita. (MURAKAMI et al., 1994).

## 2.2.2 Transformación inducidas por temperatura

Como se indicó la transformación martensítica directa e inversa se puede producir por cambio de temperatura, ver Figura 2.1. Una técnica muy utilizada para medir las temperaturas y las energías de las transformaciones de fase en materiales, es la calorimetría diferencial de barrido (DSC). En la Figura 2.10 se reproducen los resultados de un barrido térmico, expresados como una curva flujo de calor versus temperatura, para una muestra de NiTi, a velocidad de calentamiento (o enfriamiento) constante. Sobre la curva superior de calentamiento (80°C a 100°C) se observa que existe un máximo en la potencia requerida; se trata de la transformación endotérmica desde la martensita (monoclínica) a austenita (cúbica centrada cuerpo), la que se da entre 29,5°C y 62°C. El área bajo un máximo es proporcional al calor latente de la transformación respectiva. En la curva de enfriamiento se parte de austenita y se llega a martensita, pasando por la fase intermedia R romboédrica. Se observa que estas dos últimas transformaciones son exotérmicas.



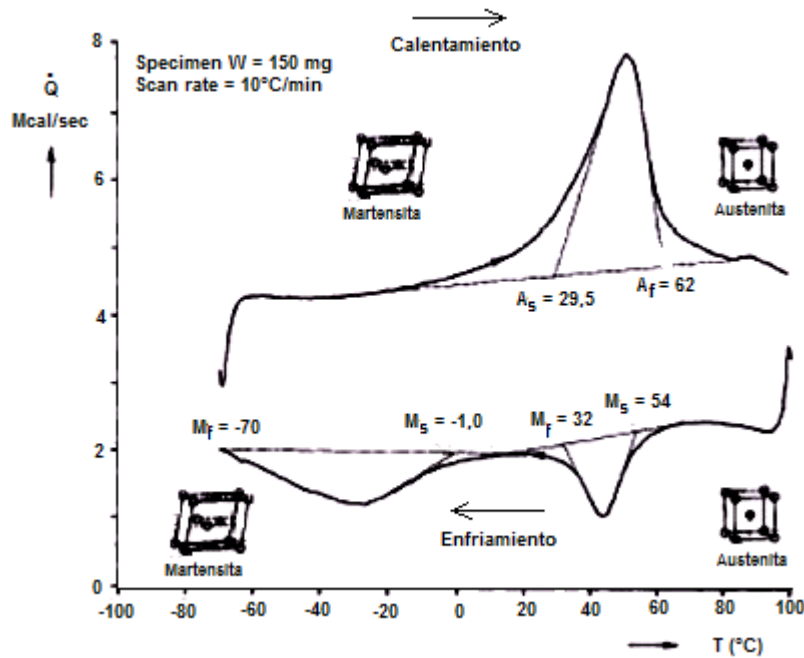


Figura 2.10 Termograma DSC “flujo de calor versus temperatura” de una muestra NiTi. (SHAW et al., 1995).

### 2.2.3 Transformación inducida por esfuerzo: superelasticidad

Supóngase que se tiene inicialmente un trozo de alambre de NiTi en estado austenítico y sometido a tracción; la correspondiente curva esfuerzo-deformación y las zonas que se distinguen en ella se presentan en la Figura 2.11; también allí se representan esquemáticamente las transformaciones estructurales correspondientes a cada zona. Primero, esta austenita se deformará elásticamente, zona O-a. Después, se llegará a un esfuerzo de transformación,  $\sigma_T$ , para el cual la austenita  $\beta$  se vuelve inestable y comienza a formarse martensita  $M$ , punto “a”. Como ya se vió, la transformación implica una elongación en tracción que tiene que ver con la distorsión a nivel microscópico. Si la deformación prosigue a temperatura constante, el resto del alambre se continuará transformando a esfuerzo constante, zona a-b. A partir del punto “b” de la Figura 2.11, la martensita se deforma elásticamente. Al llegar al punto “c” se entraría en fluencia asociada al deslizamiento entre los planos de martensita, lo que se traduciría en una deformación permanente por deslizamiento (slip). Típicamente el punto “b” significa un 6% de deformación global en estas aleaciones NiTi.

Análogamente a lo que ocurre durante la carga, cuando se descarga el alambre, al llegar al punto “b” la martensita comienza a ser inestable y ahora se forma austenita. Si se continua relajando, la fracción de austenita crece a un esfuerzo constante que es menor que el plateau de esfuerzo de la transformación de austenita a martensita. Una vez que todo el alambre está en fase austenita, se continuará descargando, recorriendo el mismo camino original de elasticidad clásica, ahora en el sentido de descarga. La característica de no experimentar deformación residual luego de sufrir deformaciones de hasta un 6%, además de devolver menor energía que la entregada para deformar al alambre, dan lugar a lo que se conoce como “Superelasticidad” (SOUL, 2005).

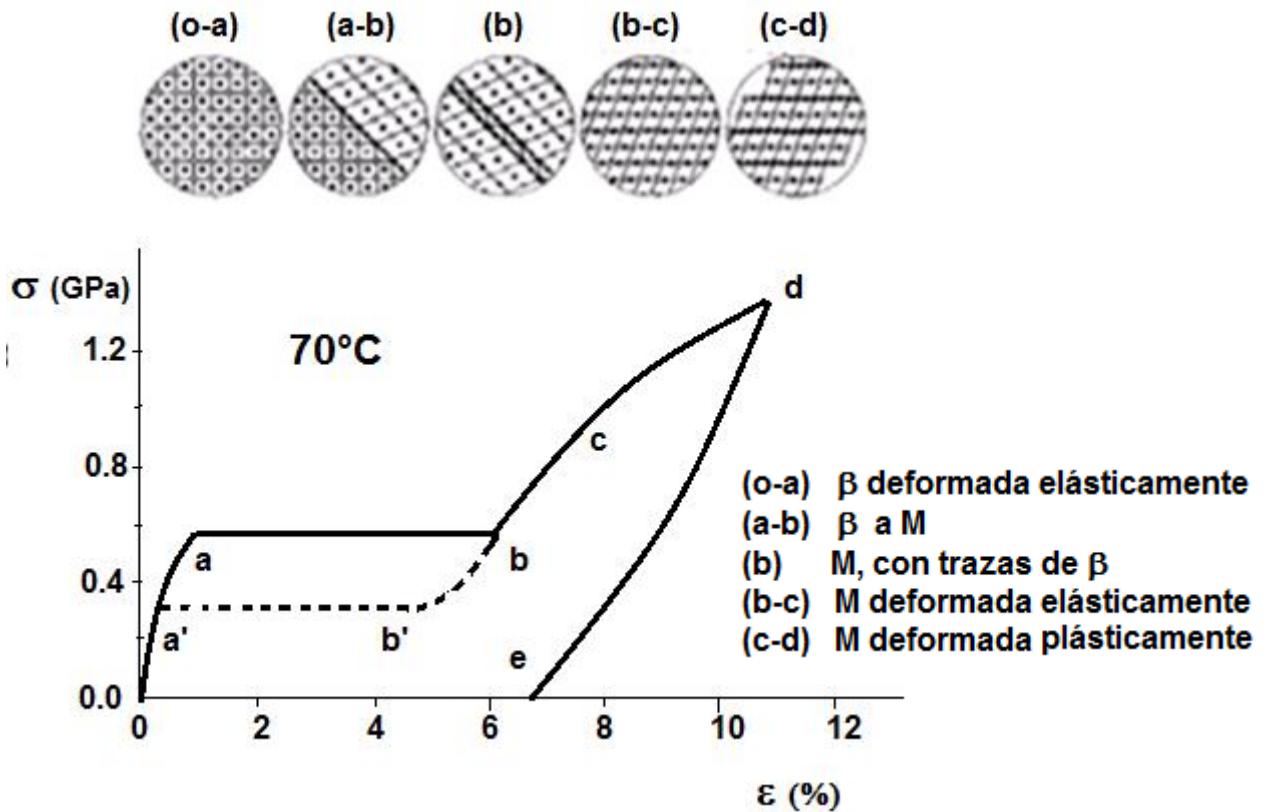


Figura 2.11 Curva esfuerzo versus deformación de una aleación NiTi superelástica, con representación esquemática de los cambios microestructurales.

#### 2.2.4 Comportamiento a diferentes temperaturas

En las aleaciones AMF el comportamiento mecánico es fuertemente dependiente de la temperatura, la que condiciona la microestructura inicial, ver Figura 2.12. Así, para temperaturas superiores a una temperatura llamada  $Md$  ( $Md > Af$ ) la austenita será estable y no será posible inducir la transformación de austenita en martensita por la aplicación de esfuerzo; entonces, para  $T > Md$ , el comportamiento mecánico del material será clásico, ver Figura 2.12a). Por otra parte, para  $Af < T < Md$  se tendrá inicialmente austenita metaestable y se dará el efecto superelástico, el cual es un comportamiento reversible inducido por esfuerzo (estrictamente, cuasi reversible), ver Figura 2.12b). En este rango, mientras mayor sea la temperatura, más estable es la austenita y, por ende, mayor es el esfuerzo  $\sigma_T$  para transformar la austenita en martensita. Finalmente, para  $T < Mf$ , el material presentará inicialmente la fase martensítica, ver Figura 2.12c); al aplicar esfuerzos se producirán deformaciones según el efecto de memoria de forma; descargando y aplicando también un tratamiento térmico adecuado se podrá recuperar la forma inicial.

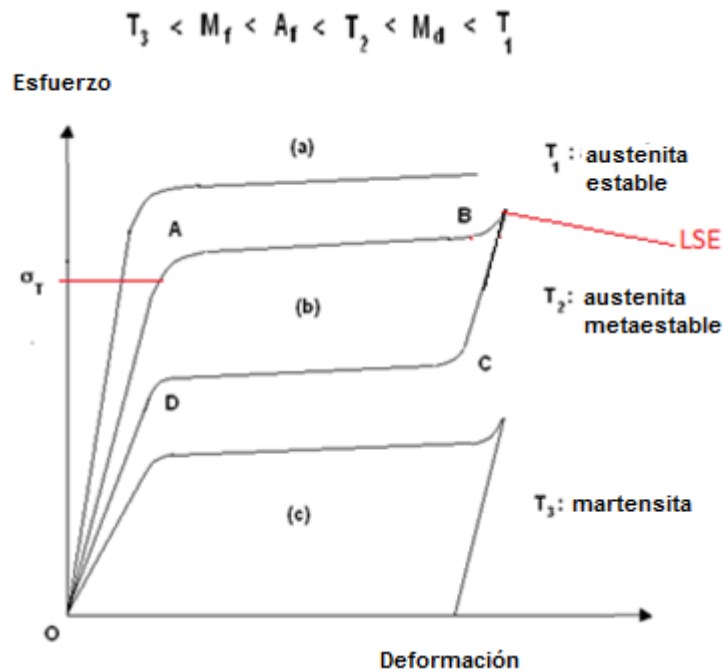


Figura 2.12 Representación conjunta del comportamiento mecánico de un material AMF a diferentes temperaturas: a) comportamiento mecánico clásico, b) efecto superelástico (ES) y c) efecto de memoria de forma (EMF).

### 2.3 ALEACIÓN CuAlBe

En general, las aleaciones de Cu-Al, conocidas como bronce al aluminio o cuproaluminios, son aleaciones con base cobre que contienen de un 5% a un 12% de aluminio. En la Figura 2.13 se presenta el diagrama de fases de equilibrio del sistema Cu-Al. Este diagrama muestra un punto eutéctico para 11,8%p. Al (32% at. de Al) y 548,2°C (823K), correspondiente a la transformación entre las fases de equilibrio  $\beta(\text{bcc}) \leftrightarrow \alpha(\text{fcc}) + \gamma_2$  (estructura  $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ ). La fase  $\beta$  puede ser retenida metaestablemente a temperatura ambiente mediante enfriamientos rápidos. Durante este enfriamiento, tal fase  $\beta$  se ordena y luego transforma martensíticamente, alrededor de los 347°C (620K) (OTSUKA & WAYMAN, 1998), la cual es una temperatura demasiado alta para aplicaciones prácticas de una AMF; esta temperatura disminuye con el aumento del contenido de Al, pero se facilita la precipitación de la fase de equilibrio  $\gamma_2$ , lo cual es indeseable para una AMF. Como consecuencia, en la perspectiva de dichas aplicaciones, a las aleaciones CuAl se les agrega un tercer elemento para obtener temperaturas de transformación adecuadas. Los resultados de agregar pequeñas cantidades de Be a la aleación próxima a la composición eutéctico revelan que se produce una pronunciada disminución de la temperatura  $M_s$  sin acelerar la formación de las fases de equilibrio. Esta, y otras importantes características, han hecho que sea de gran interés el estudio de aleaciones pertenecientes al sistema CuAlBe para investigar el efecto del Be (BELKAHLA, 1993).

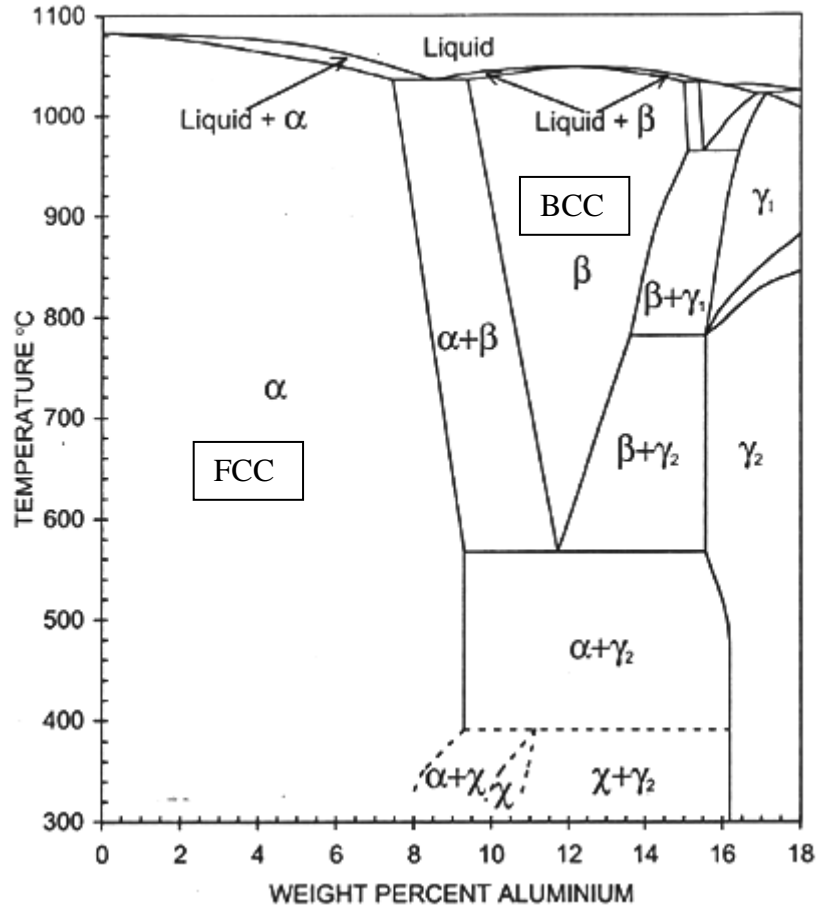


Figura 2.13 Diagrama binario Cu-Al. (HANDBOOK METALS).

Por otro lado, aún cuando el factor principal que determina la temperatura de cambio de fase es la composición de la aleación, hay otros factores que también influyen en dicha temperatura, por ejemplo, el tamaño de grano y otros factores microestructurales aún no bien determinados, que también son afectados por los tratamientos térmicos. (KUSTOV, 2004).

Algunos autores han determinado relaciones empíricas para el valor de  $M_s$  en función de la concentración de elementos en aleación. Según (BELKAHLA, 1993) el efecto de la composición sobre  $M_s$  queda dado por:

$$M_s (^{\circ}C) = 1245 - 71(\text{wt. \%Al}) - 893(\text{wt. \%Be}) \quad (2.1)$$

Por otro lado, (HIGUCHI, 1982) obtuvo la siguiente relación:

$$M_s (^{\circ}C) = 638 - 43(\text{wt. \%Al}) - 302(\text{wt. \%Be}) \quad (2.2)$$

Es directo de ambas expresiones que al aumentar la concentración de Al y/o Be el valor obtenido para  $M_s$  disminuye; más aún, ambas relaciones muestran que el efecto sobre  $M_s$  del Be es mucho mayor que aquel del Al. Sin embargo, ninguno de los dos

autores considera el tamaño de grano como variable, y es por ello que ambas relaciones deberían coincidir sólo parcialmente con datos reales medidos.

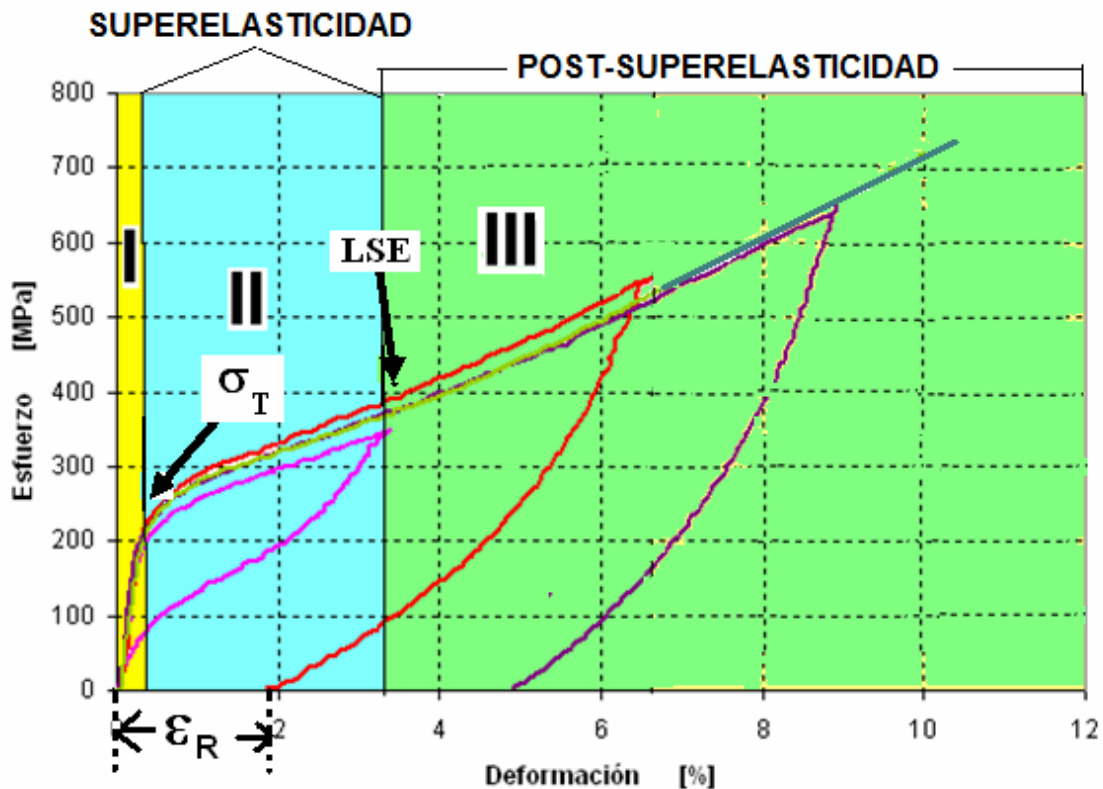


Figura 2.14 Zonas en la curva de tracción monotónica de la aleación CuAlBe.

En la curva del ensayo de tracción de un ensayo monotónico de una aleación superelástica CuAlBe, al ir aumentando el esfuerzo típicamente cabe esperar la existencia de cuatro zonas. (MUGA, 2008), y (ARAYA, 2008), ver Figura 2.14:

- Zona I de elasticidad clásica (I).
- Zona II propiamente de superelasticidad (II), que se inicia y termina en niveles de esfuerzos llamados esfuerzo de transformación  $\sigma_T$  y límite superelástico LSE, respectivamente.
- Zona III, donde se ha observado un parcial efecto superelástico acompañado de la formación de martensita retenida (o no reversible). El límite inferior de esta zona corresponde al esfuerzo que genera martensita no reversible. Además de las transformaciones observadas, se tiene deformación irreversible por deslizamiento de dislocaciones. El límite inferior de esta zona corresponde al nivel de esfuerzo que permite el inicio de la deformación plástica clásica, en tanto que el límite superior corresponde al esfuerzo de fractura. La zona III se asocia al denominado rango post-superelástico (MUGA, 2008).

## 2.4 PARÁMETROS DE LOS CICLOS DE HISTÉRESIS

### 2.4.1 Capacidad de recuperación de la deformación del material

La Figura 2.15 muestra un ciclo de carga y descarga donde hay deformación retenida en la descarga. Para estudiar la evolución de la capacidad de recuperación de la deformación del material en función de la tensión máxima aplicada se determina un parámetro de recuperación de la transformación,  $SR$  (Strain Recovery) definido como: (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2007).

$$SR = \frac{\varepsilon_{app} - \varepsilon_r}{\varepsilon_{app}} \quad (2.3)$$

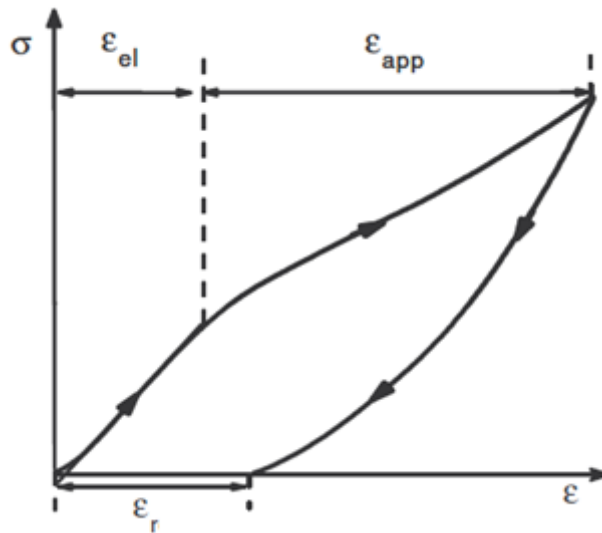


Figura 2.15 Ciclo típico de ES con deformación retenida, donde se definen distintas formas de deformación. (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2007).

donde

$\varepsilon_{el}$  : deformación elástica clásica de la fase  $\beta$ .

$\varepsilon_{app}$  : deformación aplicada (descontando la contribución puramente elástica clásica de la fase  $\beta$ ).

$\varepsilon_r$  : deformación retenida en la descarga.

### 2.4.2 Coeficiente de amortiguamiento.

La aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be es una aleación superelástica a temperatura ambiente que ha sido objeto de numerosas publicaciones en la última década, ver por ejemplo [(MONTECINOS et al., 2006 y 2008), (ARAYA, 2008), (SEPÚLVEDA et al., 2008), (DURAN et al., 2011) y (BELTRAN et al., 2011)]. En particular, ella ha sido propuesta como potencialmente utilizable para disipar energía sísmica en las uniones

viga columna de edificios altos y/o flexibles. En la Figura 2.16 se muestran esquemáticamente tres curvas (a, b, y c) relacionadas con el comportamiento mecánico en tracción (en carga y descarga) de dicha aleación. La curva a) corresponde a un gráfico de tracción a la fractura de esta aleación. Sobre dicha curva se ha indicado: i) el esfuerzo de transformación,  $\sigma_T$ , del cual se pasa del rango inicial de elasticidad clásica al rango superelástico; y ii) el esfuerzo aquí denominado límite superelástico (LSE), que es el esfuerzo por sobre el cual se tiene deformación remanente. De esta manera, el rango superelástico se extiende propiamente en el rango de esfuerzos  $\sigma_T$  - LSE, en tanto que, para esfuerzos superiores al LSE, se tendrán deformaciones remanentes y se estará en el que se denominará rango post-superelástico (RPSE).

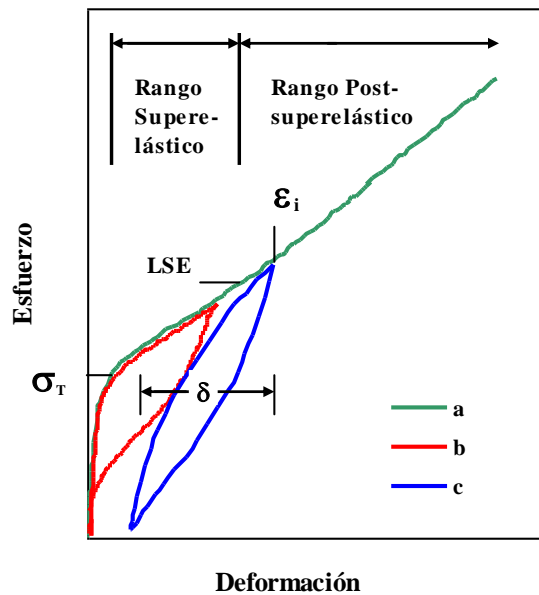


Figura 2.16 Esquema del comportamiento en tracción de una aleación Cu-11,8%p.Al 0,5%p.Be: a) curva de tracción hasta la fractura; b) ciclo de histéresis superelástico; y c) ciclo de histéresis ya en presencia de deformación remanente, en el rango post-superelástico (RPSE).

En la Figura 2.16 también se ha definido como  $\delta$  la amplitud en deformación de los ciclos de histéresis. Es bien conocido que en el rango superelástico, en el caso de cargas cíclicas hay grandes deformaciones reversibles y ciclos de histéresis, ver curva b). Por otra parte, en varios trabajos recientes se ha observado que en el RPSE de esta aleación, también se presentan, en carga cíclica, tanto en tracción (MUGA, 2008), (MONTECINO et al., 2008), (ARAYA, 2009) como en compresión, importantes deformaciones reversibles y ciclos de histéresis, ver curva c).

Los ciclos de histéresis se asocian a un efecto de disipación de energía al medio, a través de una transformación irreversible de energía mecánica en calor. Tal disipación se puede describir por un coeficiente de amortiguamiento,  $\beta$ ; adoptando la definición de (LIU & VAN HUMBEECK, 1997), se tiene, ver Figura 2.17:

$$\beta = \text{área del ciclo} / (2\pi * \text{área bajo la curva de carga}) = E_t / (2\pi * E_d) \quad (2.4)$$

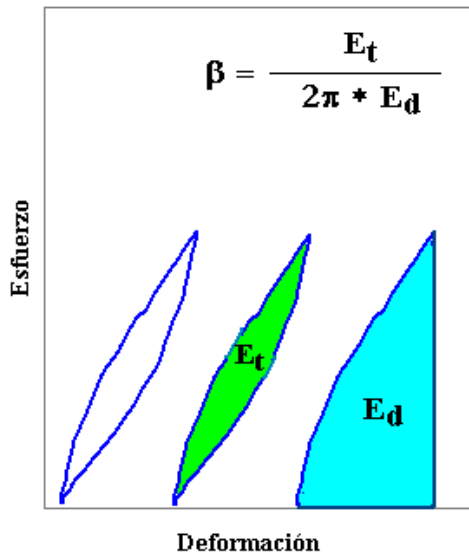


Figura 2.17 Esquemas de los parámetros considerados para la determinación del coeficiente de amortiguamiento  $\beta$  de un ciclo de histéresis, según la definición de (LIU & VAN HUMBEECK, 1997).

### 2.4.3 Mecanismos de amortiguamiento en AMF

La capacidad de amortiguamiento de un material se define como la capacidad para convertir la energía mecánica en calor. El amortiguamiento es una propiedad típica de las aleaciones que presentan una transformación martensítica termoelástica y que en consecuencia, pueden exhibir el efecto de memoria de forma (EMF) y el efecto de superelasticidad (ES). El origen de la pérdida de energía no es tan clara hasta la fecha, se acepta generalmente que el movimiento reversible de las interfases entre las diferentes variantes es responsable de la conducta observada de amortiguamiento. De esta manera, el principal mecanismo que se asocia al amortiguamiento se relaciona con el movimiento de las interfases presentes en cada caso, según se precisa a continuación: (BERTRAND, 2013), (VAN HUMBEECK, 2003), (OTSUKA & WAYMAN, 1998) y (VAN HUMBEECK & STALMANS, 1998)

- Para el EMF, la estructura inicial es martensita formada, en el caso general, por varias variantes separadas por bordes de macla. La correspondiente transformación por esfuerzo  $M \rightarrow M^*$ , se debe al crecimiento por reorientación de algunas variantes a expensas de otras, debido al desplazamiento de los bordes de macla, ver Figura 2.8. De esta manera, el mecanismo predominante de amortiguamiento es la reorientación de las variantes de martensita en la estructura autoacomodada, reorientación que se debe al movimiento de los bordes de macla entre las variantes de martensita. También se ha observado la presencia de dislocaciones en las interfases  $M/M^*$ , lo cual sugiere que estos defectos cristalinos podrían interactuar con las interfases en el mecanismo de amortiguamiento asociado a éstas. Además, en estudios a baja temperatura (70-230K) indican que habría una



contribución al amortiguamiento interno debido a la interacción de dislocaciones con defectos puntuales (KUSTOV, 2004).

- Por otra parte, en el caso del ES, asociado a la transformación por esfuerzo  $\beta \rightarrow M$ , el movimiento reversible de las interfases martensita-austenita es el responsable de la disipación de energía. Así, esta capacidad de amortiguamiento se debe a la histéresis de la transformación martensítica por esfuerzo.

Diversos autores han destacado que no existe un valor único de amortiguación para un material dado. Así, (VAN HUMBEECK & STALMANS, 1998), indican que los parámetros de temperatura, tiempo, frecuencia y la amplitud puede cambiar la capacidad de amortiguación; también tienen influencia características microestructurales tales como tamaño de grano, densidad de interfases y diversos tipos de defectos cristalinos. (OTSUKA & WAYMAN, 1998).

También parámetros tales como tamaño de grano, la textura y la cantidad de ciclos puede cambiar el comportamiento de histéresis (SABURI, 1998) menciona como factores relevantes, además del tamaño de grano, la textura y el número de ciclos. SABURI menciona además el efecto de la adición de un tercer elemento (p.e. Cu o Nb) en AMF binarias base NiTi.

## **2.5 TÉCNICAS EXPERIMENTALES**

A continuación se exponen los fundamentos de dos de las técnicas utilizadas: calorimetría diferencial de barrido y microscopía electrónica de barrido. Las otras técnicas aquí empleadas como, por ejemplo ensayos de tracción, microscopía óptica, no se abordaron por ser sus principios y montajes de amplio conocimiento.

### **2.5.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

La calorimetría diferencial de barrido DSC (Diferencial Scanning Calorimetry) es un método de análisis que permite estudiar la cinética y la energía de los diferentes procesos de transformación de fases en los materiales (dentro de muchas otras aplicaciones), contribuyendo al análisis microestructural del material. Con esta técnica se puede determinar la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia a) cuando es mantenida a temperatura constante, durante un tiempo determinado (Isotermal), o bien b) cuando es calentada o enfriada a velocidad constante, en un determinado intervalo de temperaturas (No isotermal), ver Figura 2.18.

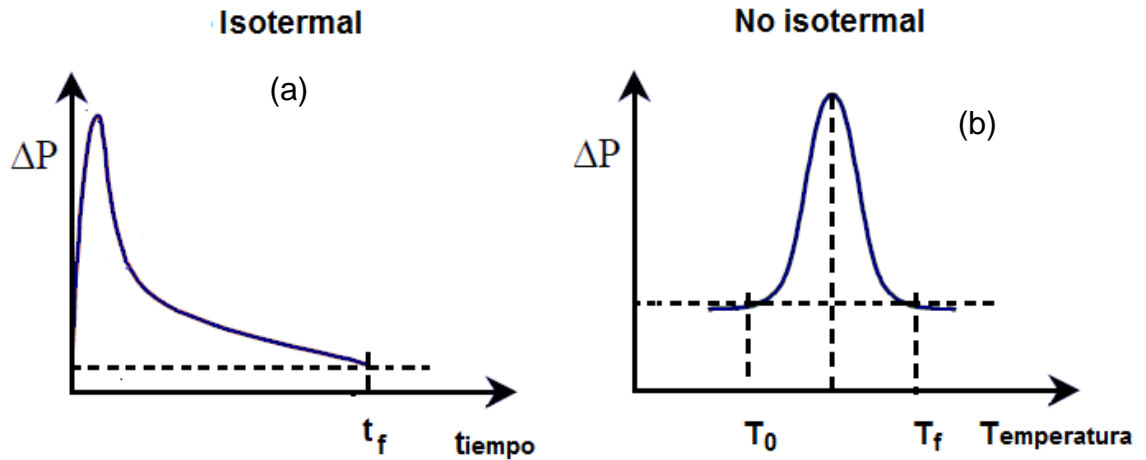


Figura 2.18 Termogramas obtenidos en el DSC a) Isotermal b) No isotermal.

En la técnica experimental del DSC se dispone de dos canastillos. Uno de ellos se usa para contener la muestra a analizar, en tanto que el otro debe servir de referencia, para lo cual el segundo se emplea frecuentemente vacío. Para cada canastillo se usan calefactores individuales y un sistema de control comprueba si se producen diferencias de temperatura entre la muestra y la referencia. Si se detecta cualquier diferencia, los calefactores individuales se corregirán de tal manera que se mantenga la misma temperatura en ambos canastillos (ver Figura 2.19).

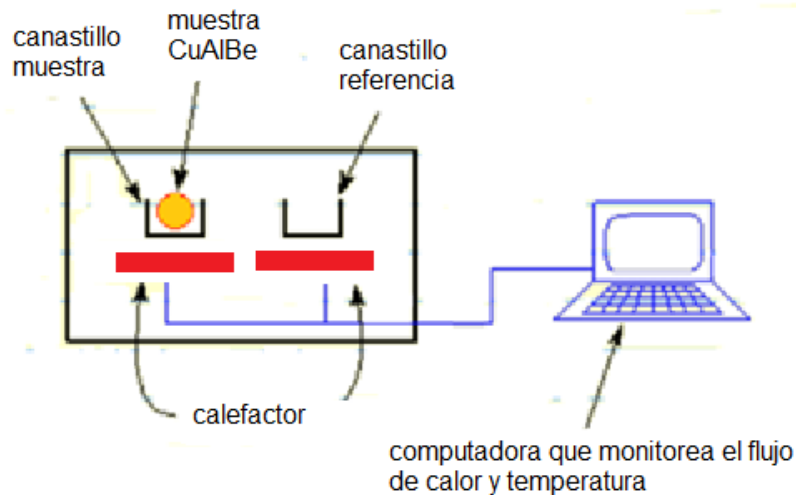


Figura 2.19 Esquema interior de DSC.

El principio básico es que, cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transformación de fase, se necesitará que fluya más (o menos) calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que fluya más o menos calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico ( $\Delta H < 0$ ) o endotérmico ( $\Delta H > 0$ ).

En particular para aleación CuAlBe, la transformación desde austenita a martensita ( $\beta \rightarrow M$ ) corresponde a una reacción endotérmica, en tanto que la transformación inversa ( $M \rightarrow \beta$ ) implica una reacción exotérmica. (MONTECINOS et al., 2008).

El proceso permite medir la variación de flujo de calor (potencia)  $P$  [J/s] respecto de la masa  $m$  [g] de la muestra analizada, comparada con una muestra de referencia, y luego expresarla en términos de capacidad calórica. En los ensayos no isotérmicos realizados a velocidad de calentamiento o enfriamiento constante,  $v$  [K/s], se registra un gráfico, termograma, de flujo de calor (potencia)  $P$  en función de la temperatura  $T$  [K]. Particularmente para velocidades  $v$  suficientemente elevadas, el área del máximo asociado a una transformación dependiente de la difusión decrecerá; en efecto, en tal caso a mayor velocidad la transformación tenderá a ser más incompleta.

A la mayor parte de las transformaciones se les asocia un máximo (o mínimo) en el termograma. A partir del análisis del máximo (o mínimo) de cada transformación se pueden determinar las siguientes características:

- Las temperaturas de inicio y fin de cada transformación.
- La entalpía de la transformación, la cual es proporcional al área del máximo (o mínimo).

Para determinar los referidos parámetros característicos de una transformación hay que ajustar la línea base del termograma, ver Figura 2.20. Como línea base frecuentemente se emplea el termograma del elemento solvente.

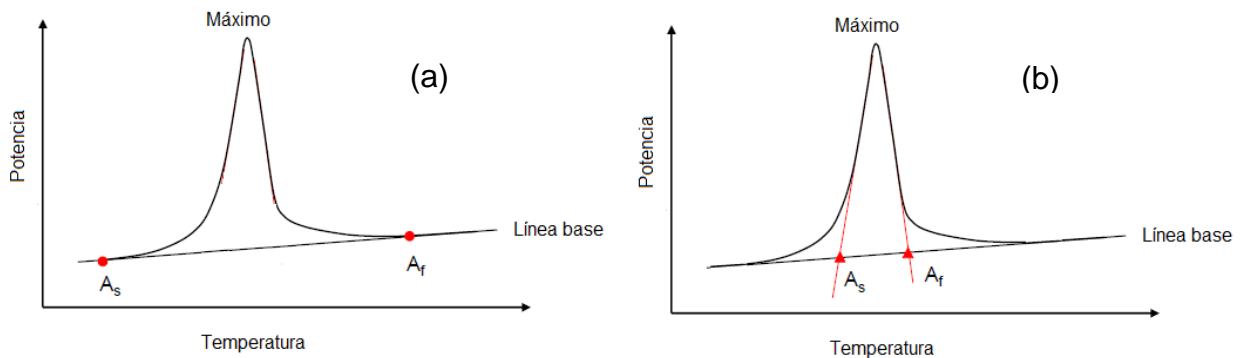


Figura 2.20 Definición de parámetros térmicos y calorimétricos, en un experimento no isotermal (transformación tipo  $M \rightarrow \beta$ ).

### Determinación de las temperaturas de transformación

Como ya se ha expuesto, la transformación austenita-martensita directa e inversa se caracteriza por varias temperaturas de interés, ellas son:  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$ , y  $A_f$ . Estas temperaturas se determinan en experimentos no isotermales con la curva calorimétrica y la línea base. En la Figura 2.20, tomando como ejemplo la transformación  $M \rightarrow \beta$ , se presentan gráficamente dos procedimientos convencionales para determinar las temperaturas de inicio y de fin de una transformación. En esta tesis se empleó el procedimiento de la Figura 2.20 a), donde se identifican los puntos de tangencia entre la

tlínea base y el máximo local. En la convención ilustrada en la Figura 2.20 b), estas temperaturas se determinan mediante la intersección de la línea base con rectas tangentes a la zona de la curva cercana al máximo.

### Determinación de la entalpía de transformación.

La información experimental directamente obtenida en un análisis no isotermal realizado a una velocidad  $v$  [K/s] en una muestra de masa  $m$  [g], corresponde a un gráfico potencia  $P$  [J/s] versus  $T$  [K].

La entalpía específica  $H$  [J/g] de una transformación a la cual corresponde un máximo (o mínimo) en el termograma, y que se extiende entre las temperaturas  $T_0$  [K] y  $T_f$  [K], se puede determinar a través de las relaciones que se exponen.

Sea  $dQ$  [J] el calor transferido, en un intervalo de temperatura  $dT$  y en un intervalo de tiempo  $dt$ , entonces

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{dH}{dt} \cdot m \quad (2.5)$$

Además, se tiene que

$$v = \frac{dT}{dt} \quad (2.6)$$

y

$$P = \frac{dQ}{dt} \quad (2.7)$$

donde  $t$  [s] es el tiempo.

Así, a partir de las ecuaciones (2.5), (2.6) y (2.7) se tiene que:

$$P = \frac{dH}{dT} \cdot m \cdot v \quad (2.8)$$

Por otro lado, el calor específico a presión constante se define como:

$$\Delta C_p = \frac{dH}{dT} \quad (2.9)$$

Así, de las ecuaciones (2.8) y (2.9) resulta:

$$P = \Delta C_p \cdot m \cdot v \quad (2.10)$$

Despejando (2.10)

$$\Delta C_p = \frac{P}{mv} \quad (2.11)$$

A través de la ecuación (2.11), los datos experimentales  $P$  vs  $T$ ,  $m$  y  $v$ , permiten llegar a un gráfico  $\Delta C_p$  vs  $T$ , ver Figura 2.21. Bajo la forma de ese tipo de gráfico se representarán los resultados experimentales DSC en esta tesis.

Ahora, a partir de la ecuación (2.9) se tiene

$$dH = \Delta C_p dT \quad (2.12)$$

Integrando se llega a

$$\int_{T_0}^{T_f} dH = \int_{T_0}^{T_f} \Delta C_p dT \quad (2.13)$$

Cabe notar que la integral del segundo miembro es directamente el área  $A$  bajo el máximo, ver Figura 2.21. De esta manera, la entalpía específica  $H$  de la transformación corresponde directamente al área bajo el máximo respectivo en la curva  $\Delta C_p$  vs  $T$ .

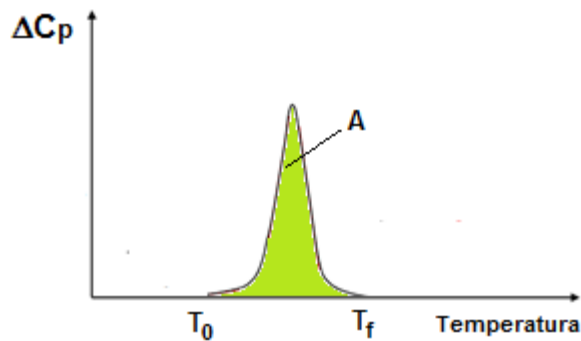


Figura 2.21 Área  $A$  de un máximo que se extiende entre  $T_0$  y  $T_f$ .

## 2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido es una importante herramienta en la ciencia e ingeniería de materiales. Entre otros, se analizan superficies pulidas para obtener información de la microestructura o bien superficies de fractura para identificar los mecanismos de fractura, para evaluar recubrimientos de poco espesor, etc. En contraposición a la microscopía óptica, en la cual la superficie es expuesta a la luz visible incidente, el microscopio electrónico de barrido (SEM) dirige un haz de electrones sobre la superficie de la muestra a analizar y recoge señales electrónicas emitidas por la muestra, para obtener una imagen sobre una pantalla así como otra información.

La muestra (salvo que ya sea conductora, como ese el caso de los materiales metálicos) generalmente se recubre con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. La muestra se coloca inicialmente en una cámara de

pre-evacuación a la cual se le hace vacío después de cerrada la puerta; posteriormente la muestra es introducida remotamente a la cámara principal. El portamuestra tiene controles para desplazar y rotar la muestra, de modo de ubicarla apropiadamente frente al haz de electrones.

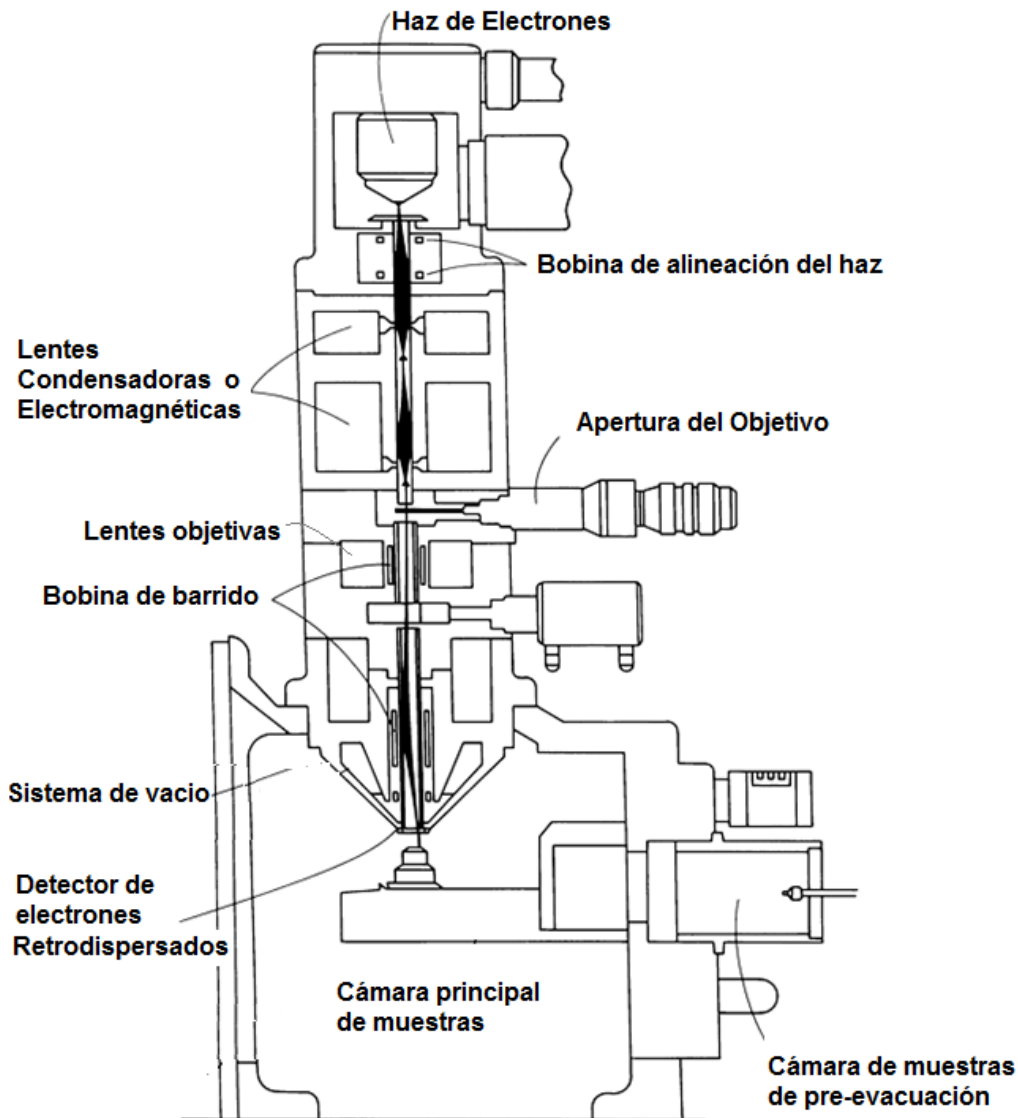


Figura 2.22 Sección transversal esquemática de un microscopio electrónico de barrido JEOL disponibles comercialmente.

En la Figura 2.22 se ilustra esquemáticamente los principios de su funcionamiento. Básicamente, un cañón de electrones produce un haz de electrones (1-30 KV) en una columna al vacío el cual es dirigido y enfocado sobre un pequeño punto de la muestra. Las bobinas de alineación permiten alinear inicialmente el haz según el eje de los lentes electromagnéticas del microscopio. En seguida, al pasar a través de las lentes condensadoras el haz es enfocado por primera vez algo por debajo de ellas. Posteriormente, el diámetro del haz es modificado al pasar por la perforación

seleccionada de la placa de apertura del objetivo. Las lentes objetivas permiten la focalización final del haz sobre la muestra; de esta manera, el diámetro del haz depende de las lentes condensadoras y objetivo, y de la placa de apertura. Finalmente, las bobinas de barrido permiten que el haz barra el área seleccionada de observación de la muestra.

La columna y la cámara principal del microscopio deben estar en condiciones de alto vacío ( $\leq 10^{-4}$  torr) el cual se produce mediante el uso de bombas difusoras.

Este vacío permite proteger el filamento del cañón electrónico, evitar la dispersión de los electrones provenientes del cañón y después de la muestra con moléculas gaseosas y limitar la contaminación de la muestra.

En este microscopio los electrones primarios deben irradiar la muestra con un ángulo pequeño de incidencia, de modo que ellos interactúen con las protuberancias de la superficie (ver Figura 2.23). De esta manera se generan simultáneamente varias señales con información de la muestra: electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X, fotones y otras partículas menos significativas. Estas señales derivan de cualquier colisión elástica (electrón-núcleo) o inelásticas (electrón-electrón). Las colisiones elásticas producen electrones retrodispersados que llevan información topográfica y datos de composición. Las colisiones inelásticas generan electrones secundarios, rayos X y fonones. (HANDBOOK METALS).

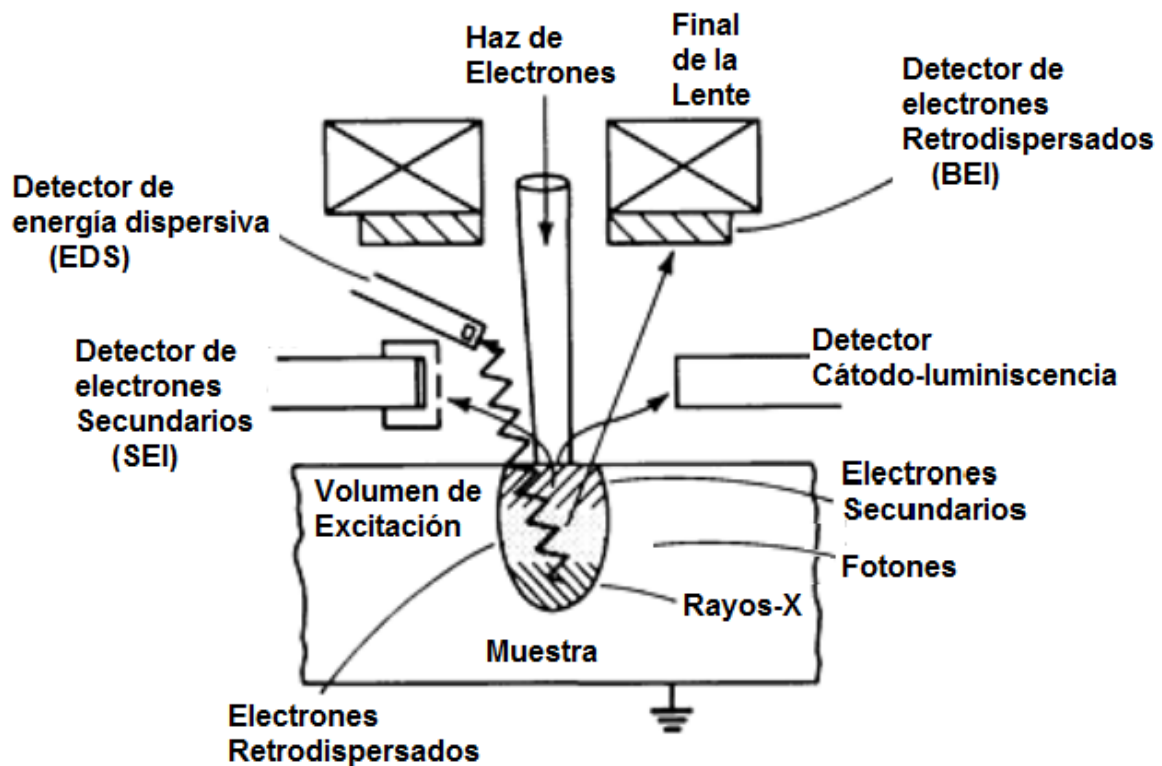


Figura 2.23 Origen y detección de señales de datos (Handbook Metals).

La imagen SEM se obtiene más frecuentemente con electrones secundarios empleando un detector apropiado (SEI – Secondary Electron Image), que son los que permiten obtener una imagen con la mayor resolución. Estos son colectados por un

detector de electrones donde la energía cinética es convertida en puntos de mayor o de menor luminosidad, es decir, en luz visible. Esta luz es dirigida a un amplificador donde se convierte en señal eléctrica, la cual pasa a una pantalla de observación donde la imagen es formada línea por línea y punto por punto. Los circuitos que dirigen las bobinas de barrido (que obligan al haz a barrer la muestra), son las mismas que dirigen la parte de colección de electrones y que producirán una imagen aumentada que se proyecta en una pantalla. Así se tiene una señal electrónica que permite lograr una imagen con un amplio rango de aumentos (15-100.000), una resolución frecuentemente superior a 5 nm y una profundidad de campo muy superior a la de un microscopio óptico; por ejemplo, a 10.000 aumentos, la profundidad de campo de un SEM puede ser 10  $\mu\text{m}$ . La imagen también se puede obtener empleando un detector de electrones retrodispersados (BEI – Backscattered Electron Image); en este caso la imagen es de menor resolución que con electrones secundarios pero tiene la ventaja de que ofrece un mayor contraste de fases, al ser más sensible a la composición, y una mejor visualización de la topografía.(SMITH, 2006).

Para la captación de la información de la composición química y otras funciones se emplean detectores como los siguientes:

- Detector de energía dispersiva (EDS – Energy Dispersive Spectrometer), el que permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra, ver Figura 2.23.
- Detector por Cátodo-luminiscencia es de especial valor para los materiales semiconductores.



# 3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

## 3.1 INTRODUCCIÓN

Se contó con la aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be policristalina superelástica, producida por Trefimetaux. Se verificó que el material disponible tenía la forma de alambre de 3,4 mm de diámetro, con microestructura austenítica recristalizada (ver acápite 4.4). De él se cortaron trozos de 100 mm de longitud, los cuales fueron sometidos a un envejecimiento convencional a 100°C durante 24 h. El envejecimiento tiene como propósito eliminar vacancias y estabilizar el material.

Se realizaron ensayos de tracción monotónica, hasta distintos niveles de deformación, cubriendo preferentemente el rango post-superelástico, hasta la fractura. Se trabajó a temperatura ambiente y a una velocidad de tracción constante, 10 mm/min. Durante estos ensayos, se midió la temperatura de la probeta, empleando dos termocuplas tipo K. Se determinó la curva esfuerzo-deformación y temperatura-deformación para un único ciclo carga-descarga. También se estudió el efecto de recocido sobre la microestructura del material deformado por tracción.

Muestras de probetas traccionadas se caracterizaron con las siguientes técnicas:

- Microscopía óptica, a fin de caracterizar el tipo y morfología de las fases presentes, y determinar el tamaño de grano austenítico, la eventual presencia de agujas de martensita retenida y la fracción volumétrica de la martensita.
- Microdureza, para verificar si el material de fábrica venía recristalizado.
- Calorimetría diferencial de barrido, para medir las energías y las temperaturas asociadas a las transformaciones detectadas en el calorímetro. A través de esto, en particular se obtuvo información de la fracción volumétrica de austenita.
- Microscopía electrónica de barrido (SEM), para análisis fractográfico.

## 3.2 ENSAYOS MECÁNICOS

### 3.2.1 Introducción

Las probetas fueron sometidas a un tratamiento de envejecimiento convencional a 100°C durante 24 h y luego templadas en agua a temperatura ambiente. El envejecimiento tiene como propósito eliminar vacancias y estabilizar el material (KUSTOV, 2004).

Se realizaron ensayos de tracción monotónica hasta distintos niveles de deformación máxima, registrándose el esfuerzo-deformación en la carga y descarga. La máquina de ensayo de tracción utilizada es una INSTRON H-1134 instalada en el Laboratorio de Ensayos Mecánicos del Centro de Estudios de Medición y Certificación de Calidad, CESMEC S.A. La deformación de las probetas se midió con un extensómetro de 25 mm de longitud, la longitud total de cada una de las probetas ensayadas fue de 100 mm, aproximadamente.

En esta experiencia se trabajó a temperatura ambiente; para un primer grupo de probetas esto correspondió a 16,5°C (mes de junio), en tanto que un segundo grupo de ellas correspondió a 20,5°C (mes de octubre). Se empleó una velocidad de tracción constante de 2,5 mm/min.

Con el ensayo de tracción se determinaron las siguientes deformaciones máximas de  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ , 3,3%, 5,0%, 6,5% y 9,0%. Además, se ensayaron dos probetas hasta la fractura.

La temperatura de las probetas durante el ensayo se midió con dos termocuplas tipo K adheridas a la zona útil del alambre con un pequeño elástico (odontológico), de manera que el extremo de un sensor estuviese en contacto superficial con el centro de la probeta y con otro punto ubicado a 1/4 de la longitud de la zona útil, ver Figura 3.1a). Se utilizó una interfaz DAQVIEW XL, facilitada por el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Santiago de Chile, ver Figura 3.1b) para los registros de temperatura en función del tiempo real.



Figura 3.1 a) Ubicación de termopares en la probeta dentro de la zona de 25mm del extensómetro y 3,4 mm de diámetro. b) Interfaz DAQVIEW XL.

Para acoplar en el tiempo las operaciones simultáneas de registro esfuerzo-deformación, por una parte, y temperatura-tiempo por otra, se filmaron en un mismo cuadro las imágenes de los registros de la máquina de tracción y de la citada interfaz. Así se obtuvieron curvas de esfuerzo-deformación de ingeniería,  $\sigma$ - $\epsilon$ , y temperatura-deformación,  $T_p$ - $\epsilon$ , para cada uno de los ensayos realizados.

### 3.2.2 Ensayo de tracción

Para el ensayo de tracción se emplearon como probetas un trozo de alambre de la aleación CuAlBe, con las siguientes dimensiones:

- Diámetro : 3,4 [mm]
- Longitud útil : 25 [mm]
- Longitud total de la probeta : 100 [mm]

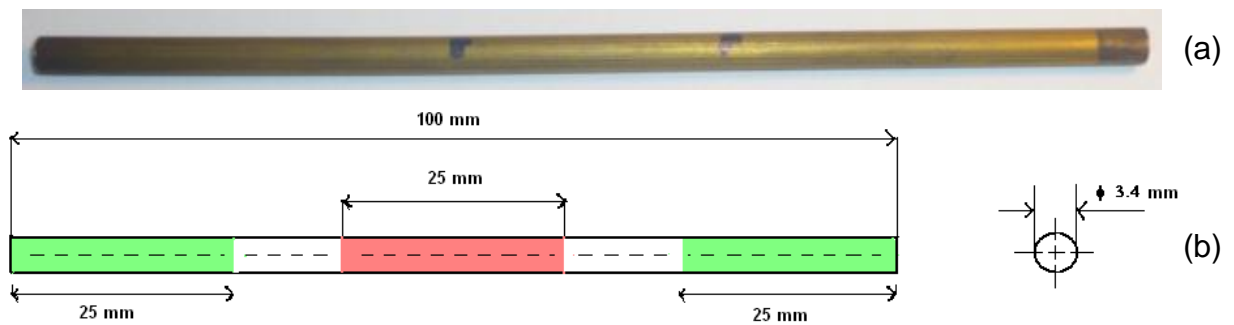


Figura 3.2 Geometría de la probeta de tracción. a) probeta de CuAlBe, b) zona dentro de la probeta de tracción.

En la Figura 3.2 a), se muestra la probeta de CuAlBe y en la Figura 3.2 b), se presentan distintas zonas que se distinguen en la probeta de tracción. Las zonas verdes corresponden a la fijación de las mordazas. La zona roja muestra la zona útil con la distancia extensométrica de 25 mm. La velocidad establecida para las pruebas fue de 2,5 mm/min.

Se utilizó la máquina con una celda de 1000 Kgf. El equipo registró digitalmente los datos esfuerzo-deformación luego de reconocer los parámetros de entrada: distancia entre mordazas, distancia del extensómetro y velocidad del ensayo. La máquina utilizada estaba calibrada dentro del rango 500 a 8000 N, con un intervalo de división de escala 0.01 N, suficiente para el presente trabajo. El montaje de la probeta de alambre CuAlBe instrumentada se muestra en la Figura 3.3.

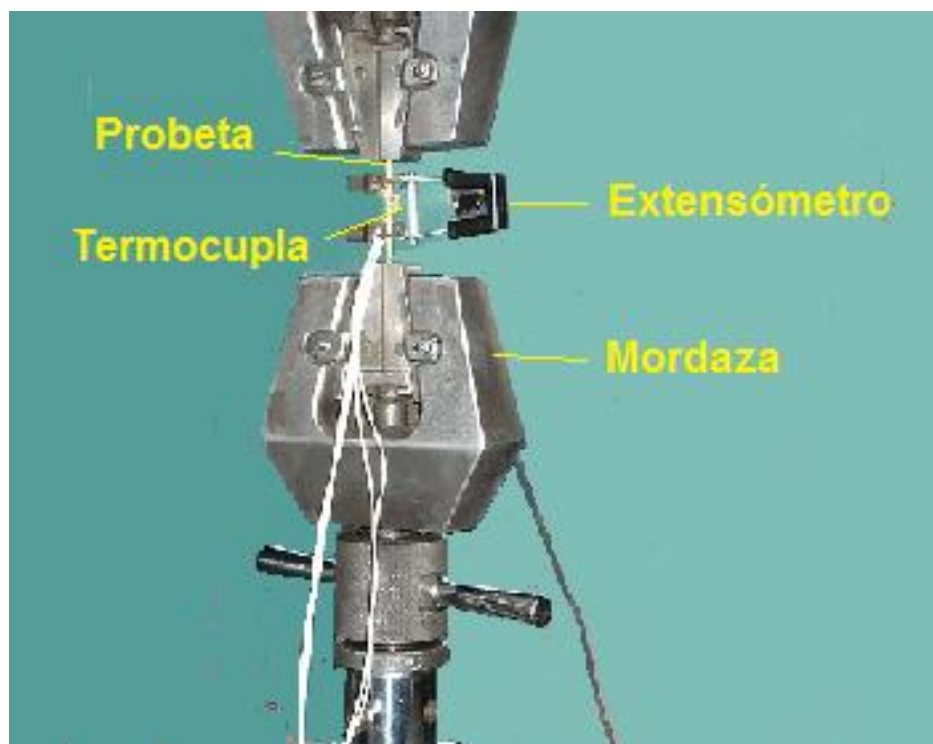


Figura 3.3 Montaje de la probeta de tracción de CuAlBe.

### 3.2.3 Metodología del ensayo

A continuación se presenta el procedimiento para la realización del ensayo de tracción.

- 1.- Se marca la probeta con una longitud extensométrica de 25 mm.
- 2.- Se mide el diámetro y longitud entre marcas de la probeta, con un pie de metro.
- 3.- Se calcula el desplazamiento de las deformaciones máximas de  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ,  $3,3\%$ ,  $5,0\%$ ,  $6,5\%$  y  $9,0\%$  en carga y descarga.
- 4.- Se utiliza en el ensayo hasta la fractura el programa completo donde el tiempo del ensayo concluye una vez que la probeta se corta.
- 5.- Se inicializa el “software” de adquisición de datos de tracción y se ingresan los parámetros para el ensayo: velocidad de deformación, diámetro de la probeta, deformación máxima y longitud útil.
- 6.- Se instala la probeta en las mordazas de la máquina. Como se desea registrar la evolución de la temperatura durante el ensayo, también se sujetan las termocuplas a la superficie de la probeta, mediante bandas elásticas. En todos los ensayos las termocuplas se ubican en el centro y en un cuarto de la sección útil de la probeta.
- 7.- Para la sujeción de las mordazas se consideraron aproximadamente 25 mm para así evitar el deslizamiento y, por consecuencia, ensayos erróneos.
- 8.- Se coloca el extensómetro sobre las marcas anteriormente realizadas.
- 9.- Fijado el extensómetro, se confirma en el PC que el software esté en espera para la adquisición de datos.
- 10.- Se prepara la grabadora para filmar el ensayo. Se registran los datos de carga-desplazamiento directo de la curva de tracción, simultáneamente con los datos de temperatura de las dos termocuplas registrados con la interfaz de temperatura.
- 11.- Antes de comenzar el ensayo, se revisa que todo esté en orden y que los parámetros de la experiencia estén bien definidos y que sean los que corresponden. Finalmente se da partida al ensayo.

A través de este ensayo se obtiene la tensión y la deformación de ingeniería donde se calculan las propiedades mecánicas del material. Además, con las mediciones iniciales de cada probeta se obtiene el área inicial promedio de la sección transversal.

A continuación se detallan algunas situaciones que se presentaron durante la realización de los ensayos:

- El equipo entregó los datos a través de una gráfica, no pudiendo obtener un registro de tracción de datos. Éstos fueron obtenidos digitalizando las gráficas utilizando el programa Autocad.

- Además, todas las experiencias fueron filmadas para llegar a una relación entre deformación, carga, tiempo y temperatura. Cabe señalar que el tiempo registrado fue real, es decir, el tiempo que duró el ensayo sin fijarlo previamente.
- En los ensayos de 3,3% y 4,5% de deformación impuesta corresponden a la misma probeta. Los resultados de la probeta a 4,5% se muestran en el anexo A.

### 3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

Se realizaron observaciones metalográficas mediante un microscopio óptico modelo ZEIS AXIOTECH, perteneciente al Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Santiago, conectado a una cámara digital marca Sony (ver Figura 3.4 a). La información obtenida a través de esta técnica corresponde a las fases presentes, los borde de granos, el tamaño y forma de los granos. Los aumentos utilizados varían de 50X a 1000X.

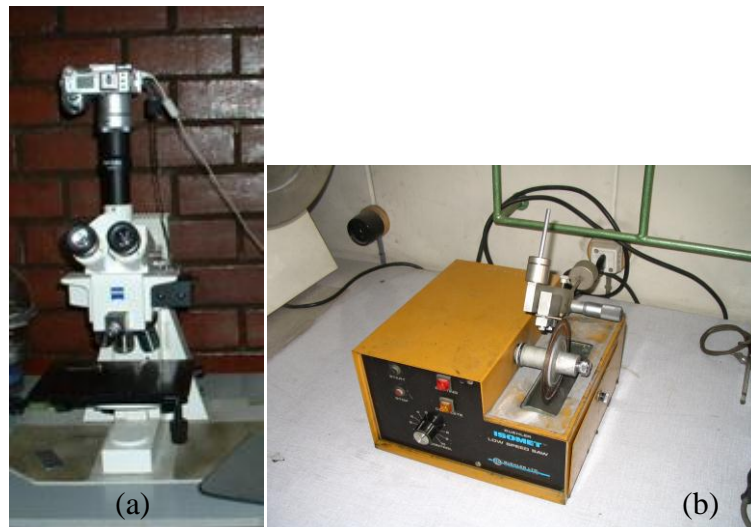


Figura 3.4 a) Microscopio óptico y b) Máquina de corte.

El método de preparación metalográfica fue el siguiente:

- 1.- Se cortaron las muestras de tal forma de minimizar las variaciones en la microestructura del material. Se utilizó una máquina de corte lento marca BUEHLER, modelo ISOMET, perteneciente al Laboratorio de Materiales del Departamento de Ciencias de los Materiales de la Universidad de Chile, ver Figura 3.4 b).
- 2.- Las muestras metalográficas se montaron en resina fría. El tiempo de fragüe fue de 2 h.
- 3.- El pulido mecánico se realizó con una serie de lijas de 400, 600, 800 y 1000 al agua, para después pulir sobre paño 3 con alúmina disuelta en agua de 0.05  $\mu\text{m}$  de granulometría. Finalmente, se pulió con un paño 4 con una solución coloidal de sílice.

4.- Posteriormente se realizó un pulido químico de 1 s con la solución 50 ml ácido acético, 40 ml de ácido nítrico, 10 ml de ácido ortofosfórico y 1 ml de ácido clorhídrico, para que la probeta no tuviera rayas.

5.- Finalmente, se realizó un ataque metalográfico con un reactivo cuya composición fue: Cloruro Férrico (12g), Acido Clorhídrico (30 ml) y Alcohol Etilico (120 ml). El tiempo de ataque fue de 2 s, y se lavó con abundante agua y alcohol. La muestra se secó para observarla en el microscopio óptico.

Para la determinación por metalografía cuantitativa de la fracción de austenita,  $f_V^\beta$  en una matriz de austenita, se empleó el método de análisis puntual (o de conteo de puntos) (ANDREWS, 1973), sobre micrografías ópticas. Para este efecto se dispuso de una malla regular de 15\*15 puntos sobre micrografías de 500 aumentos; se consideraron unos 500 datos puntuales por microestructura. De esta manera se estableció un error máximo, para un intervalo de 95% de confianza, de  $\pm 0,05$  para el valor de la variable  $f_V^\beta$ .

### **3.4 MICRODUREZA**

Para este estudio se utilizó un microdurómetro, marca STRUERS, modelo DURAMIN, perteneciente al Laboratorio Docente del Departamento de Ciencias de los Materiales de la Universidad de Chile. Este ensayo se realizó con metalografía a 40X, con carga de 1,962 N, y tiempo de 10 s. La metodología metalográfica fue la misma usada para microscopía óptica de la sección 3.3. Además, a las probetas después del ensayo de tracción a diferentes  $\epsilon_i^m$  se les midió microdureza en el equipo de la Universidad de Santiago del Departamneto de Metalurgia con las condiciones anteriores.

### **3.5 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)**

#### **3.5.1 Introducción**

El material en distintas condiciones se analizó por calorimetría diferencial barrido, utilizando un equipo DSC modelo METTLER perteneciente a la Sección Polímeros de IDIEM. Para el enfriamiento se usó nitrógeno líquido (ver Figura 3.5a), b) y c).

#### **3.5.2 Metodología utilizada**

A continuación se describe la metodología empleada en la aleación CuAlBe para determinar las temperaturas de transformación de fase.

1.- Las probetas Cu-Al-Be empleadas en el ensayo calorimétrico, con distintas deformaciones impuestas se cortaron en una máquina marca BUEHLER, modelo ISOMET perteneciente al Departamento de Ciencias de los Materiales de la Universidad de Chile. Las muestras con un diámetro 3,4 mm se cortaron de 2 mm de altura. A cada probeta analizada se le midió su masa mediante una balanza (ver Figura 3.5c)). Además se le midió la masa a una muestra Cu puro; esta muestra se usó más tarde

como referencia para la determinación de la línea base del termograma de cada muestra de Cu-Al-Be. En la Tabla 3.1 se especifica la masa de las muestras consideradas.

2.- Tanto el calentamiento como el enfriamiento en el calorímetro se realizó a 10°C/min. ya que es una velocidad que compatibiliza la duración del ensayo, permite la resolución razonable de todos los procesos y cambios que ocurren en el material. Además esta velocidad es la misma que se utilizó (MONTECINOS et al., 2008) y (ARAYA, 2008).

3.- En el equipo, se tienen dos canastillos. En uno de ellos se coloca la muestra CuAlBe, el otro es el canastillo de referencia que se dejó vacío. Los canastillos se apoyan sobre la parte superior de un calefactor y se calientan a una velocidad específica, generalmente 10°C/min durante todo el experimento.

Tabla 3.1 Valores de peso de muestra utilizada en el DSC.

Denominación Probeta	Deformación máxima [%]	Masa de la muestra [mg]	Razón $m_{\text{aleación}}/m_{\text{Cu}}$
Cobre recocido	0	294,55	1
0,0%	0	80,50	0,273
2,5%	2,5	103,79	0,352
5,0%	5,0	92,15	0,313
6,5%	6,5	110,48	0,375
9,0%	9,0	69,07	0,234
Cercana a la fractura	10,7	72,48	0,246



Figura 3.5 a) Equipo DSC modelo METTLER, b) balón que contiene nitrógeno líquido, c) balanza donde se pesa la muestra antes de ingresar al DSC.

4.- Se definió un programa térmico ilustrado en la Figura 3.6. Así, partiendo de 25°C se enfrió hasta -100°C y luego se calentó hasta los 500°C. A esa temperatura, el material

se mantuvo durante 1 minuto para después enfriar hasta los  $-100^{\circ}\text{C}$ . Se volvió a calentar hasta los  $500^{\circ}\text{C}$ , se esperó un minuto y se enfrió hasta  $-100^{\circ}\text{C}$ , por tercera vez. Finalmente, se calentó hasta la temperatura ambiente ( $25^{\circ}\text{C}$ ).

Se realizan tres ciclos debido a que el paso por altas temperaturas al final del primer ciclo térmico, actuó como un tratamiento de reversión parcial de la martensita retenida. En cambio, para el tercer ciclo los valores  $\varepsilon_i^m$  con dos permanencias a alta temperatura (al final del primer ciclo y al final del segundo) se alcanza una reversión completa de la martensita

Para una caracterización completa del material, una medida de DSC consiste generalmente en una etapa de calentamiento y otra de enfriamiento. Estas dos etapas juntas forman un ciclo. Se realizan generalmente dos ciclos y se determinan las temperaturas de transformación a partir del segundo ciclo. Esto es así para asegurarse de que los máximos observados corresponden, efectivamente, a transformaciones características del material, y no a la evaporación del agua o de otras sustancias contenidas en el material. Estos fenómenos tienen lugar durante el primer ciclo.



Figura 3.6 Ciclos térmicos utilizado en el análisis de DSC.

5.- Una vez obtenida la curva calorimétrica de cada muestra se realizó una corrección con una muestra de cobre recocida. Es decir, al valor de energía de cada punto se le resta la energía del cobre recocido multiplicado por un factor de masa de la aleación, estos valores se encuentran en la Tabla 3.1. Para la línea base pertinente se utilizó el programa ORIGIN. En la Figura 3.7 se presentan los termogramas de la muestra de Cu recocido.

6.- La obtención de los parámetros térmicos y calorimétricos se adoptaron de acuerdo a la convención usada en (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2007), (SEPULVEDA, 2006) y (ARAYA, 2008), presentada en la Figura 3.8. Para calcular las temperaturas de inicio y cambio de fase se utilizó la que corresponde a la temperatura donde la curva se separa o se junta a una línea base.



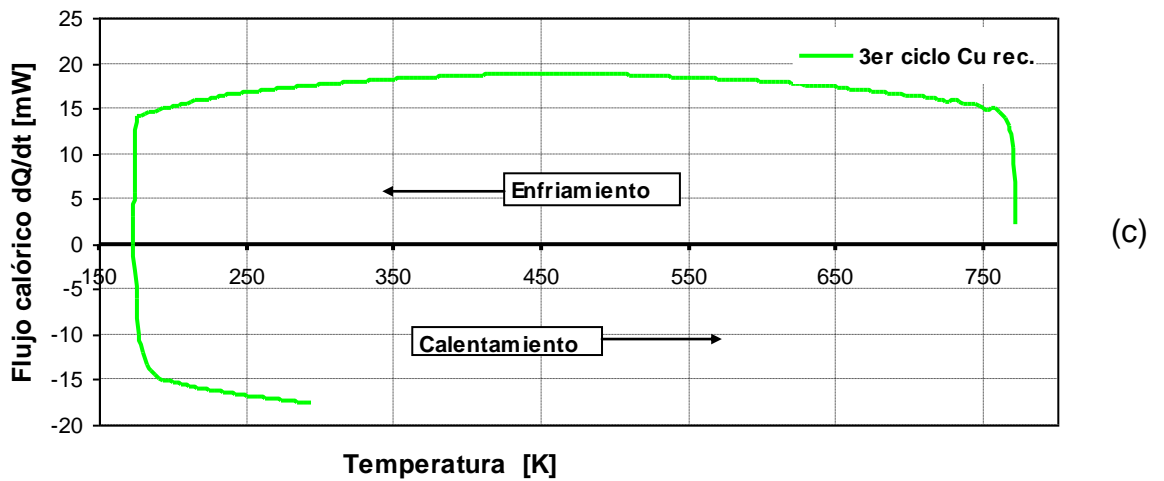
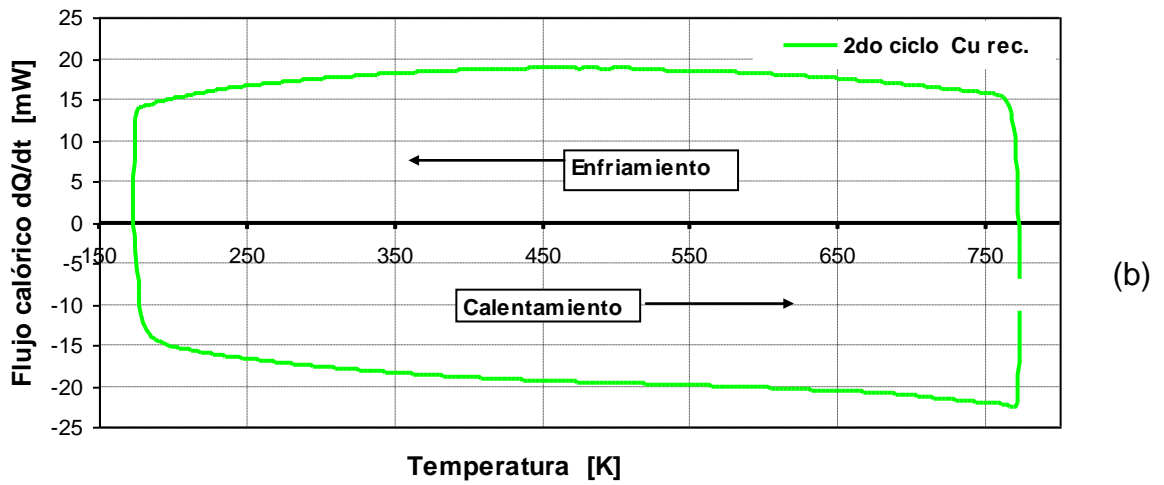
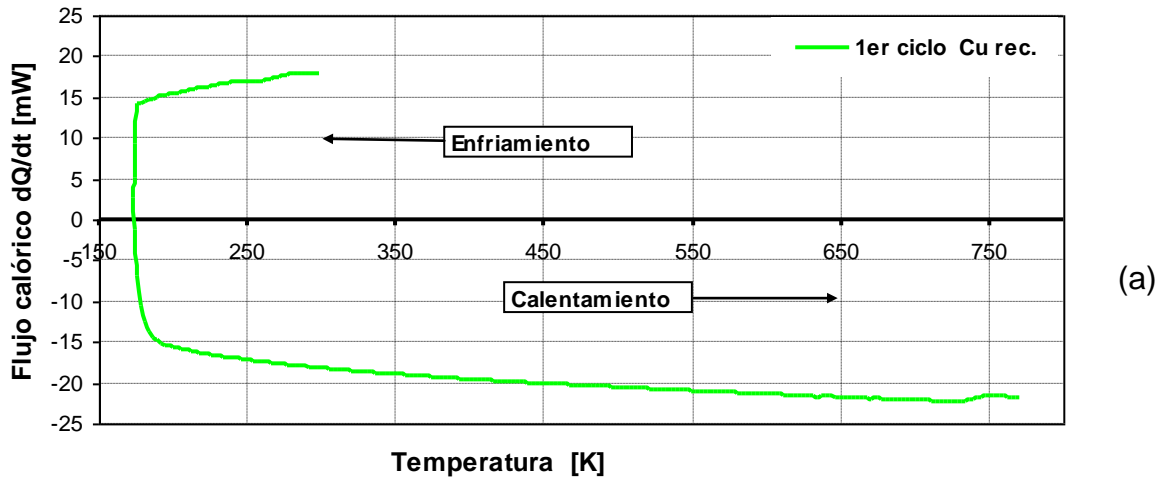


Figura 3.7 Termograma del cobre recocido: a) 1er ciclo, b) 2do ciclo y c) 3er ciclo.

7.- El área bajo la curva se calcula entre la curva y la línea base, en el rango de temperatura  $A_s - A_f$  y  $M_s - M_f$ , como se muestra en la Figura 3.8. Se mide la relación

entre el flujo de energía y los cambios de temperatura donde los máximos marcan el comienzo y el final de las temperaturas de transformación respectivamente. El máximo puede ser endotérmico (entalpía de formación positiva,  $\Delta H > 0$ ) ó exotérmico (entalpías de formación negativa, es decir,  $\Delta H < 0$ ). Esto indica que está ocurriendo una transformación (SHAW et al.,1995).

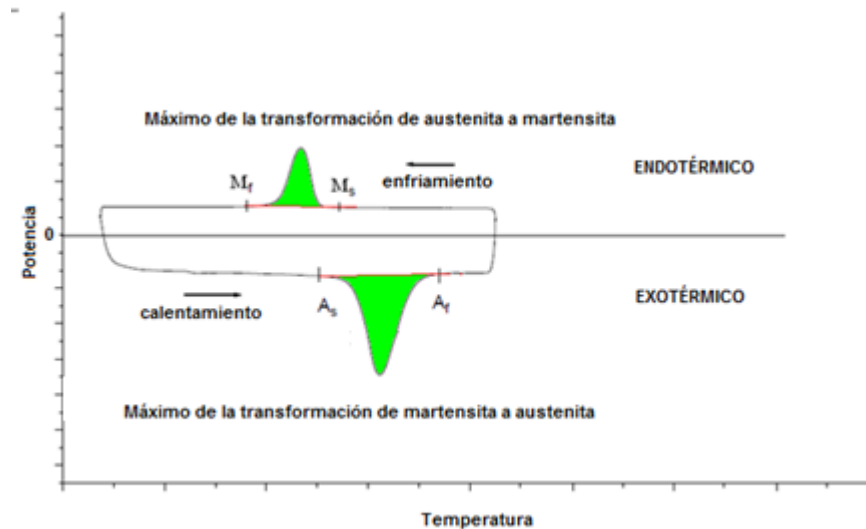


Figura 3.8 Definición de parámetros térmicos y calorimétricos.

### 3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

#### 3.6.1 Introducción

Se realizaron observaciones por microscopía electrónica de barrido con el objeto de analizar la zona de fractura y la zona longitudinal metalográfica. Se utilizó un microscopio marca JEOL JSM 5400, con analizador marca NORAN INSTRUMENT, modelo Voyager en la Universidad de Santiago de Chile (ver Figura 3.9), con resolución 40 nm, voltaje de 30 KV y un aumento de hasta 10000X y distancia de trabajo 8 mm, capaz de trabajar tanto en modo de fluorescencia como de reflexión.



Figura 3.9 Equipo de microscopía electrónica de barrido SEM.

### 3.6.2 Metodología utilizada

A continuación se describe la metodología empleada en la aleación CuAlBe para analizar la superficie de fractura, y la superficie lateral de las probetas en un plano medio paralelo al eje de tracción, ver Figura 3.10a) y b).

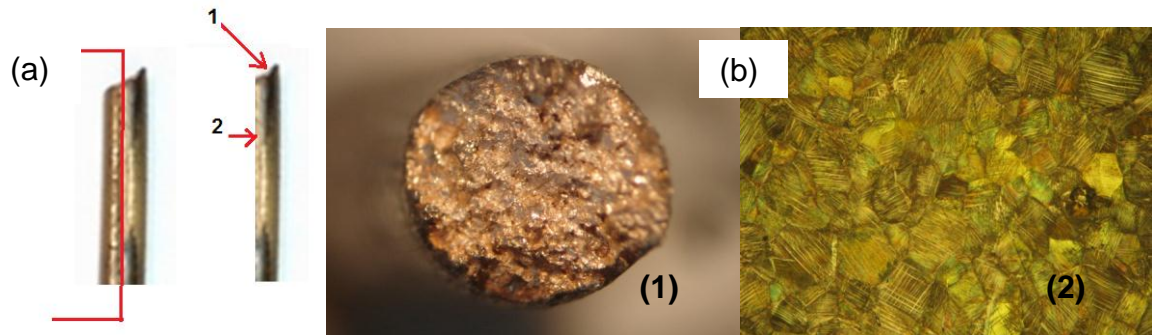


Figura 3.10 a) Desbaste longitudinal de la probeta CuAlBe fracturada, b) zonas analizadas en el SEM 1 y 2.

- 1.- Las muestras de CuAlBe fueron preparadas sobre resina fría, tomando en consideración dejar la zona de la fractura libre.
- 2.- Fueron pulidas hasta disminuir su espesor en un 50% en forma longitudinal teniendo cuidado de no dañar la zona de fractura.
- 3.- Posteriormente se atacaron químicamente con el reactivo usado en la sección 3.3.2 para observar la microestructura y luego las probetas se desmontan de la resina para observarla en el SEM.
- 4.- El lavado de las probetas se realizó con ultrasonido en una solución de acetona.
- 5.- Las muestras se fijaron mediante cinta de carbón adhesiva a una pieza metálica con forma de cilindro de aproximadamente 30 mm de diámetro y 5 mm de altura como se muestra en la Figura 3.11, y así se colocaron dentro de la columna de vacío del microscopio.

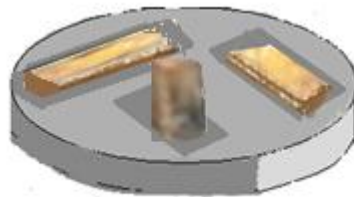


Figura 3.11 Montaje de muestra para SEM.

6.- Las probetas analizadas por microscopía electrónica de barrido se observaron en la sección superior de fractura y sección longitudinal cuya superficie fue preparada metalográficamente.

### 3.7 TRATAMIENTO TÉRMICO

El tratamiento térmico se refiere al calentamiento y enfriamiento de los metales en estado sólido para modificar sus propiedades mecánicas, su estructura metalográfica o eliminar tensiones residuales. En este caso se realizó con el objeto verificar la microestructura inicial. El equipo utilizado es una mufla THERMOLYNE 1500 de 2240 Watt del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Santiago de Chile, ver Figura 3.12.



Figura 3.12 Mufla THERMOLYNE digital, utilizada en los tratamientos térmicos.

1.- Se cortó una probeta de referencia de 5.1 mm de alto por 3,4 mm de diámetro a la cual se le hace una perforación 3 mm en el centro para allí introducir una termocupla tipo K (ver Figura 3.13), con el objeto de medir la evolución de la temperatura al calentarse y al enfriarse el material de CuAlBe. La evolución de la temperatura se registró con la interfaz mostrada en la Figura 3.1b). El tratamiento térmico se realizó a 750°C (1230K) por 2,5 minutos, seguido de temple en agua a temperatura ambiente, ver Figura 3.14.



Figura 3.13 Probeta con la perforación donde se inserta la termocupla para registrar la evolución de temperatura.

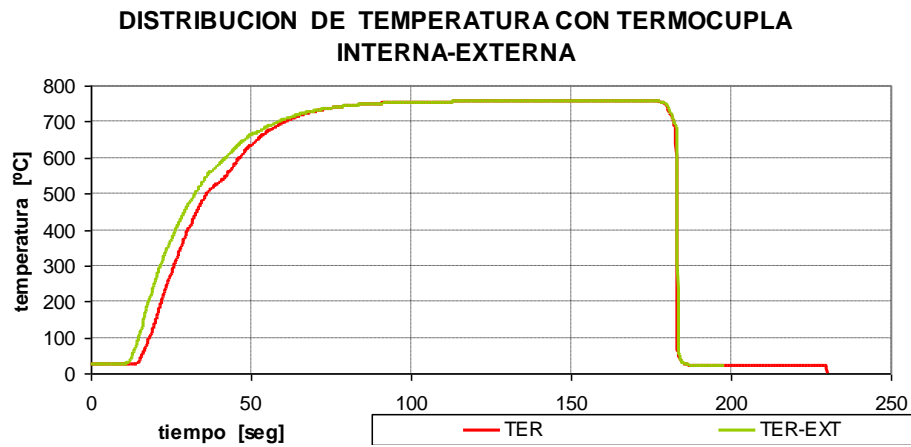


Figura 3.14 Evolución de la temperatura de la probeta de referencia y probeta con 2,5% deformación.

2.- Para verificar la microestructura inicial, se contó con tres barras N°1, N°2 y N°3 de la aleación CuAlBe, se cortó una probeta de cada barra y se realizó metalografía. Se observó por microscopía óptica que todas las probetas presentaban la misma microestructura, fase  $\beta$  ( austenita), con granos equiaxiales. En una segunda se cortó otra probeta y se realizó tratamiento térmico a 850°C durante 5 h y posteriormente, metalografía.

# 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

## 4.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se exponen los resultados del trabajo experimental realizado hasta distintas deformaciones impuestas,  $\epsilon_i^m$ , incluyendo algunos ensayos hasta la fractura. De esos ensayos se presentan las curvas esfuerzo versus deformación de ingeniería ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) y temperatura versus deformación ( $T_p$ - $\epsilon$ ), tanto en carga como en descarga. Tal temperatura corresponde a aquella de la probeta durante el ensayo. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente. Además, las probetas deformadas se caracterizaron por: DSC, microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (para fractografía).

## 4.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL ORIGINAL

Se contó con tres barras denominadas, N°1, N°2 y N°3 de la aleación CuAlBe para realizar este estudio. Para verificar si todo el material estaba en las mismas condiciones metalúrgicas, primero se cortó una probeta de cada barra y se realizó metalografía, ver Figura 4.1. Se observó por microscopía óptica que todas las probetas presentaban la misma microestructura, fase  $\beta$  (austenita), con granos equiaxiales y tamaño de grano aproximadamente de 100 $\mu$ m.

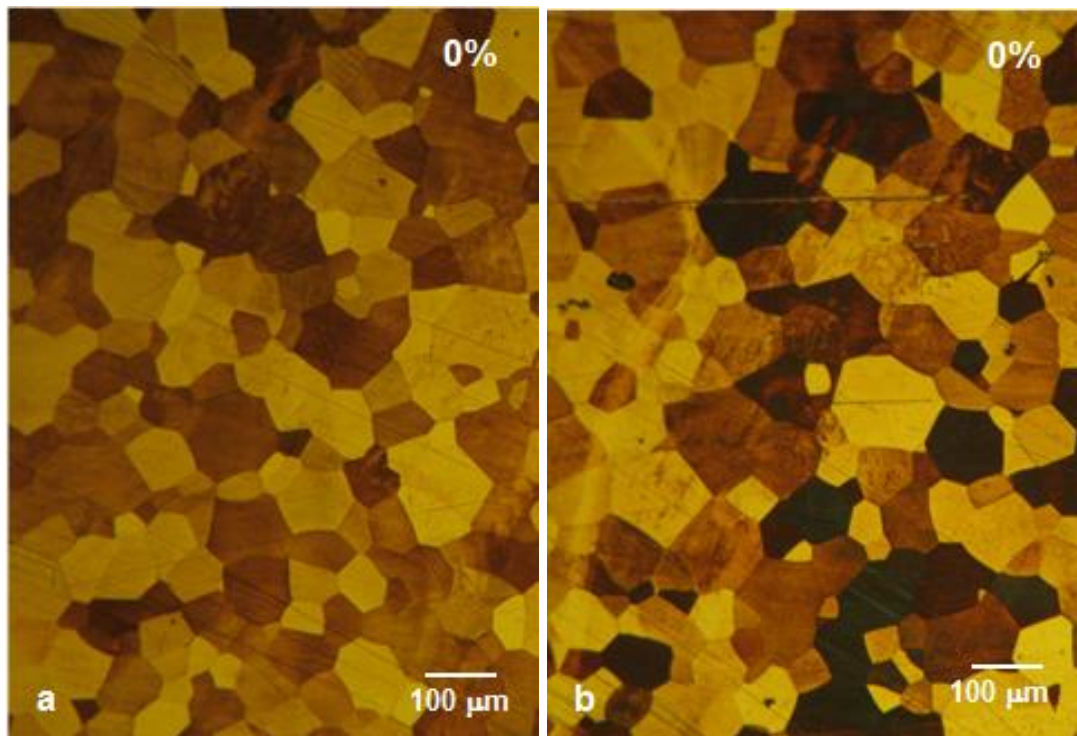


Figura 4.1 Microestructura de barra del material original de 3,4 mm de diámetro, a) sección longitudinal y b) sección transversal.

Como todas las barras presentaban la misma microestructura, se procedió a la segunda etapa. Se cortó otra probeta y se realizó tratamiento térmico a 850 °C durante 5 h y posteriormente, metalografía, ver Figura 4.2. Se observó que la probeta presentaba una microestructura fase  $\beta$ , granos equiaxiales, similares a las anteriores, pero con mayor tamaño de grano.

Se realizó microdureza a las cuatro probetas anteriores; de los datos obtenidos mostrado en la Tabla 4.1, se aprecia que los valores de las probetas originales son bastantes próximos entre sí, con diferencias menores a un 3%. Además, la probeta con tratamiento térmico presenta similar dureza con una cercanía de un 1% respecto del promedio de las tres anteriores. Por tanto, con las microdurezas similares y comparables microestructura, se concluyó que el material original presentaba un estado recocido. Por lo tanto, no se le realizó ningún tratamiento especial al material, salvo un envejecimiento por 24 h a 100°C. El envejecimiento tiene como propósito eliminar vacancias y estabilizar el material. Este tratamiento térmico no afecta el tamaño de grano ni la dureza, porque es una temperatura muy baja.

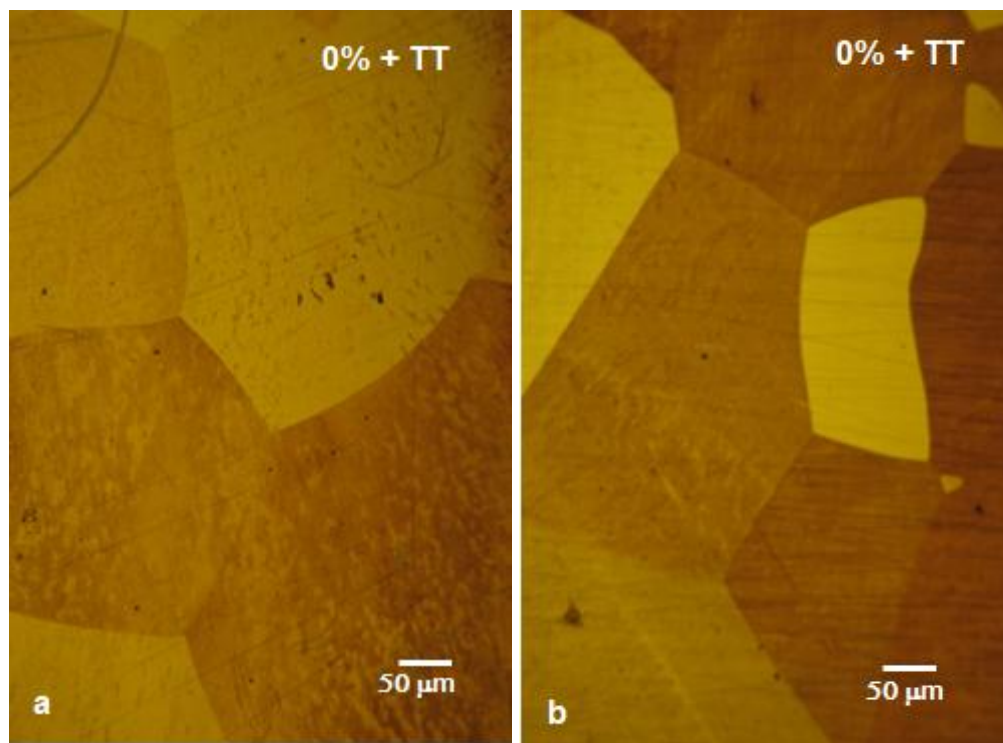


Figura 4.2 Microscopía óptica del material tratado térmicamente a 850°C por 5 h: a) sección longitudinal y b) sección transversal.

Tabla 4.1 Resultados de microdureza Vickers para muestras originales y muestra con tratamiento térmico de 850°C y 5 h.

Nº MEDIDA	PROBETAS ORIGINALES [HV]			PROBETA CON TRAT. TÉRMICO [HV]
	Barra Nº1	Barra Nº2	Barra Nº3	
1	315	294	285	291
2	236	285	277	281
3	265	299	279	285
4	307	285	271	294
5	299	291	300	299
Promedio por probeta	284	291	282	290
Desviac. Estándar	33,08	6,01	11,03	7,14
<b>Promedio general</b>	<b>287 ± 17</b>			<b>290 ± 7</b>

### 4.3 ENSAYOS TRACCIÓN CARGA-DESCARGA

#### 4.3.1 Curvas de tracción

En la Figura 4.3 se presenta las curvas carga-descarga, en un gráfico  $\sigma$ - $\epsilon$ , de las probetas sometidas a diferentes niveles de deformación máxima impuesta,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$ . Además, se incluyen las curvas de carga de las probetas llevadas a la fracturas, para las cuales resultaron deformaciones a la fractura de  $10,5\%$  y  $10,7\%$ . Conocida la curva de esfuerzo-deformación de trabajos anterior en el rango superelástico se decide estudiar la microestructura en el rango post-superelástico, se toman 2 probetas en el rango superelástico para comparar resultados publicados anteriormente, y se seleccionan probetas para diferentes  $\epsilon_i^m$  tratando de abarcar hasta la fractura que ya es conocida (ARAYA, 2008).

En la Figura 4.4 se han representado las mismas curvas de la Figura 4.3 pero se agregó una curva  $\epsilon_i^m = 4,2\%$ , la cual fue tomada de la memoria de (ARAYA, 2008). Tal curva se incluyó por ser de interés para este trabajo y por haber sido determinada, bajo condiciones experimentales similares a las del resto de las curvas, en el laboratorio de la Universidad de Chile y acotar la ubicación del límite superelástico. Considerando la Figura 4.3 se desprende que el valor  $\epsilon_i^m$  para el cual se comienza a tener deformación remanente, está comprendido en el rango entre  $3,3$  y  $5,0\%$ . Además, al considerarse la curva para  $\epsilon_i^m = 4,2\%$ , de la memoria de (ARAYA, 2008), tal rango quedaría limitado entre  $3,3$  y  $4,2\%$ , ver Figura 4.4.



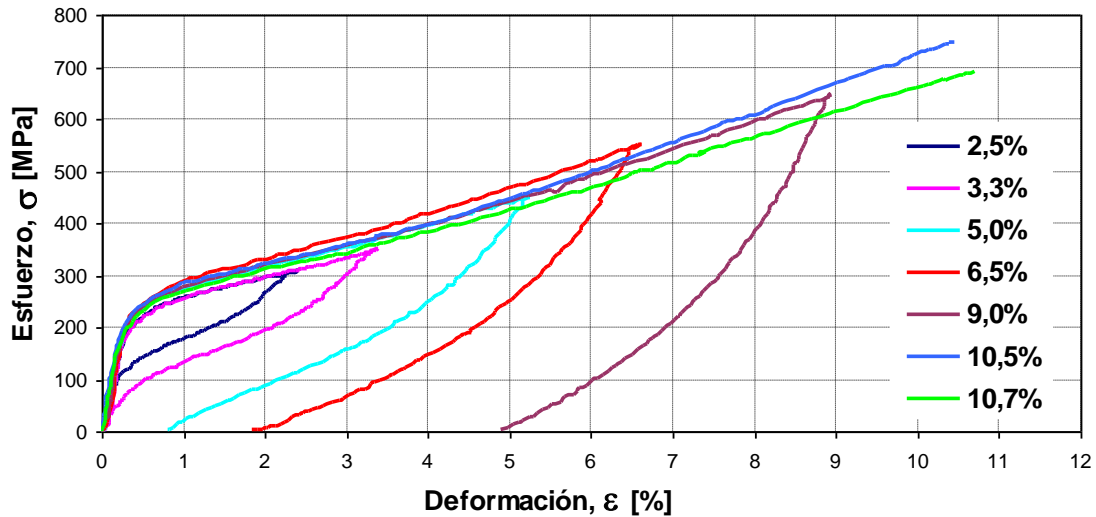


Figura 4.3 Curvas de tracción para los diferentes niveles de deformación impuesta.

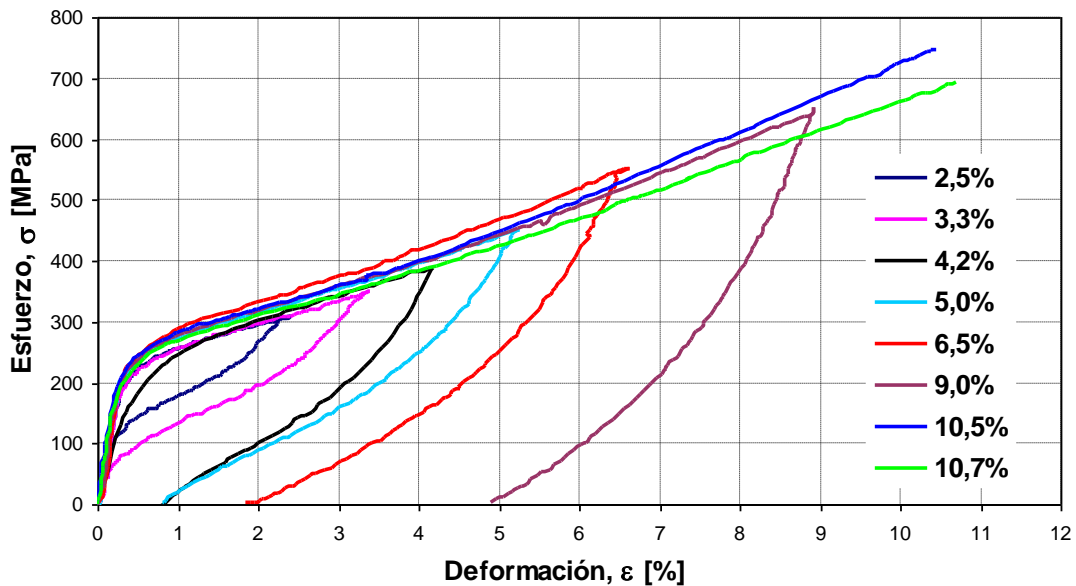


Figura 4.4 Curvas de tracción para los diferentes niveles de deformación impuesta más curva  $\epsilon_i^m = 4,2\%$  (ARAYA, 2008).

#### 4.3.1.1 Ensayos con deformación impuesta dentro del rango superelástico

La Figura 4.5 muestra las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  en carga-descarga de los ensayos hasta  $\epsilon_i^m = 2,5\%$  y  $3,3\%$ , para los cuales correspondieron esfuerzos de 300 y 350 MPa, respectivamente. Se aprecia que el material experimenta un comportamiento inicialmente lineal, correspondiente a la zona elástica clásica, seguido de una etapa de elasticidad no lineal, correspondiente a la transformación reversible de austenita a martensita. Se observa que el material después de la descarga no presenta deformación retenida, según corresponde al comportamiento superelástico. Así, las deformaciones  $\epsilon_i^m = 2,5\%$  y  $3,3\%$  están dentro de la denominada zona II del campo superelástico (ver Figura 2.14).

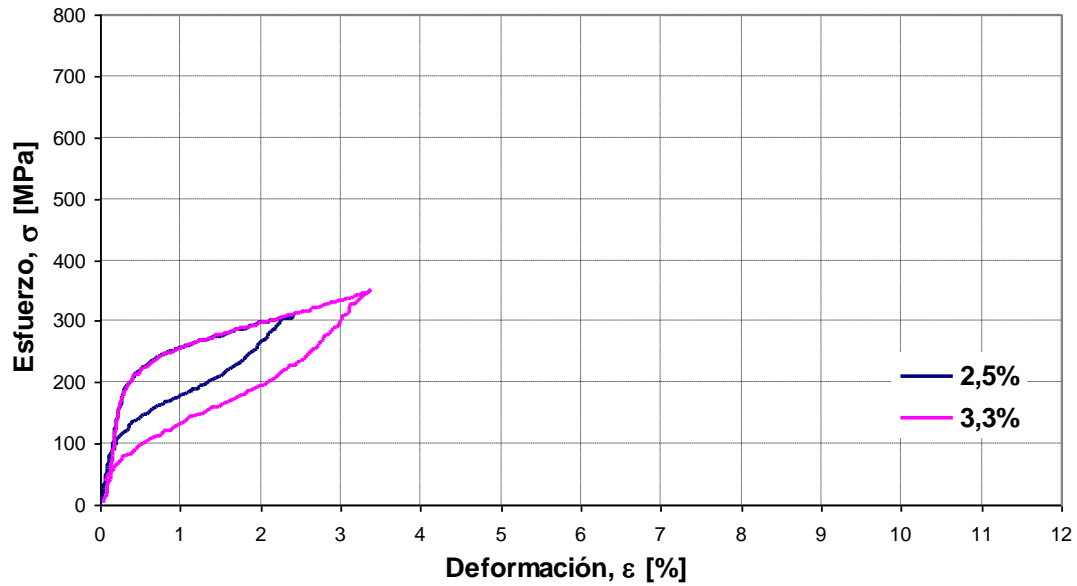


Figura 4.5 Curva tensión-deformación a temperatura ambiente de los ensayos a  $\varepsilon_i^m = 2,5$  y  $3,3\%$  de deformación impuesta.

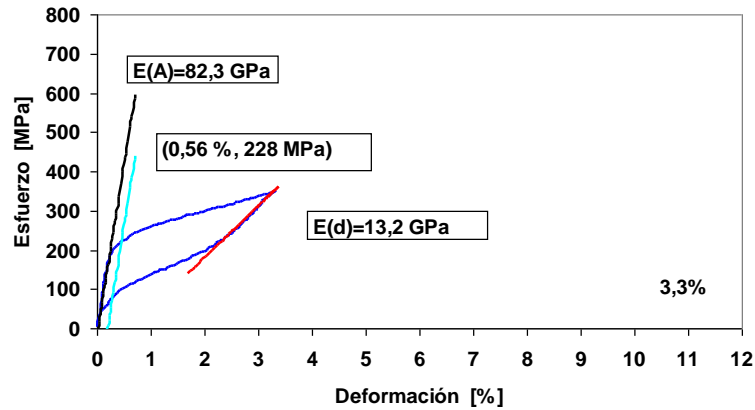
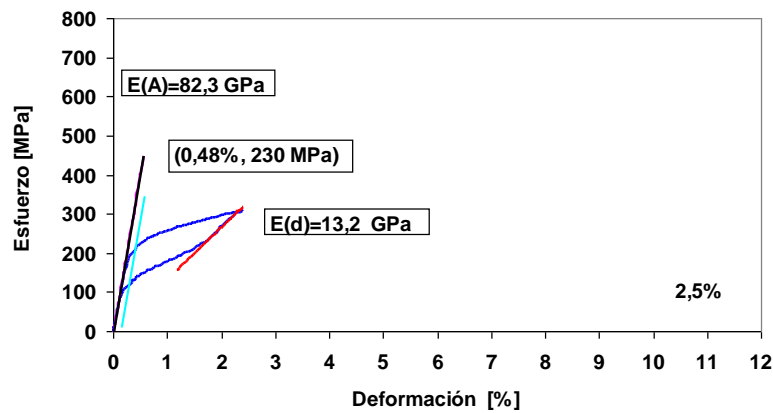


Figura 4.6 Determinación del módulo de Young  $E(A)$ ,  $E(d)$  y el esfuerzo de transformación para la probeta con  $\varepsilon_i^m = 2,5$  y  $3,3\%$ .

En la Figura 4.6 y en la Tabla 4.2 se ilustra la determinación del módulo de Young para la austenita, E(A), similar en carga, y para el inicio de la descarga, módulo de Young entre la austenita  $\beta$  y la martensita  $M$  denominado, E(d), ya que no corresponde al módulo de Young de la martensita. Se observa que los valores de E(A) obtenidos en ambos ensayos son similares, como era de esperar; también son iguales los valores de E(d).

Tabla 4.2 Parámetros mecánicos de probetas en el rango post-superelástico.

$\varepsilon_i^m$	Temperatura Ambiental	Módulo de Young [GPa]		$\sigma_T$	$\varepsilon_{UTS}$	$\sigma_{UTS}$	$\varepsilon_r$
		E(A)	E(d)				
[%]	[°C]			[MPa]	[%]	[MPa]	[%]
2,5	16,25	82,3	13,2	230	--	--	0
3,3	16,37	82,3	13,2	228	---	---	0
5,0	20,46	82,2	16,2	248	---	---	0,78
6,5	16,76	82,0	22,5	228	---	---	1,82
9,0	20,59	82,0	29,1	248	---	---	4,97
10,5	20,98	82,5	---	242	10,5	747	---
10,7	20,70	82,5	---	240	10,7	692	---
Promedio		82,1					

También se determinó en las curvas  $\sigma$ - $\varepsilon$  el esfuerzo de transformación  $\sigma_T$ , correspondiente al inicio de la transformación inducida por esfuerzo de austenita en martensita. Tal esfuerzo se calculó aplicando el procedimiento clásico para la determinación del límite de fluencia a una deformación convencional del 0,2 %.

#### 4.3.1.2 Ensayos con $\varepsilon_i^m$ dentro del rango post-superelástico

La Figura 4.7 muestra las curvas  $\sigma$ - $\varepsilon$  en carga y descarga de los ensayos hasta  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$  y  $9,0\%$ ; también se presentan la curvas de los ensayos a la fractura, con deformaciones hasta  $10,5\%$  y  $10,7\%$ . Se observa que para  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$ , el material experimenta un comportamiento no totalmente elástico; en efecto, hay presencia de deformación remanente al descargar,  $\varepsilon_r = 0,78\%$ ,  $1,82\%$  y  $4,97\%$ , respectivamente, ver Figura 4.8 y Tabla 4.2. De manera que las cinco curvas aquí ilustradas, cubren las zonas I, II y III mostradas en la Figura 2.14. Considerando las Figuras 4.4 y 4.7 se desprende que el valor  $\varepsilon_i^m$  para el cual se comienza a tener deformación remanente, está comprendido en el rango entre  $3,3$  y  $5,0\%$ . Además, al considerarse la curva para  $\varepsilon_i^m = 4,2\%$ , de la memoria de (ARAYA, 2008), tal rango quedaría limitado entre  $3,3$  y  $4,2\%$ .

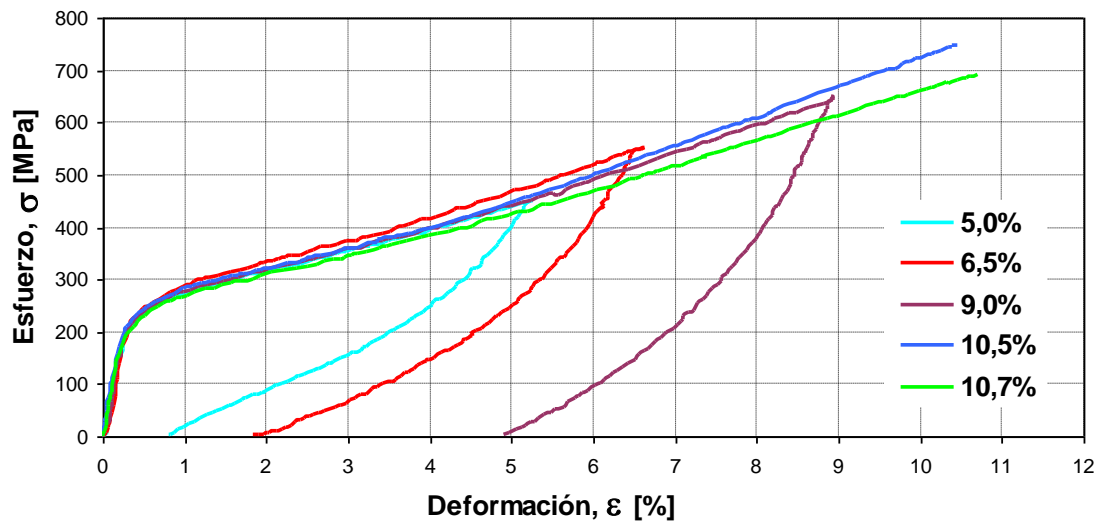


Figura 4.7 Curva tensión-deformación a temperatura ambiente de los ensayos con  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$ ,  $10,5\%$  y  $10,7\%$ .

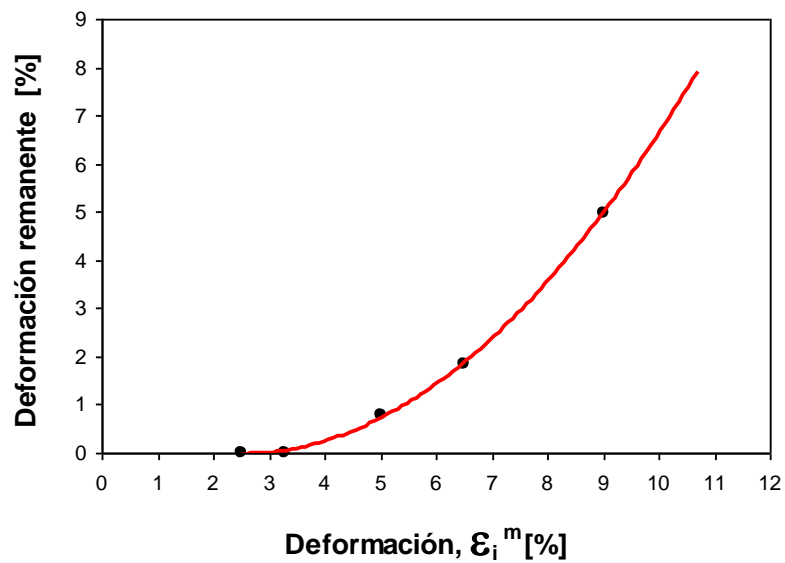


Figura 4.8 Deformación remanente en función de la deformación máxima impuesta.

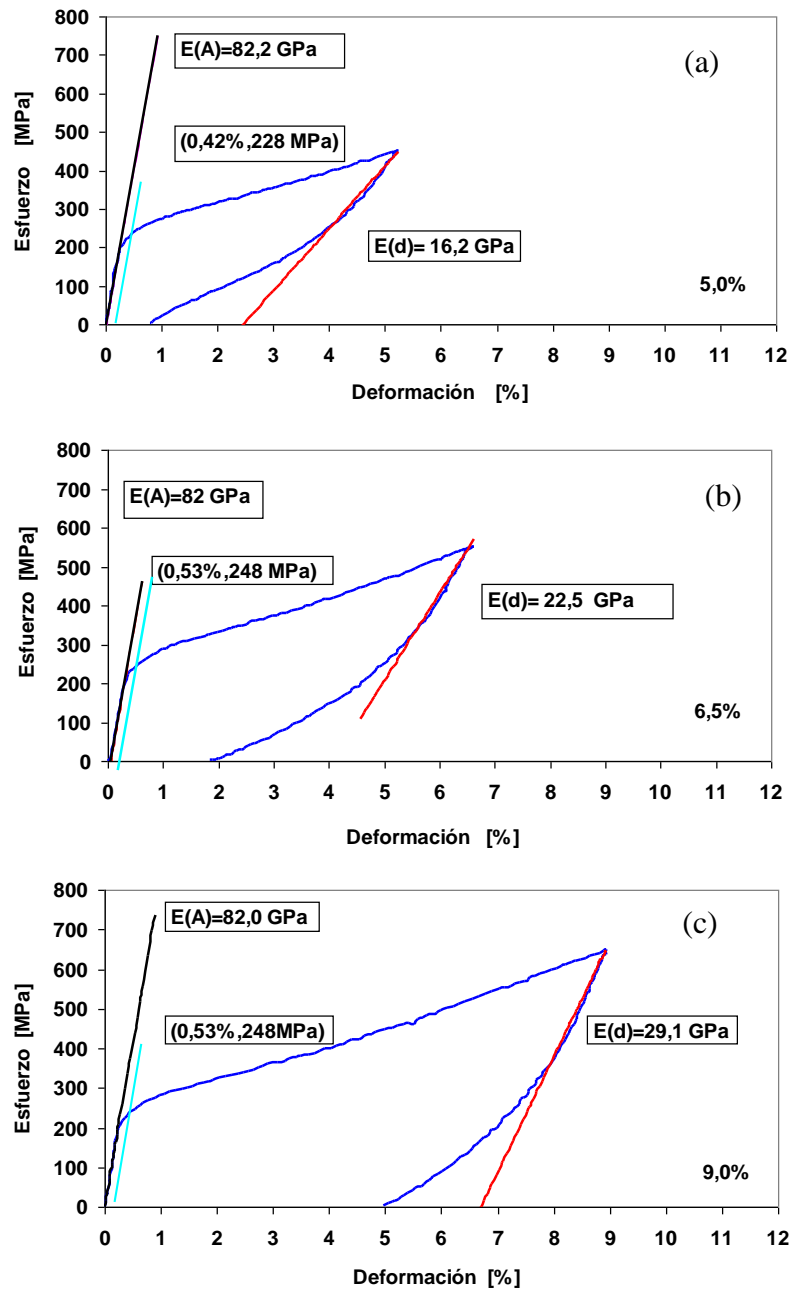


Figura 4.9 a) Determinación del módulo de Young  $E(A)$ ,  $E(d)$  y el esfuerzo de transformación para la probeta con  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ (a),  $6,5\%$ (b) y  $9,0\%$ (c).

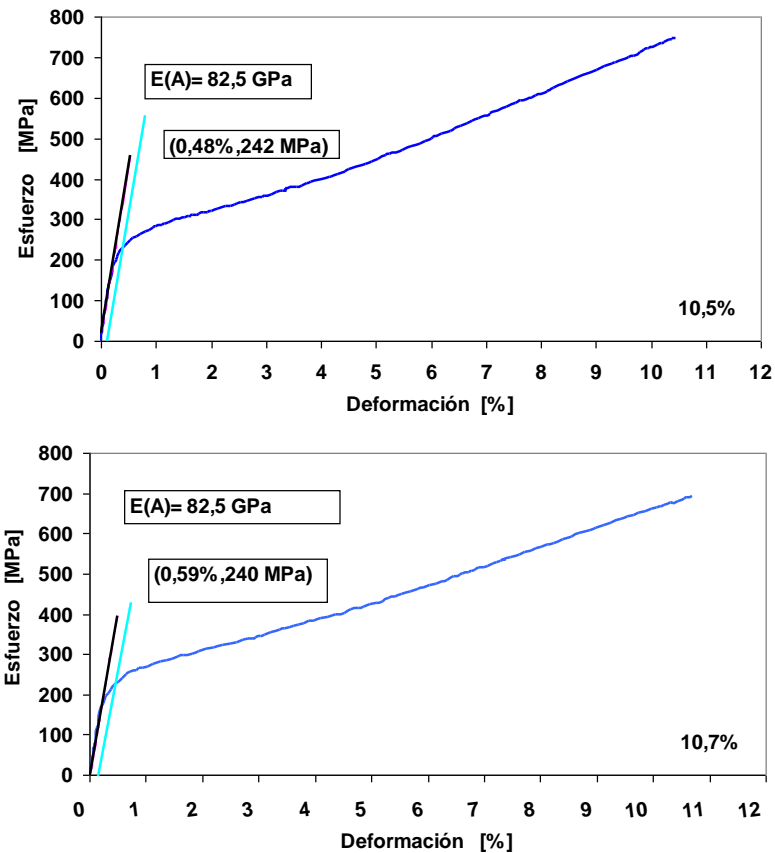


Figura 4.10 Determinación del módulo de Young  $E(A)$ ,  $E(d)$  y el esfuerzo de transformación para la probeta con  $\varepsilon_i^m = 10,5\%$  y  $10,7\%$ .

En las Figuras 4.9a) y b) se ilustra la determinación del módulo de Young para la austenita,  $E(A)$ , y para el inicio de la descarga,  $E(d)$ . En la Tabla 4.2 y Figura 4.10 se han reunido los resultados de  $E(A)$  y  $E(d)$  para todos los valores  $\varepsilon_i^m$  considerados. Se observa que los valores de  $E(A)$  obtenidos en todos los ensayos anteriores son similares entre sí, como era de esperar. Por otra parte, al aumentar  $\varepsilon_i^m$  los valores de  $E(d)$  se mantienen constante en el rango superelástico y crecen en el rango post superelástico.

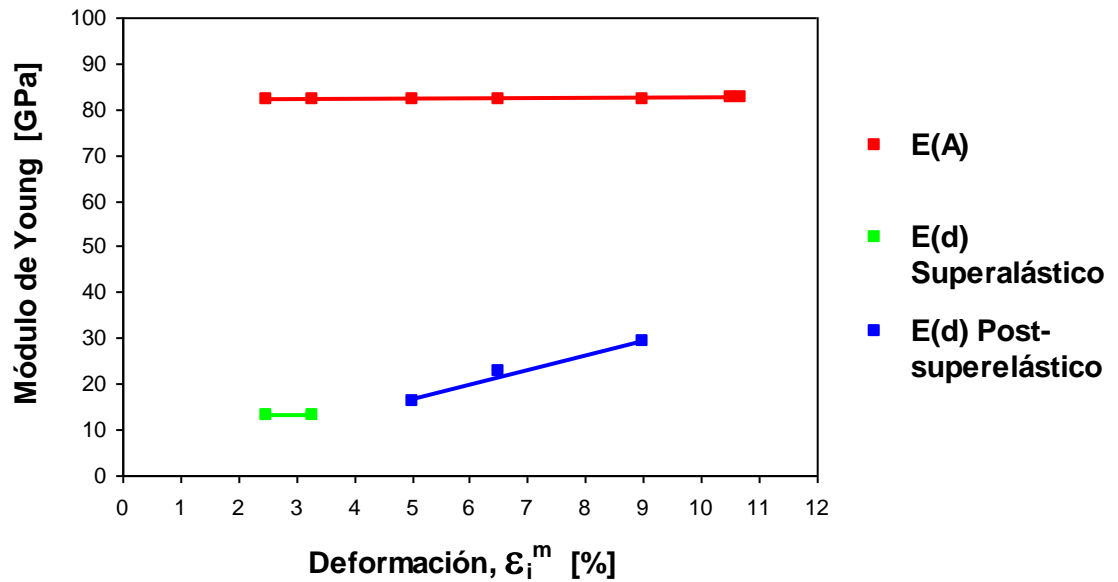


Figura 4.11 Módulo de Young E(A) y E(d) para diferentes  $\varepsilon_i^m$ .

En los dos ensayos de tracción hasta la fractura, se observó que ambas probetas se rompieron muy cerca de una de las mordazas. Ha de tenerse presente que estos ensayos se realizaron en probetas obtenidas directamente del alambre inicial y sin hacerles cabeza. Así, es razonable suponer que en probetas diseñadas de modo que la fractura se diese dentro de la zona útil, se obtendrían valores de alargamiento a la fracturas superiores a los aquí observados. Las probetas no presentaron estricción en la zona de fractura a nivel macroscópico.

#### 4.3.2 Curvas $\sigma$ - $\varepsilon$ con deformación retenida en la descarga

En este apartado se presenta el cálculo del parámetro de recuperación del material, que se hace sobre la curva  $\sigma$ - $\varepsilon$  y a través de la expresión de la ecuación 2.3, utilizada por (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2007) y posteriormente por (ARAYA, 2008). Este cálculo es aplicable a probetas en que se conocen las curvas de carga-descarga, lo cual excluye a las probetas llevadas a la fractura.

### 4.3.2.1 Determinación del parámetro de recuperación

En las muestras que presentaron superelasticidad  $\epsilon_i^m = 2,5\%$  y  $3,3\%$ , no se determinó el parámetro de recuperación SR (ver ec. 2.3) porque la deformación retenida es  $\epsilon_r = 0\%$ , por tanto el  $SR=1$ . En cambios en las probetas con  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$  y  $9,0\%$ , sí hay deformación retenida y SR es  $0,84$ ;  $0,71$  y  $0,41$  respectivamente como se ve en las Figuras 4.12 y cuyos valores se presentan en la Tabla 4.3.

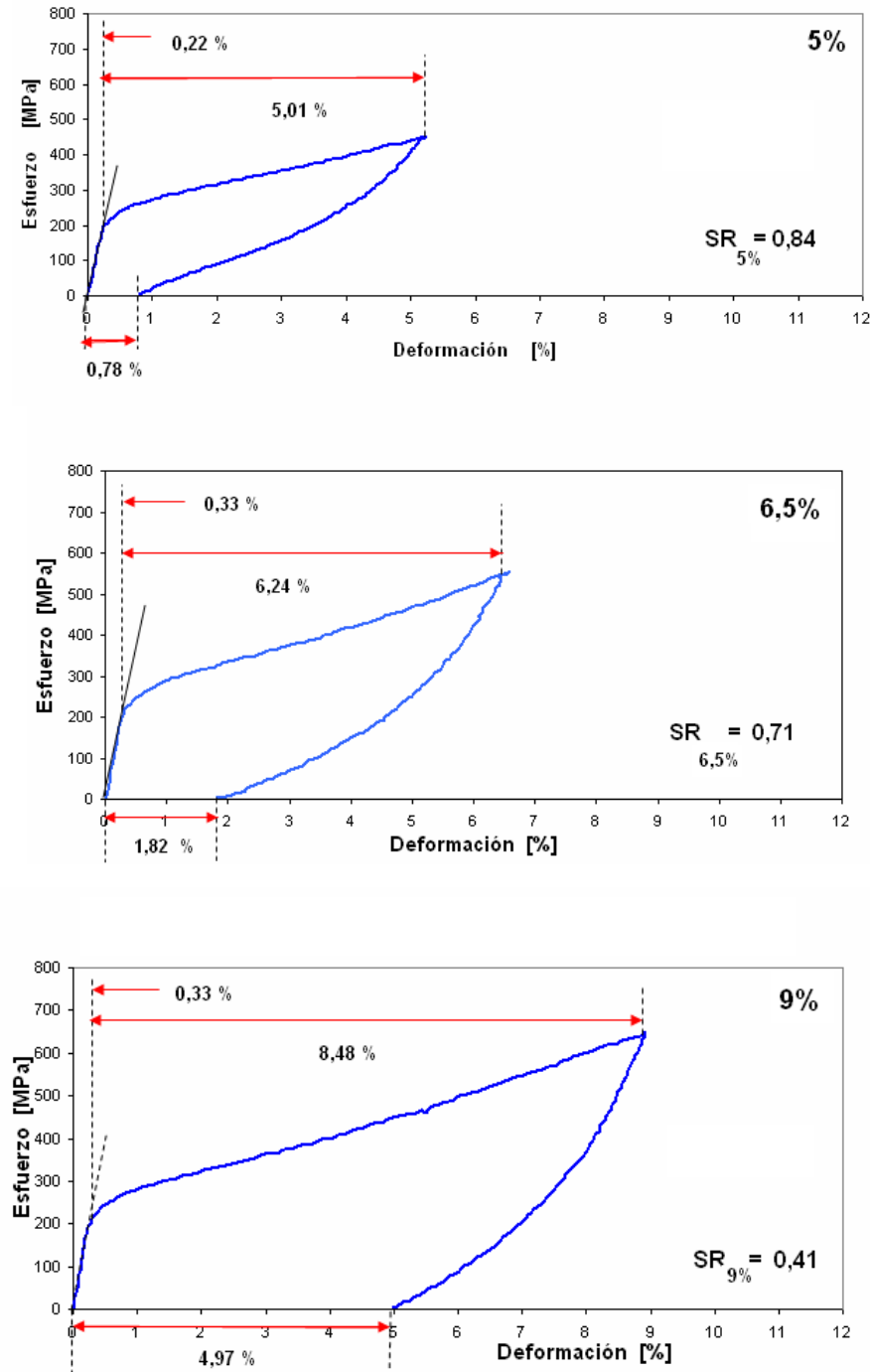


Figura 4.12 Parámetro de recuperación de la transformación, SR,  $\epsilon_i^m = 5,0$ ;  $6,5$  y  $9,0\%$ .



Tabla 4.3 Parámetro de recuperación de la transformación,  $SR$  para diferentes valores de  $\varepsilon_i^m$ .

$\varepsilon_i^m$ [%]	$\varepsilon_{el}$ [%]	$\varepsilon_{app}$ [%]	$\varepsilon_r$ [%]	$SR$
5,0	0,22	5,01	0,78	0,84
6,5	0,33	6,24	1,82	0,71
9,0	0,33	8,48	4,97	0,41

#### 4.3.2.2 Comparación con ensayos de Araya

El parámetro de recuperación da cuenta de la cantidad de martensita que puede transformar en austenita una vez que la probeta es descargada más allá del rango superelástico. En la Figura 4.13 se presenta la curva  $SR$  vs  $\varepsilon_i^m$  obtenidos por (ARAYA, 2008) y los de esta tesis.

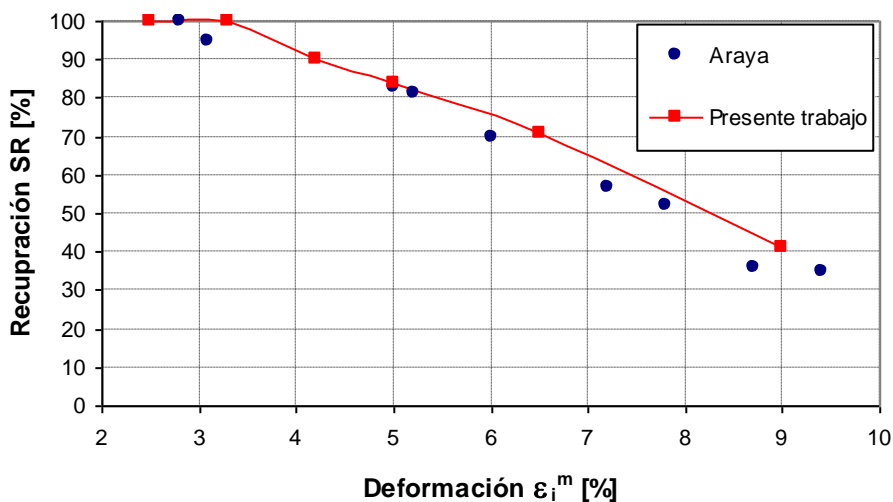


Figura 4.13 Evolución de la recuperación en la elongación del material en función de la deformación máxima aplicado por (ARAYA, 2008) y datos de esta tesis.

En la Figura 4.13 se muestra que el efecto superelástico persiste ( $SR=1$ ) después del límite superelástico, pero disminuye a mayores deformaciones. Si la cantidad de austenita y el parámetro de recuperación estuvieran relacionados linealmente, entonces, para deformaciones cercanas al límite superelástico, la cantidad de martensita reversible será cercana al 100%, en tanto que cerca de la deformación de fractura, la cantidad de martensita reversible deberá ser muy pequeña. La curva obtenida por (ARAYA, 2008) muestra una deformación de fractura cercana al 9,5% y la recuperación está cerca del 35%, es decir, deberá existir alrededor de un 35% de volumen del material que aún será capaz de presentar la transformación martensita-austenita. En cambio, en la curva obtenida en el presente trabajo, para un 9% la recuperación estará cercana al 40%. Si la curva de recuperación sigue una tendencia

lineal esto parece correcto, porque desde el límite superelástico hasta la fractura se presenta un mismo mecanismo de deformación plástica de la martensita, lo que se sustenta en el hecho de que la curva hasta la fractura, presenta una pendiente negativa. La diferencia entre estos porcentajes pueden relacionarse con algunas características iniciales del material, como tamaño de grano, temperatura del análisis y tratamiento de envejecimiento.

### 4.3.3 Determinación del límite superelástico LSE

Este material presenta una curva de tracción con un muy suave cambio en la pendiente al pasar del rango propiamente superelástico a uno en que ya se detecta una deformación remanente, al retirar la carga, ver Figura 4.3; a este segundo rango se le llama rango post-superelástico. Además, se llamará límite superelástico,  $\sigma_{LSE}$ , al esfuerzo al cual se inicia el rango post-superelástico (ver también Figura 2.3).

En las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$  y  $3,3\%$  se observa que el material no presenta deformación retenida después de la descarga,  $\epsilon_r$ , según corresponde al comportamiento superelástico. En tanto que para valores de  $\epsilon_i^m$  de  $4,2\%$  y mayores se detecta una deformación retenida  $\epsilon_r$ , de valor significativo. Así, según este método que se llamará carga-descarga con deformaciones  $\epsilon_i^m$  crecientes, el punto de la curva  $\sigma$ - $\epsilon$  correspondiente al límite superelástico (LSE), se debe ubicar en una deformación cuyo valor está entre  $3,3$  y  $4,2\%$ .

Por otra parte, como otra forma de determinación del LSE, en las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  se trazaron dos tangentes a las rectas ubicadas a esfuerzos mayores que el esfuerzo de transformación  $\sigma_T$ , ver Figura 4.14. El punto en el cual se interceptan dichas tangentes se ha interpretado aquí como la transición entre el régimen superelástico y el post-superelástico (GODOY, 2011). De esta forma, el esfuerzo asociado a dicho punto debe corresponder a  $\sigma_{LSE}$ ; dicho esfuerzo se ha ilustrado con una flecha en la Figura 4.14 y corresponde a una deformación de aproximadamente  $3,8\%$ . Se notará que este último valor está, de manera acorde, dentro del rango  $3,3$  y  $4,2\%$  de deformación, rango que fuera determinado sobre la base de las curvas carga-descarga.

Tabla 4.4 Valores de los parámetros  $\sigma_{LSE}$  y  $\epsilon_{LSE}$  y pendientes de las tangentes  $M1$ ,  $M2$ .

$\epsilon_i^m$	$\sigma_{LSE}$ [MPa]	$\epsilon_{LSE}$ [%]	$M1$	$M2$
2,5	--	---	40,0	---
3,3	--	---	40,0	---
5,0	377	3,78	38,5	44,5
6,5	413	3,81	42,5	50,0
9,0	389	3,82	39,0	50,0
10,5	388	3,81	40,0	53,0
10,7	373	3,77	39,2	45,9

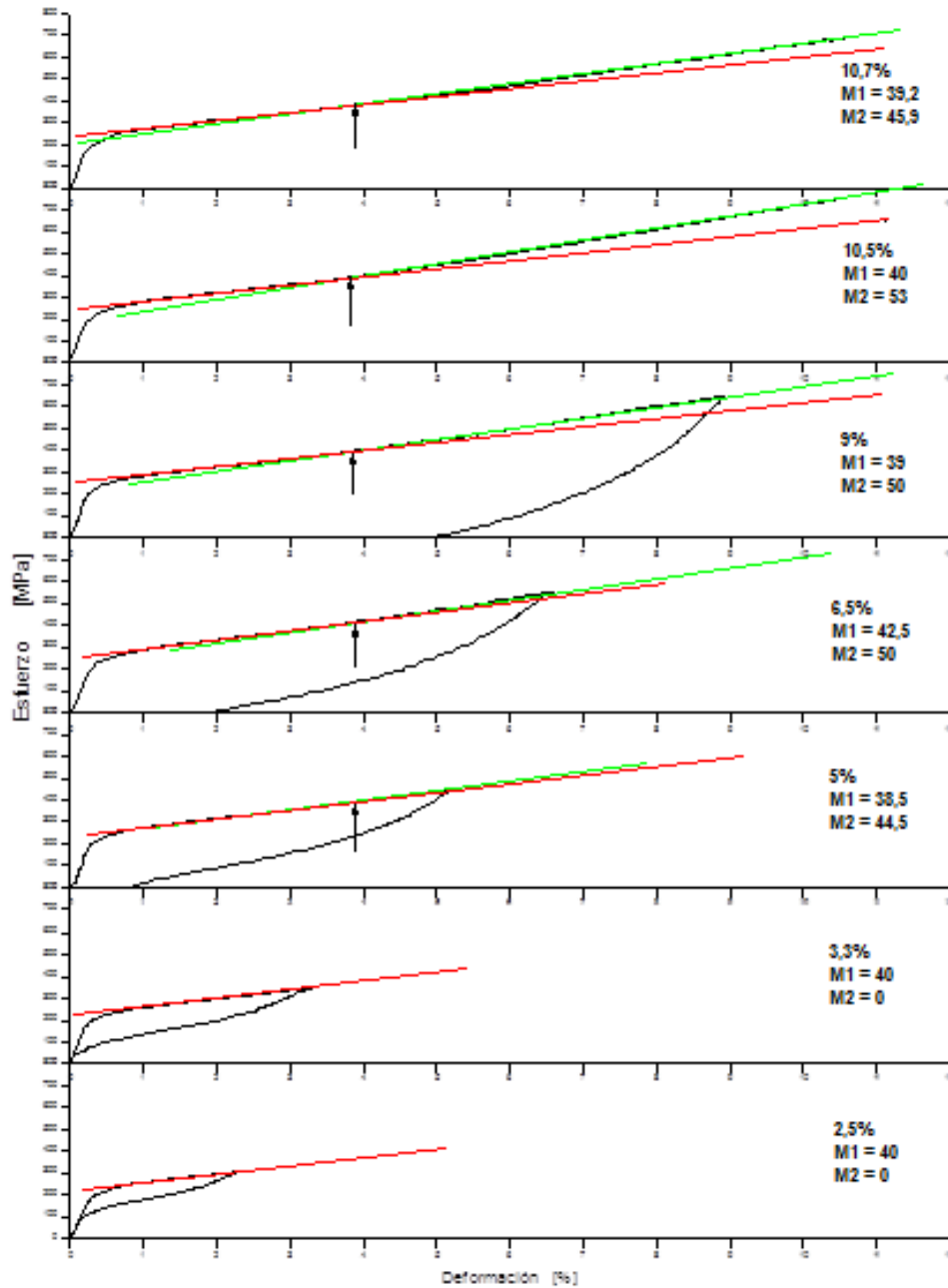


Figura 4.14 Determinación del punto correspondiente a la transición del rango superelástico al rango post-superelástico, por el método de las tangentes.

En la Tabla 4.4, se resumen valores de esfuerzo y de deformación asociados al punto de intersección de las citadas tangentes ( $\sigma_{LSE}$  y  $\epsilon_{LSE}$ ). También en esa tabla, se indican los valores de las pendientes de las rectas tangentes;  $M1$  es la pendiente de las rectas en color rojo de la Figura 4.14, y  $M2$  es la recta en color verde.

#### 4.3.4 Relación tiempo-temperatura

En la Figura 4.15 se representa la curva temperatura versus tiempo que parte desde temperatura ambiente (ver Tabla 4.5), durante un ensayo monotónico de carga y descarga en tracción. En dicha curva se ha marcado con flechas el fin de la carga y el fin de la descarga. Así en estas curvas se distinguen 3 etapas:

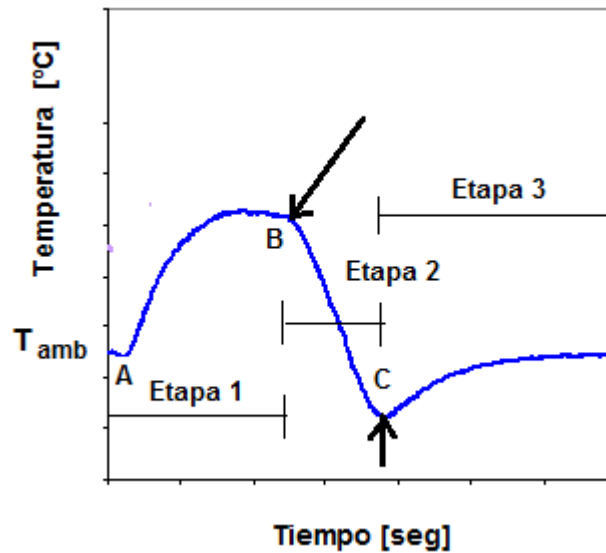


Figura 4.15 Esquema de la curva temperatura-tiempo donde se distinguen 3 etapas.

Etapa 1 de carga: este periodo presenta varias zonas. En la primera zona se inicia a temperatura ambiente, ( $T_{amb}$ ) a medida que se carga la probeta la temperatura baja debido al enfriamiento adiabático hasta el punto A. Luego hay un importante calentamiento seguido de un aumento de temperatura que se mantiene casi constante hasta el punto B. El aumento de temperatura en carga es aproximadamente de  $4^{\circ}\text{C}$ .

Etapa 2 de descarga: (retiro de la carga en el ensayo de tracción) se observa una disminución de la temperatura, alcanzando al final de la descarga una temperatura por debajo de la ambiente, punto C. Esta disminución de temperatura en la descarga para  $2,5\%$  es de  $6^{\circ}\text{C}$  y para  $\epsilon_i^m$  mayores es superior.

Etapa 3: período en que la probeta evoluciona libre de carga, hasta llegar al equilibrio térmico con el ambiente (calentamiento). A las probetas se les deja de aplicar carga cuando llegan a distintos niveles de deformación máxima ( $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$  respectivamente).

A continuación se presenta en la Figura 4.16 la curva temperatura versus tiempo obtenidas durante los ensayos monotónicos de carga y descarga en tracción, hasta distintos niveles de deformación máximas,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$ ;  $9,0\%$ ;  $10,5\%$  y  $10,7\%$ , para las dos termocuplas una ubicada al centro de la probeta y la otra a un cuarto de la probeta, como se ve en la Figura 3.1a). Se registra la temperatura inicial de cada ensayo que corresponde a la temperatura ambiente (ver Tabla 4.5).

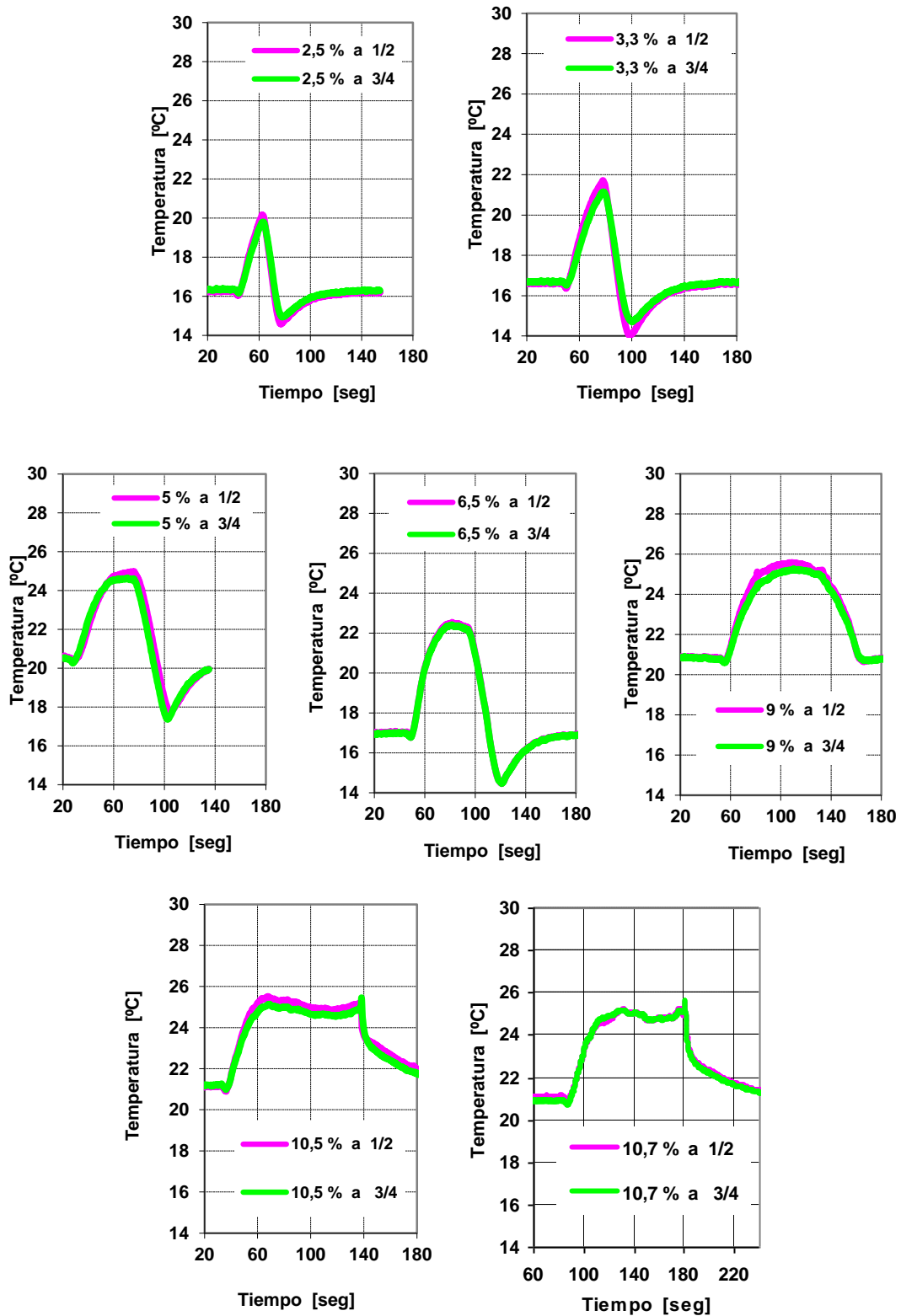


Figura 4.16 Temperatura versus tiempo para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ,  $3,3\%$ ,  $5,0\%$ ,  $6,5\%$  y  $9,0\%$  de deformación máxima impuesta y probetas hasta la fractura  $10,5\%$  y  $10,7\%$ . (el inicio de las curvas es a temperatura ambiente).

La Figura 4.17 muestra los datos obtenidos durante el ensayo de tracción por la termocupla ubicada en el centro ( $\frac{1}{2}$  de la zona útil). Se observa que hay dos tipos de curvas considerando la temperatura de inicio del ensayo, la cual corresponde a la temperatura ambiente del laboratorio a la fecha del mismo. Efectivamente, hay cuatro curvas con temperatura iniciales cercanas a  $16,5^{\circ}\text{C}$  y otras cuatro cercanas a  $20,5^{\circ}\text{C}$ , (ver Tabla 4.5 más detalle de  $T_{0=\text{amb}}$ ). Estos conjuntos corresponden a ensayos realizados en las mañanas del mes de julio y del mes de octubre, en Santiago respectivamente. El aumento de temperatura en carga es aproximadamente de  $4^{\circ}\text{C}$  y en la descarga es un poco superior.

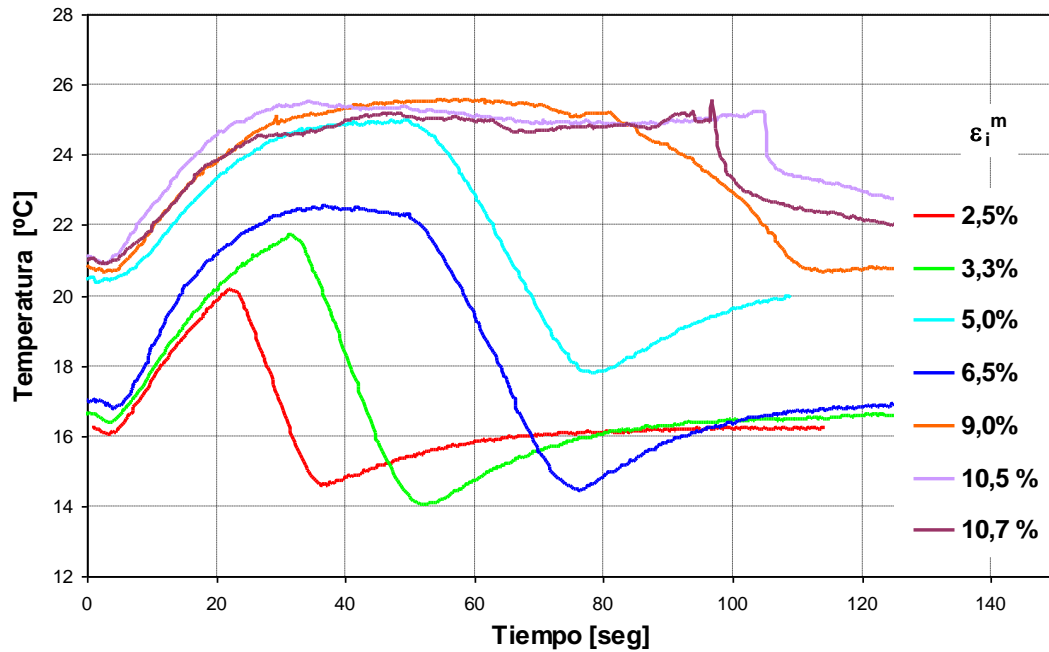


Figura 4.17 Gráficas experimentales temperatura versus tiempo a diferentes  $\epsilon_i^m$  a temperatura ambiente para deformación creciente.

A fin de neutralizar el efecto de la temperatura ambiente y corregir el origen temporal, todas estas curvas fueron desplazadas de modo que su mínimo después de la carga propiamente elástica coincidiese con el mínimo de la curva de 2,5%, ver Figura 4.18. (se usa este criterio porque es la probeta con menor deformación impuesta).

Tabla 4.5 Valores A: inicio de la carga, B: fin de la carga, C: fin de la descarga.

$\epsilon_i^m$	$T_{0=\text{ambiente}}$	A	B	C	Diferencia inicio carga y fin de la descarga
[%]	$T_0$ [°C]	$T_A$ [°C]	$T_B$ [°C]	$T_C$ [°C]	$T_C - T_A$ [°C]
2,5	16,25	16,04	20,17	14,57	-1,47
3,3	16,58	16,36	21,71	14,02	-2,34
5,0	20,59	20,38	24,98	17,78	-2,60
6,5	16,98	16,76	22,47	14,54	-2,22
9,0	20,84	20,63	25,21	20,63	0
10,5	21,06	20,84	25,23	---	---
10,7	21,09	20,89	25,57	---	---

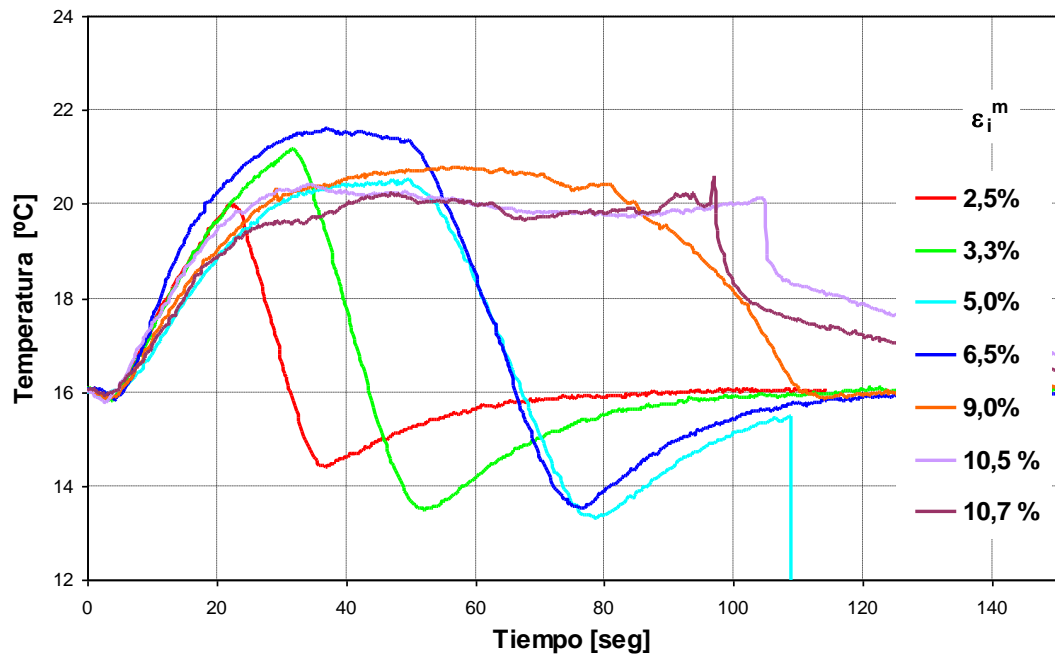


Figura 4.18 Ajuste de las gráficas experimentales de la Figura 4.17 para diferentes  $\epsilon_i^m$  a la misma temperatura ambiente para deformación creciente.

En la Figura 4.19 se representan los valores determinados de diferencia de temperatura para  $T_C$  fin de la descarga y  $T_A$  comienzo de la carga indicado en la Figura 4.15, que se encuentran en la Tabla 4.5. Cada punto representa una probeta con  $\epsilon_i^m$ .

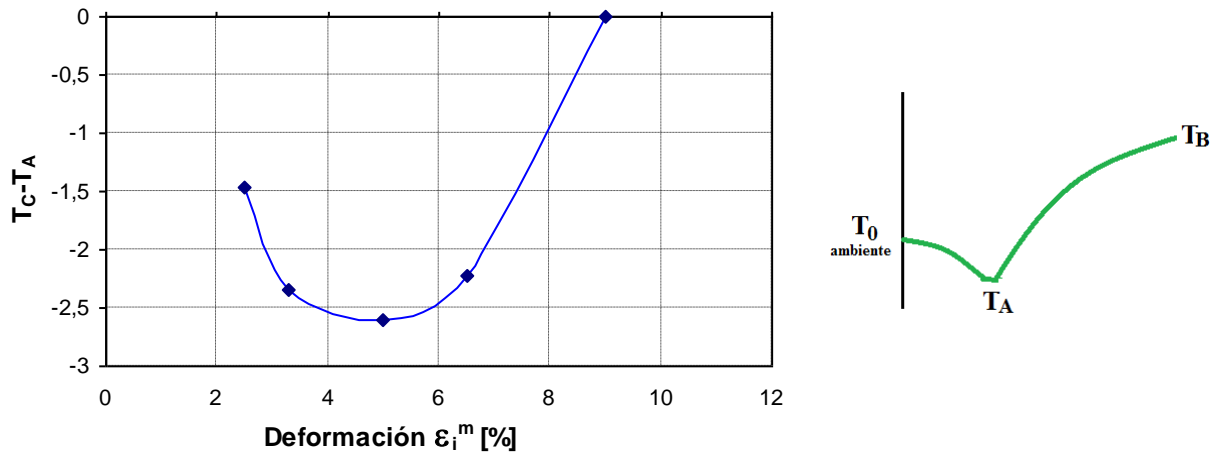


Figura 4.19 Gráficas experimentales de la diferencia de temperatura,  $T_C - T_A$  versus deformación impuesta,  $\epsilon_i^m$ .

### 4.3.5 Relaciones $\sigma$ - $\epsilon$ - $T$ en carga

En las Figuras 4.20 a 4.23 se presentan las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y curvas  $T_p$ - $\epsilon$  de las probetas sometidas a diferentes niveles de deformación impuesta,  $\epsilon_i^m$ . También allí se expone la curva  $\sigma$ - $\epsilon$  de las probetas llevadas a la fractura, para la cual resultó una deformación a la fractura de 10,5 % y 10,7%. Se observa que las curvas presentan la forma habitual de las aleaciones Cu-Al-Be. Las líneas verticales corresponden a las transiciones entre el rango elástico (zona I) y superelástico (zona II), por una parte, y entre el rango superelástico y post-superelástico (zona III), por otra. Las flechas muestran el esfuerzo de transformación,  $\sigma_T$ , y el esfuerzo al cual se inicia el rango post-superelástico,  $\sigma_{LSE}$ .

Para obtener curvas  $T_p$ - $\epsilon$  se filma el ensayo con una grabadora. Se registran los datos de carga-desplazamiento directo de la curva de tracción, simultáneamente con los datos de temperatura registrados con la interfaz . (ver figura 3.1b).

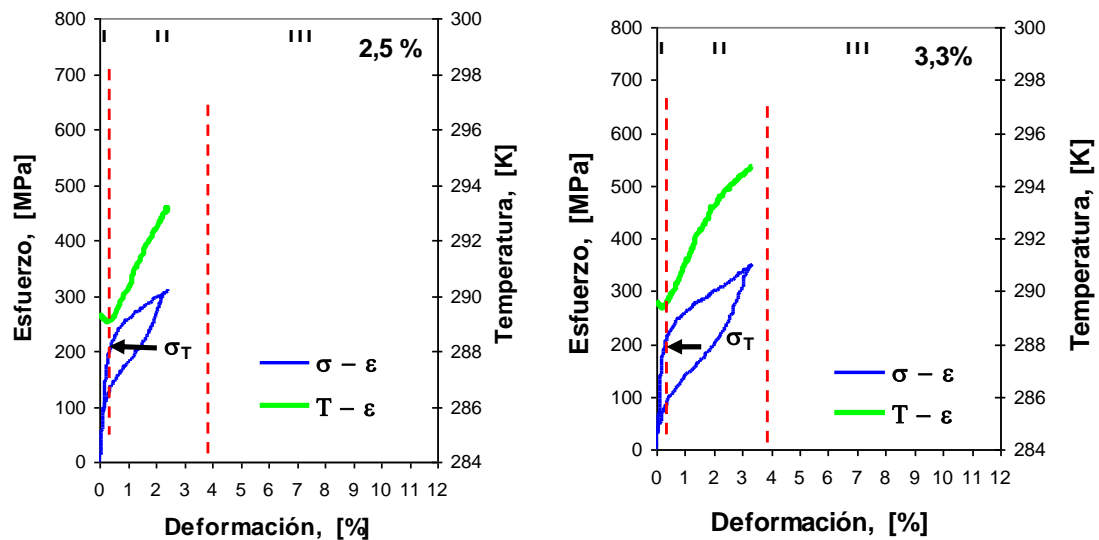


Figura 4.20 Curva  $\sigma$ - $\epsilon$  y curva  $T_p$ - $\epsilon$  de la probeta llevada a 2,5% y 3,3% deformación.

En la Figura 4.20, las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$  y  $3,3\%$  muestran que el material no presenta deformación retenida después de la descarga,  $\epsilon_r$ , según corresponde al comportamiento superelástico. En la curva  $T_p$ - $\epsilon$  se observan dos zonas. En la primera zona la temperatura baja con la deformación; esto se puede explicar por enfriamiento cuasiadiabático debido al efecto isentrópico propio de la elasticidad lineal. Obsérvese que el fin de esta zona coincide con la deformación a la cual se da el esfuerzo de transformación,  $\sigma_T$ . En la segunda zona la temperatura aumenta con la deformación con una forma aproximada a la de una parábola de concavidad negativa, para deformaciones correspondiente a  $\sigma_T$ . De este modo, esta zona se asocia al comportamiento propiamente superelástico, correspondiente a la formación por carga de martensita reversible a partir de austenita inicial.

Puede demostrarse en vía experimental y justificarse teóricamente que existe una interrelación entre el trabajo mecánico realizado en un material en la región elástica, y los cambios en sus propiedades termodinámicas. Esto es, existe relaciones entre esfuerzo y deformación por una parte y temperatura y entropía por la otra. Esta



relación se conoce como efecto termoelástico. Suponga que un esfuerzo elástico se aplica a una barra tan rápidamente, que el esfuerzo máximo se alcanza antes de que ésta pueda cambiar energía térmica en sus alrededores. El calor transferido desde la barra, o hacia la barra, es cero, así que el cambio en energía interna lo causa solamente el trabajo mecánico efectuado en el material y la deformación es isentrópica (esto es, se produce a entropía constante y es reversible) (Hayden, 1978).

Puede demostrarse que para el caso de deformación uniaxial adiabática:

$$\frac{\partial T}{\partial \varepsilon} = \frac{-V_m \alpha E T}{C_v} \quad (4.1)$$

donde  $\partial T/\partial \varepsilon$  representa la variación de temperatura con la deformación a entropía constante,  $V_m$  es el volumen molar del material,  $E$  es el módulo de Young,  $\alpha$  es el coeficiente lineal de expansión térmica,  $T$  es la temperatura absoluta y  $C_v$  es el calor específico a volumen constante. Prácticamente todos los materiales manifiestan una expansión volumétrica al calentarse. Por lo tanto, ya que  $\alpha$  es casi siempre positivo, lo mismo que  $V_m$ ,  $T$ ,  $E$  y  $C_v$  puede deducirse que una tensión elástica adiabática disminuye la temperatura del material y una compresión elástica adiabática aumenta. Sin embargo, este cambio de temperatura es generalmente pequeño.

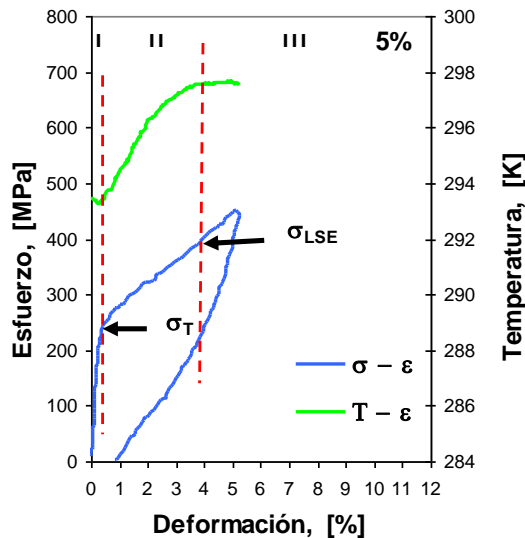


Figura 4.21 Curva  $\sigma$ - $\varepsilon$  y curva  $T_p$ - $\varepsilon$  de la probeta llevada a 5,0% deformación.

En las Figuras 4.21 y 4.22 se presentan las curvas  $\sigma$ - $\varepsilon$  y  $T_p$ - $\varepsilon$  para deformaciones  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$  y las probetas llevadas a la fractura. Se observa que el material presenta deformación retenida  $\varepsilon_r$  después de la descarga para deformaciones  $\varepsilon_i^m$  desde  $4,2\%$ , observada en la Figura 4.4.

En las curvas  $\sigma$ - $\varepsilon$  y  $T_p$ - $\varepsilon$  se indica con una flecha la ubicación del esfuerzo de transformación,  $\sigma_T$  y límite superelástico  $\sigma_{LSE}$ . Dicho esfuerzo corresponde a una deformación de  $3,8\%$ . Se notará que este último valor está, de manera acorde, dentro del rango  $3,3$  y  $4,2\%$  de deformación, rango que fuera determinado para la deformación del límite superelástico sobre la base de las curvas carga-descarga.

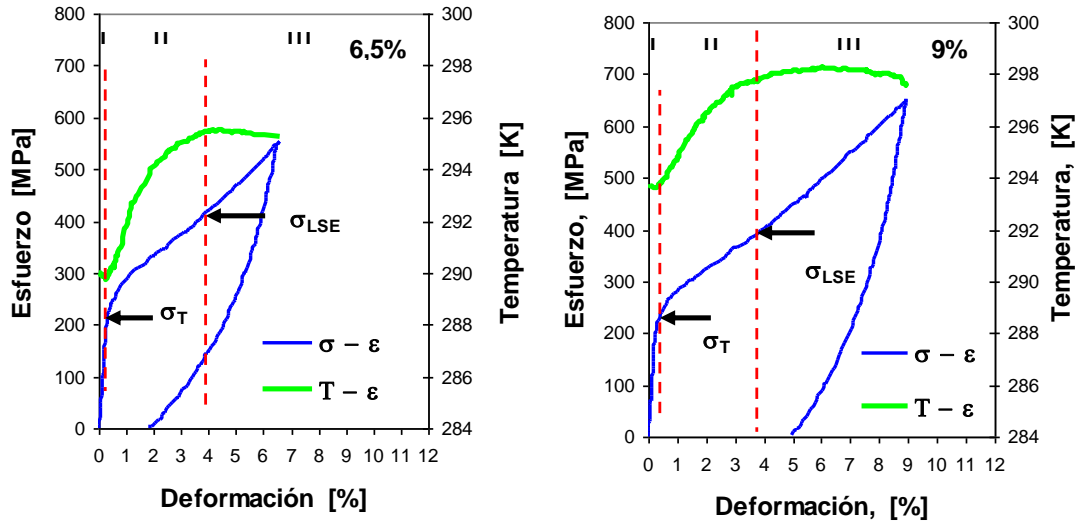


Figura 4.22 Curva  $\sigma-\varepsilon$  y curva  $T_p-\varepsilon$  de la probeta llevada a 6,5% y 9,0% deformación.

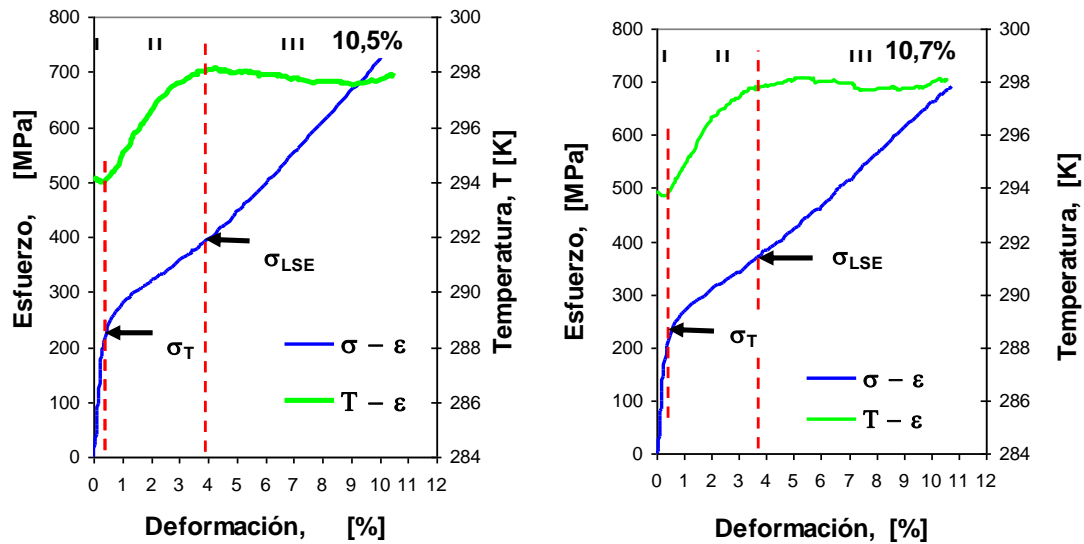


Figura 4.23 Curva  $\sigma-\varepsilon$  y curva  $T_p-\varepsilon$  de la probeta llevada a la fractura 10,5% y 10,7%.

En las curvas  $T_p-\varepsilon$  se observan tres zonas; respecto de las dos primeras zonas, las que ya fueron presentadas en lo esencial, aquí cabe agregar que el límite superior en deformación de la segunda zona, está cercano a la deformación del  $\sigma_{LSE}$ .

La tercera zona presenta, inicialmente, en ciertos casos una forma lineal descendente y en otros una en que la temperatura primero crece suavemente para después descender. Además, para grandes deformaciones superiores a 9,0%, en las curvas  $T_p-\varepsilon$  de las dos probetas llevadas a la fractura, se observa un aumento de la temperatura previa a la fractura. De lo anterior se desprende que es posible que el aumento de temperatura detectado al final de la curva  $T_p-\varepsilon$  de la Figura 4.23,

corresponda a una componente de calor generado por la deformación plástica, bajo condiciones cuasiadiabáticas.

Tabla 4.6 Parámetros mecánicos de las probetas en el rango post-superelástico.

$\epsilon_i^m$ [%]	$T_{ambiente}$ [°C]	$\sigma_T$ [MPa]	$\sigma_{LSE}$ [MPa]	$\epsilon_{LSE}$ [%]	$\epsilon_r$ [%]
2,5	16,25	230	---	---	0
3,3	16,58	228	---	---	0
5,0	20,59	248	388	3,72	0,78
6,5	16,98	228	413	3,86	1,82
9,0	20,84	248	394	3,83	4,97
10,5	21,06	242	387	3,80	---
10,7	21,09	240	383	3,77	---
Promedio	16,45	241	393	3,80	

De la Tabla 4.6 se obtienen los rangos aproximados de las diferentes zona, para la primera zona es  $0 \leq \sigma \leq 241$  [MPa] ( $0 \leq \sigma \leq \sigma_T$ ), para la segunda zona es  $241 \leq \sigma \leq 393$  [MPa] ( $\sigma_T \leq \sigma \leq \sigma_{LSE}$ ), y la tercera zona es  $\sigma \geq 393$  [MPa] ( $\sigma \geq \sigma_{LSE}$ ).

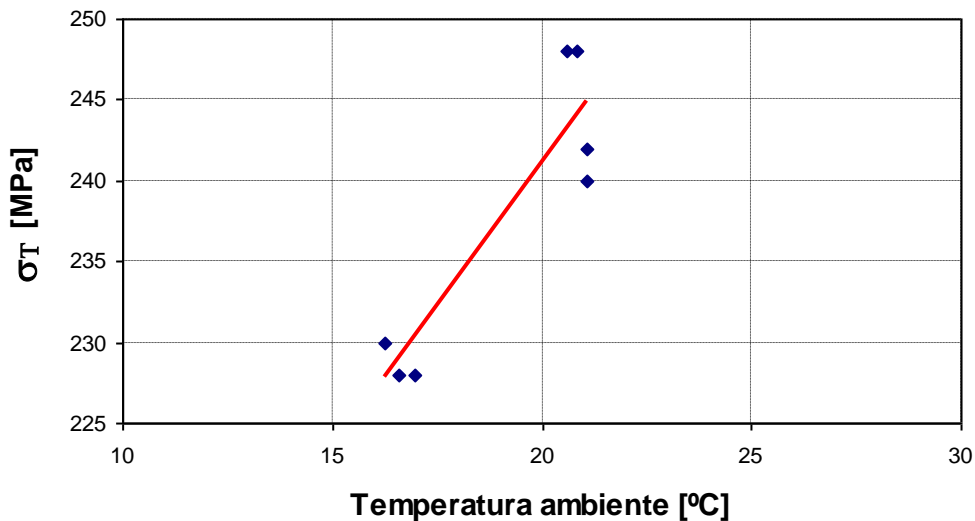


Figura 4.24 Curva  $\sigma_T - T_{amb}$  de la probetas  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ,  $3,3\%$ ,  $5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$ ,  $10,5\%$  y  $10,7\%$ .

Para las anteriores curvas  $\sigma - \epsilon$  en los casos pertinentes, se determinaron los valores de,  $\sigma_T$ ,  $\sigma_{LSE}$  y  $\epsilon_r$  según el procedimiento expuesto en la sección 4.3.3, ver Tabla 4.5. Se observa que al aumentar  $\epsilon_i^m$  aumenta la  $\epsilon_r$ , además para temperaturas altas el  $\sigma_T$  es mayor, (ver Figura 4.24) como es el caso de las probetas con  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $9,0\%$ ,  $10,5\%$  y  $10,7\%$  que corresponden a la formación de martensita que quedará retenida después de retirar la carga.

En particular, la transición detectada sobre la curva  $T_p - \epsilon$  desde la segunda zona a la tercera, corresponde entonces al límite post-superelástico,  $\sigma_{LSE}$ .

### 4.3.6 Curvas que relacionan $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$

En las Figuras 4.25 a 4.31 se presentan las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y curvas  $T_p$ - $\epsilon$  de las probetas sometidas a diferentes niveles de deformación impuesta,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$  en carga-descarga. La curva  $T_p$ - $\epsilon$  corresponde a la termocupla adheridas a la zona útil del alambre con el centro de la probeta (1/2), ver Figura 3.1a). También allí se expone la curva  $\sigma$ - $\epsilon$  de las probetas llevada a la fractura, para la cual resultó una deformación a la fractura de  $10,5\%$  y  $10,7\%$  y sólo existe curva de carga.

#### 4.3.6.1 Curvas $\sigma$ - $\epsilon$ y $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla a $1/2$ , carga-descarga

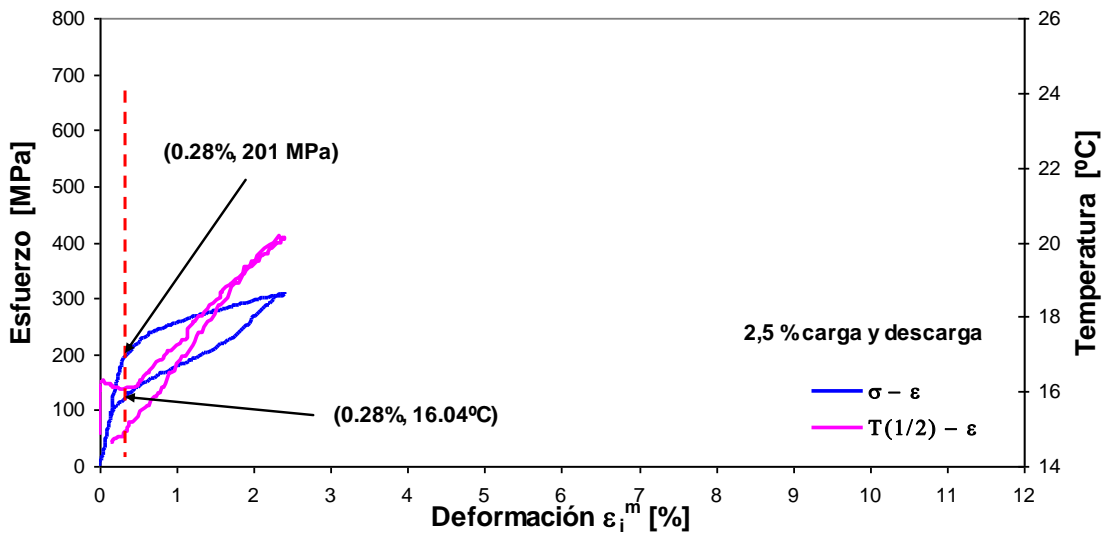


Figura 4.25 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$ , con termocupla a  $1/2$ , carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ .

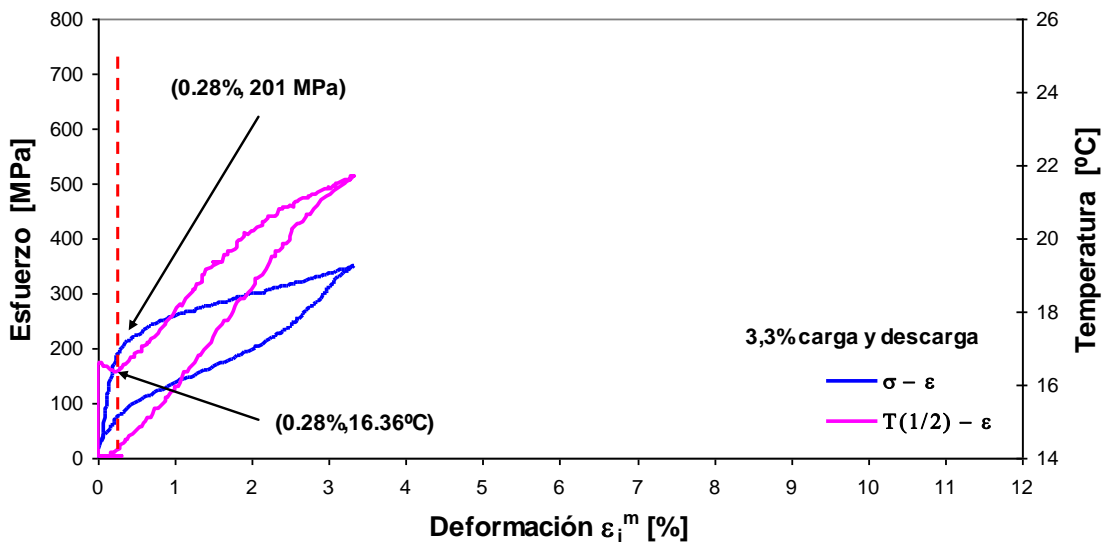


Figura 4.26 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $1/2$ , carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 3,3\%$

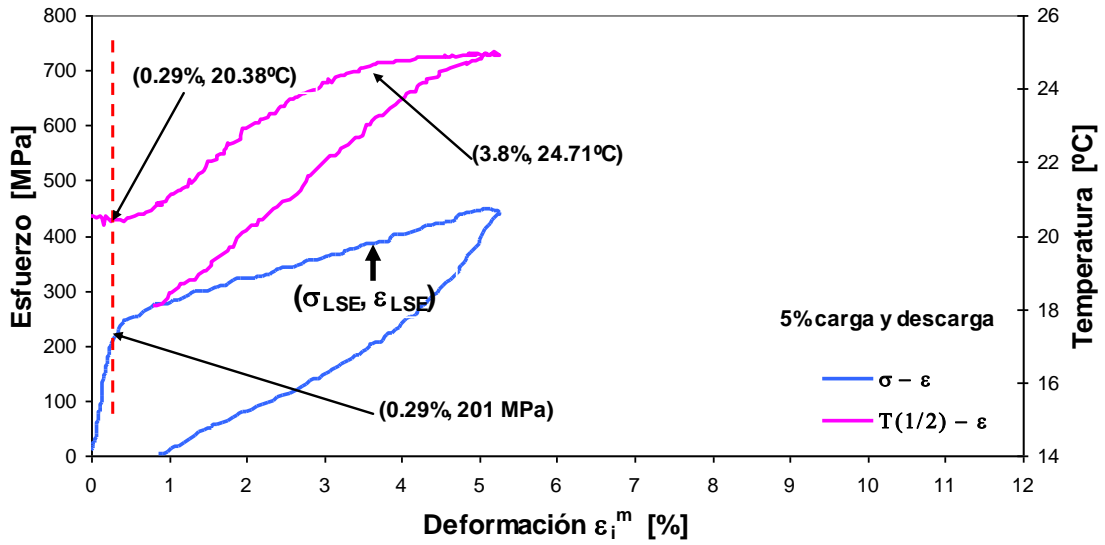


Figura 4.27 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ , con deformación retenida.

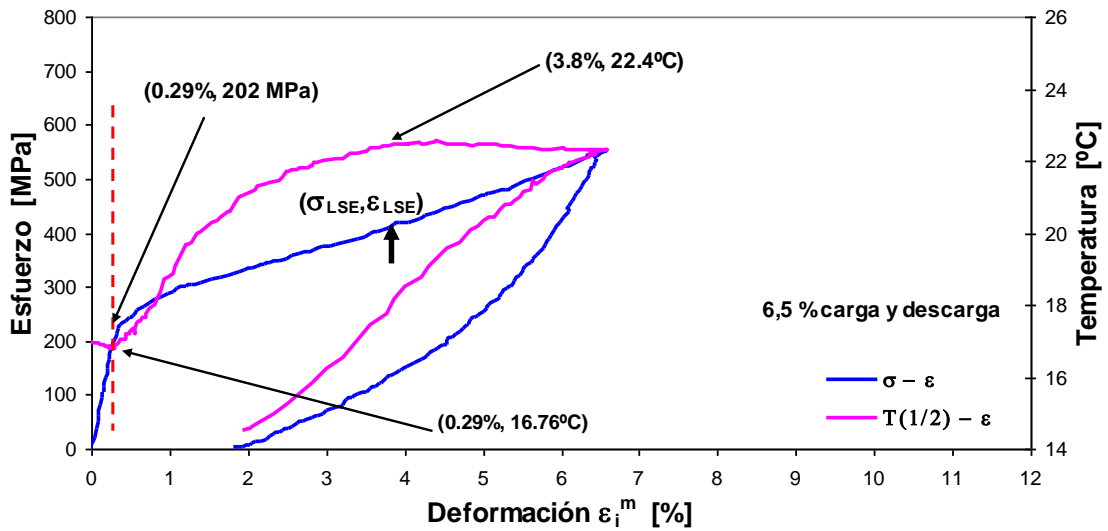


Figura 4.28 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 6,5\%$ , con deformación retenida.

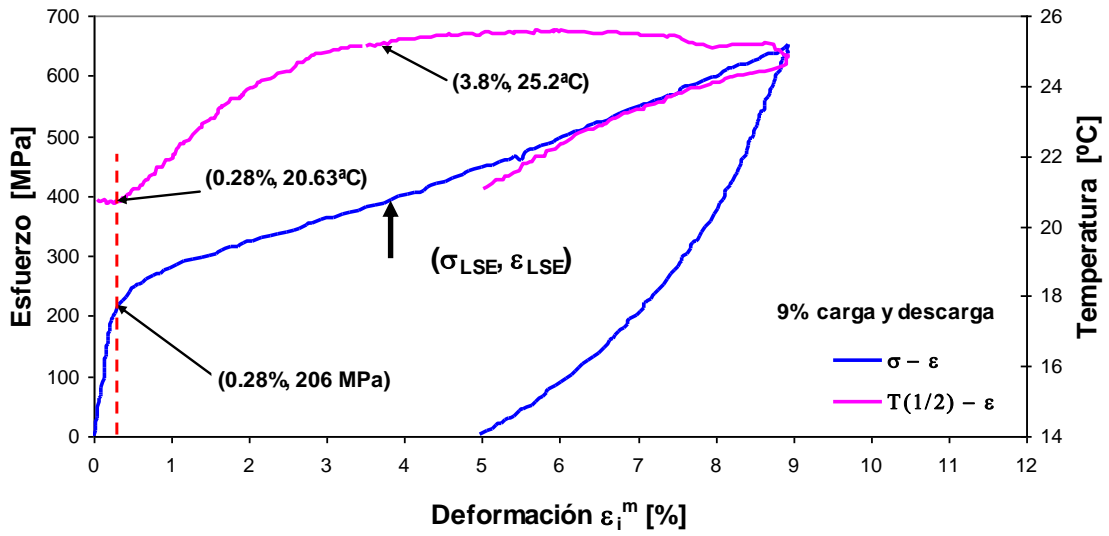


Figura 4.29 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , con deformación retenida.

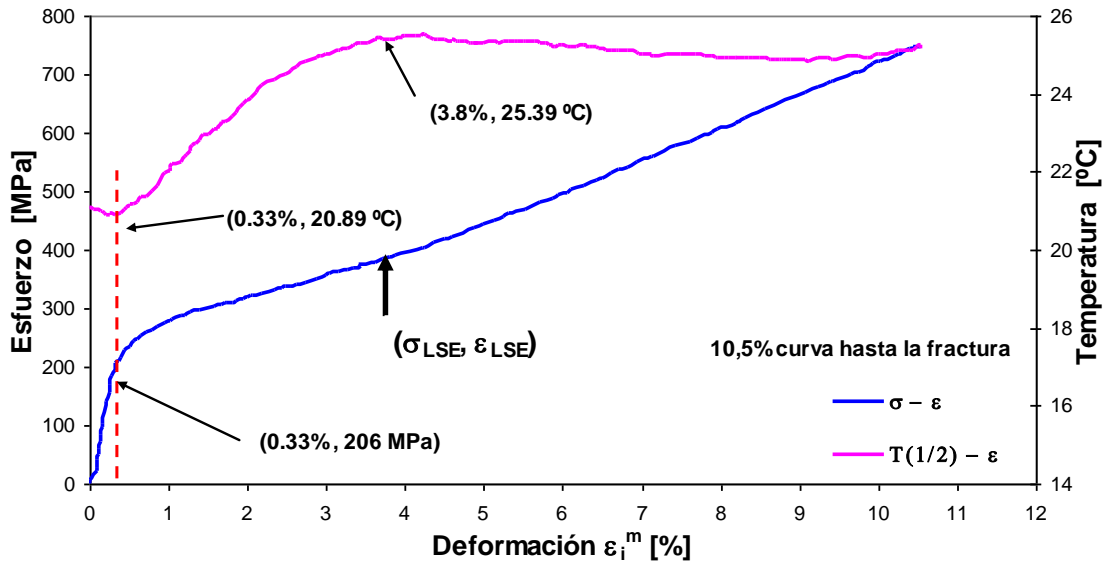


Figura 4.30 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , carga a fractura para  $\epsilon_i^m = 10,5\%$ .

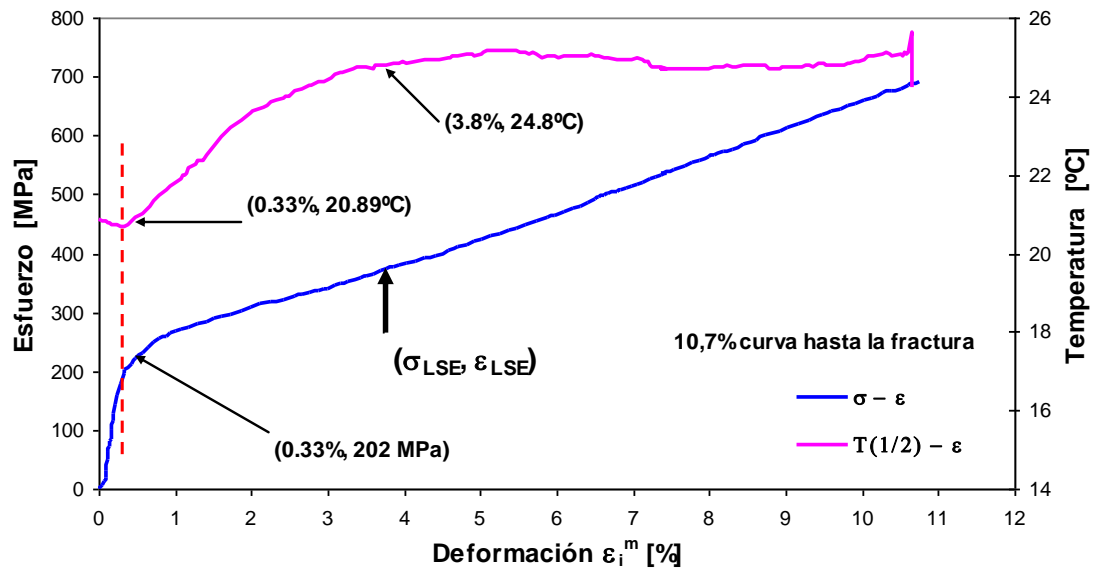


Figura 4.31 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , carga a fractura para  $\epsilon_i^m = 10,7\%$ .

#### 4.3.6.2 Resumen de curvas $T_p$ - $\epsilon$ con termocupla en el centro de la probeta

En la Figura 4.32 se presenta un resumen de las curvas  $T_p$ - $\epsilon$  de las probetas sometidas a diferentes niveles de deformación impuesta,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$  en carga ya presentada en la sección 4.3.5.

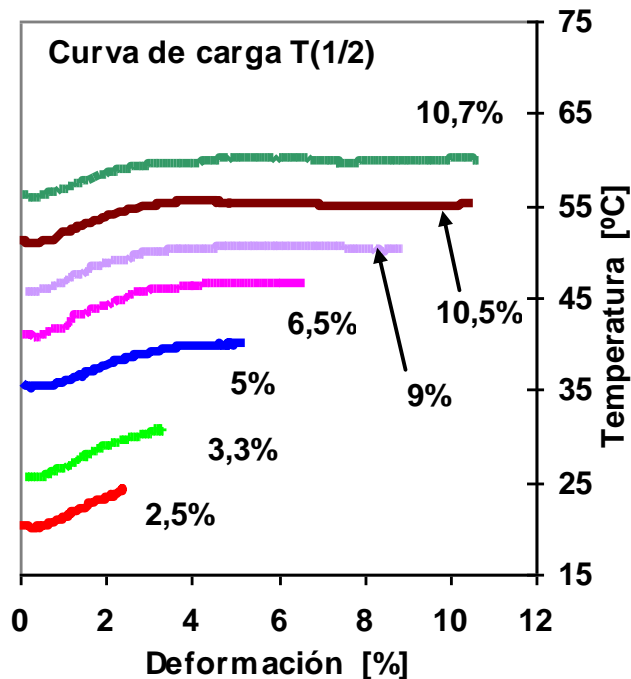


Figura 4.32 Curva  $T_p$ - $\epsilon$  de carga  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$ ;  $9,0\%$ ;  $10,5\%$  y  $10,7\%$ .

En la Figura 4.33 se presentan las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  de las probetas sometidas a diferentes niveles de deformación impuesta,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ;  $3,3\%$ ;  $5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$  en descarga. Se observa que las probetas  $2,5\%$  y  $3,3\%$  tienen una forma cóncava y convexa, corresponde a las probetas con superelasticidad. Por otra parte, en las probetas  $\epsilon_i^m = 5,0\%$  se observa que al terminar una pequeña zona convexa y una mayor zona cóncava. Para mayores deformaciones las probetas con  $\epsilon_i^m = 6,5\%$  y  $9,0\%$  la curva de descarga muestra sólo la forma cóncava. La presencia de zona convexa indica que el material es superelástico, al disminuir esta significa que la austenita decrece, la zona cóncava indicaría que hay presencia de martensita retenida.

La zona convexa indica presencia de austenita, por tanto al aumentar  $\epsilon_i^m$  disminuye la austenita y la zona convexa. En cambio la zona concáva representa la martensita, a medida que aumenta la martensita con  $\epsilon_i^m$  aumenta la zona concáva lo que se observa en la última curva correspondiente  $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , solamente hay una curva concáva.

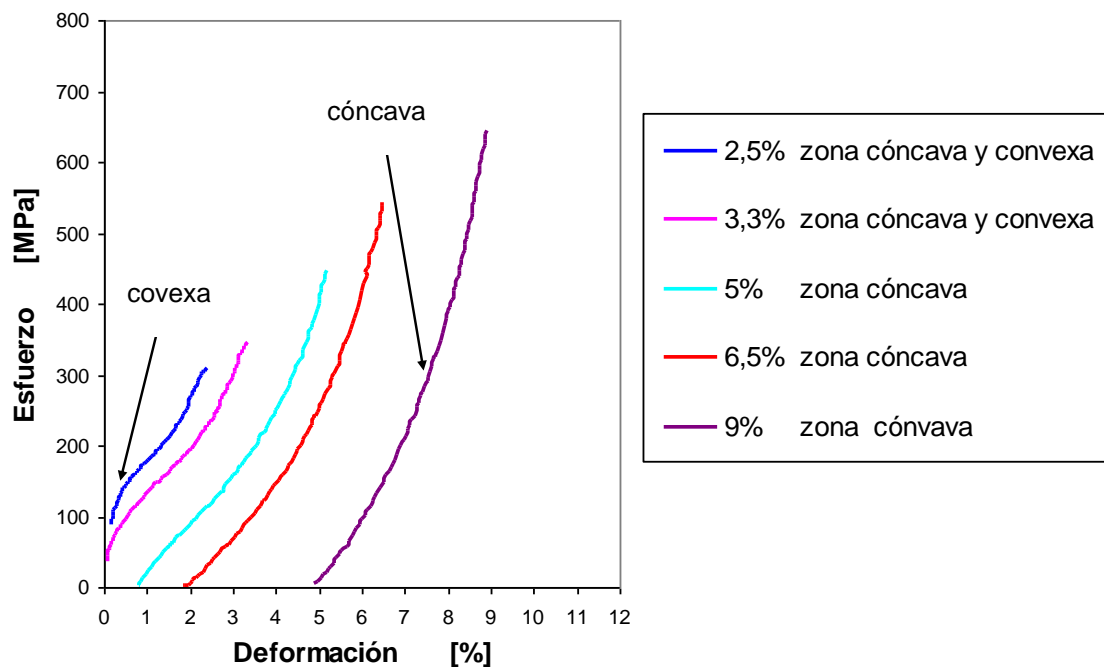


Figura 4.33 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  en descarga para distintos valores de  $\epsilon_i^m$ .

## 4.4 MICROSCOPIA ÓPTICA

### 4.4.1 Microscopía de probetas deformadas y con tratamiento térmico

En las Figuras 4.34 a 4.36 se presentan metalografías (cortes longitudinales) de probetas sometidas a diferentes niveles de deformación impuesta,  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ,  $5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$  y  $10,5\%$  y de las mismas probetas sometidas a un ulterior tratamiento térmico a  $750^\circ\text{C}$  por 2,5 min seguido de enfriamiento en agua a temperatura ambiente. Nótese que en la Figura 4.1 ya se presentó la microestructura inicial austenítica recristalizada de material ( $\epsilon_i^m = 0$ ). En la Figura 4.34a), correspondiente a la probeta con



$\varepsilon_i^m=2,5\%$ , una deformación dentro del rango superelástico RSE, se observa que la microestructura es de fase austenita  $\beta$  con granos equiaxiales y tamaño de grano cercano a los 100  $\mu\text{m}$ , en ella no se detecta martensita; como era de esperar, esta microestructura es similar a la de la probeta sin deformación. Por otra parte, la Figura 4.34b) corresponde a la misma probeta pero sometida al tratamiento térmico ulterior; se observa que los granos austeníticos han crecido y siguen siendo equiaxiales y el tamaño de grano es 250  $\mu\text{m}$  aproximadamente.

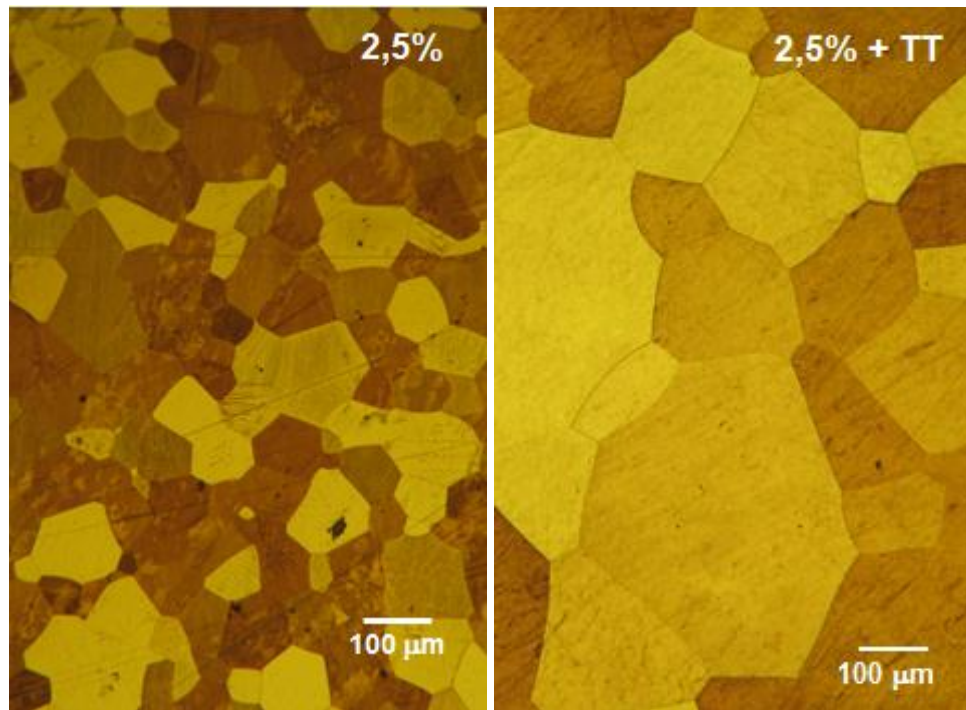


Figura 4.34 Microestructura para  $\varepsilon_i^m=2,5\%$ : a) con deformación y b) después del tratamiento térmico. Se observan granos equiaxiales de austenita y el crecimiento de grano debido al tratamiento térmico aplicado.

En la Figura 4.35 se presentan las metalografía de las probetas con  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$  y  $10,5\%$  deformaciones correspondientes al RPSE. Se observa una microestructura con granos equiaxiales y presencia de láminas de martensita; además la fracción volumétrica de martensita crece al aumentar  $\varepsilon_i^m$ . La figura 4.36 corresponde a una metalografía, de mayor aumento que las anteriores, de la probeta con  $\varepsilon_i^m = 10,5\%$ , donde aparecen conjuntos de placas paralelas en diferentes ordenamientos.

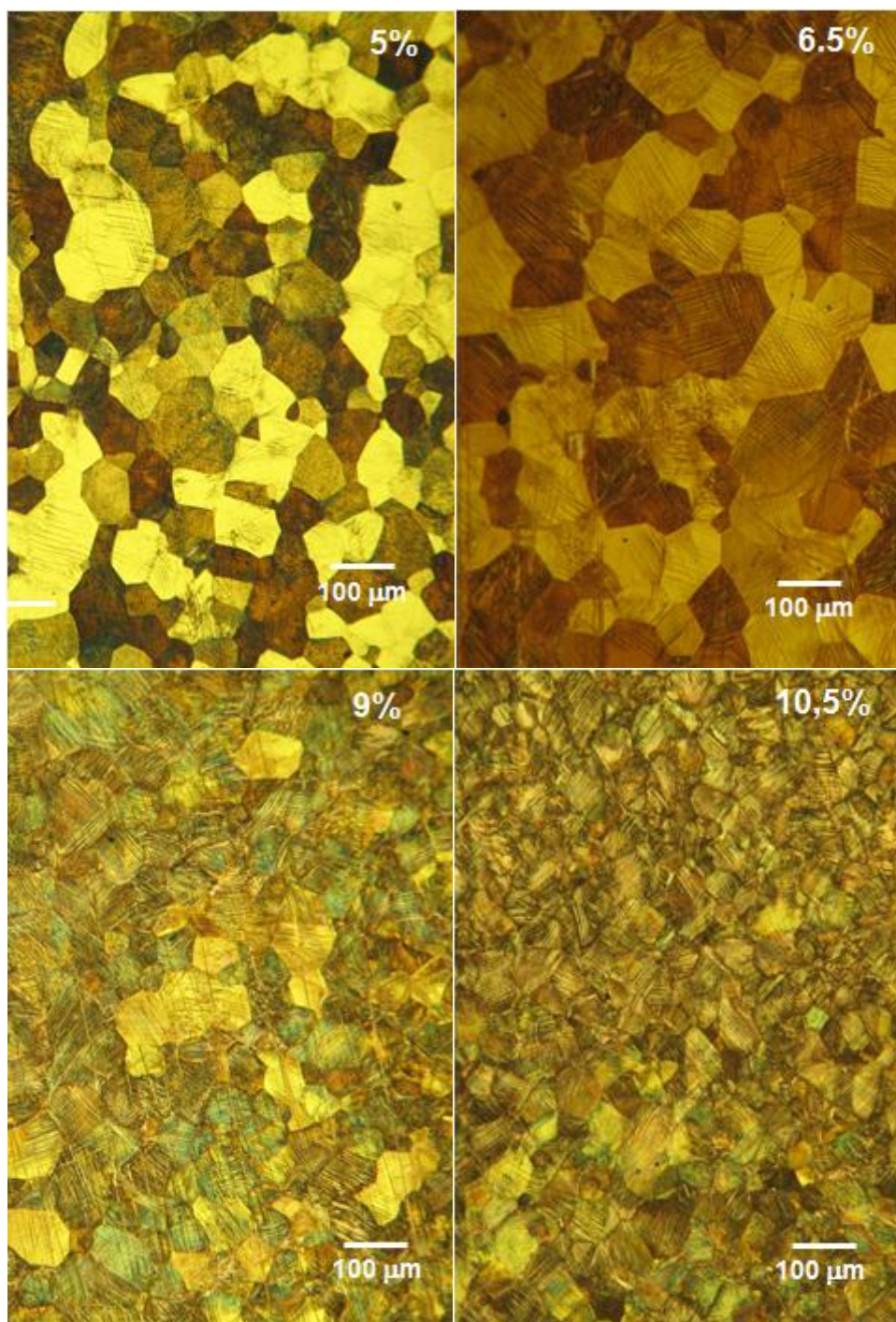


Figura 4.35 Microestructura después de deformar, de probetas deformadas en el RPSE para los valores de  $\varepsilon_i^m$  indicados en las metalografías. Se observa que al aumentar  $\varepsilon_i^m$  disminuye la fracción volumétrica de la austenita remanente (ver sección 4.5.3.2 y Figura 4.36).

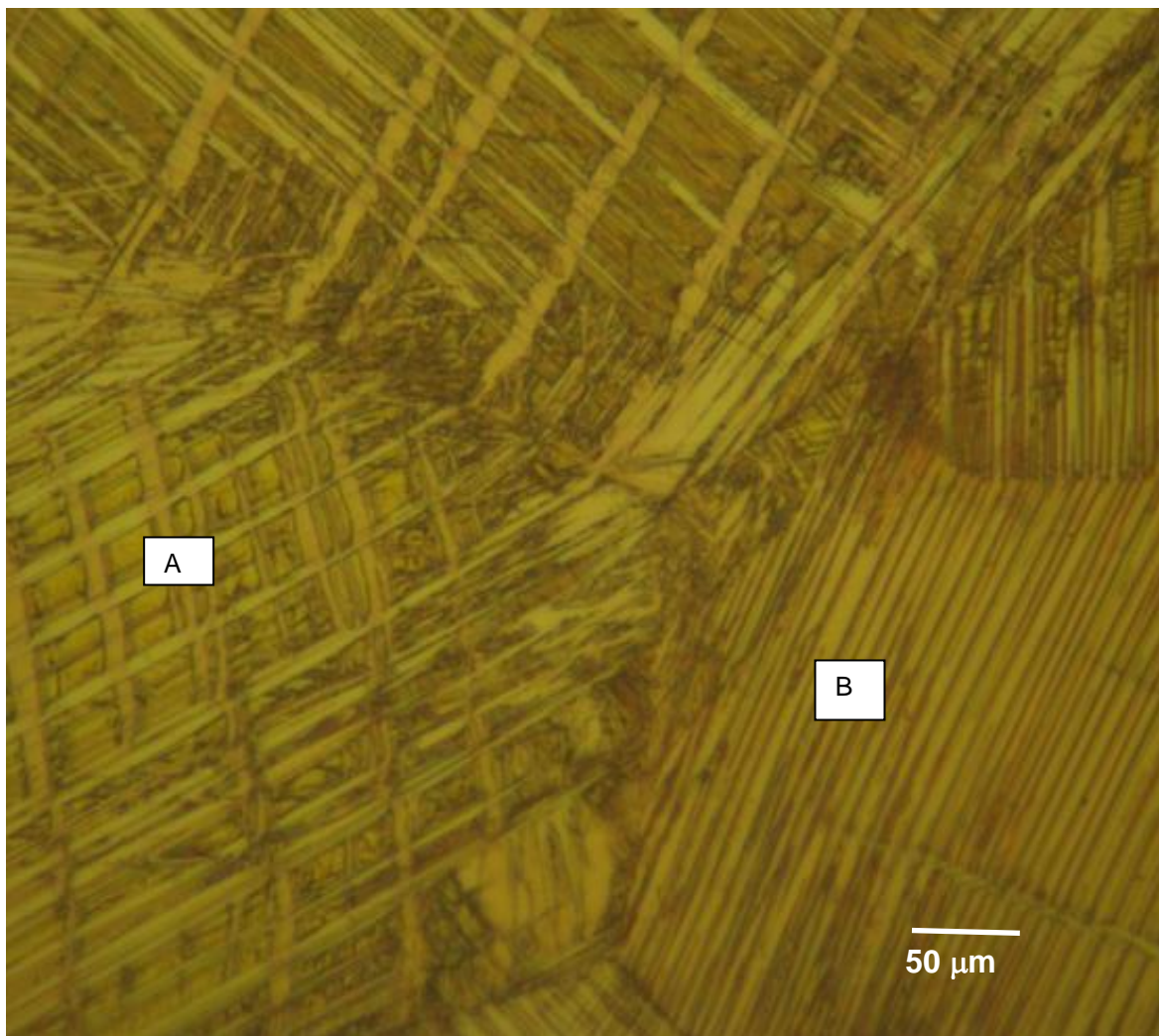


Figura 4.36 Martensita remanente presente en la probeta deformada hasta  $\epsilon_i^m = 10,5\%$ , en una zona alejada de la fractura. En el sector de la metalografía marcado con A se observan dos conjuntos de placas paralelas, donde las placas de un conjunto son perpendiculares a las del segundo; en tanto que en el sector marcado con B se observa solo un conjunto de placas de martensita paralelas y contiguas.

En las mismas probetas, después de sometidas al referido tratamiento térmico, ver Figura 4.37, se observa que el tamaño de grano crece y que desaparecen las láminas de martensita. Así, se concluye que al aumentar  $\epsilon_i^m$  en el RPSE, la fracción volumétrica de martensita retenida aumenta y la de austenita disminuye; además en las probetas con tratamiento térmico desaparecen las láminas de martensita y reaparece la austenita.

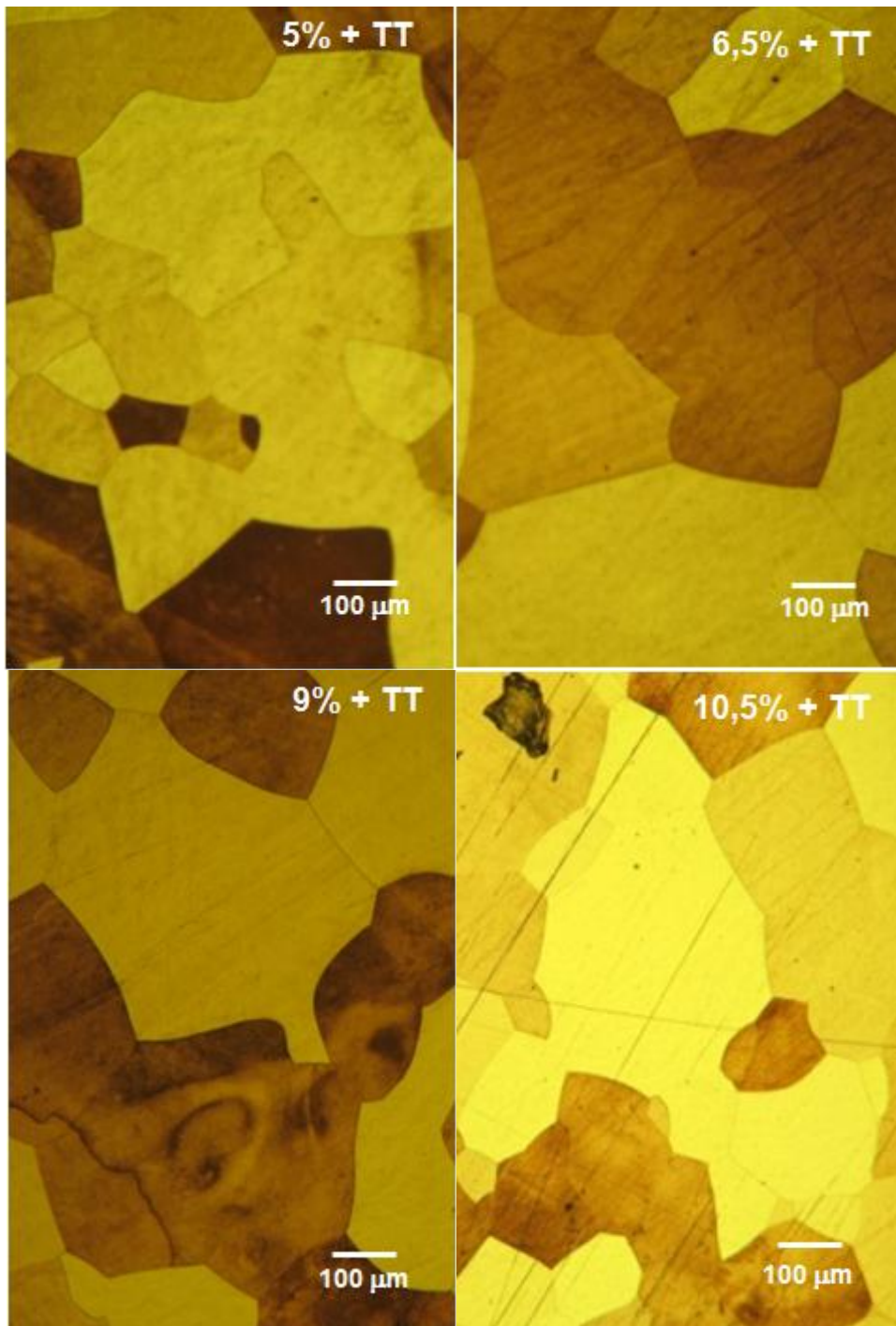


Figura 4.37 Microestructura después del tratamiento térmico aplicado a probetas previamente deformadas en el RPSE, para los valores de  $\epsilon_i^m$  indicados en las metalografías. Para todo los valores  $\epsilon_i^m$  se observan granos austeníticos, los cuales han crecido con el tratamiento térmico y no presentan martensita remanente. El tamaño de grano es  $\approx 250 \mu\text{m}$ .

#### 4.4.2 Determinación de fracción volumétrica por microscopía óptica

A continuación se presentan los resultados de la determinación de la fracción volumétrica de austenita  $f_V^\beta$  por la técnica de metalografía cuantitativa basada en el conteo de punto. En la Figura 4.38 se presentan algunas de las micrografías de 500 aumento utilizadas al aplicar dicha técnica.

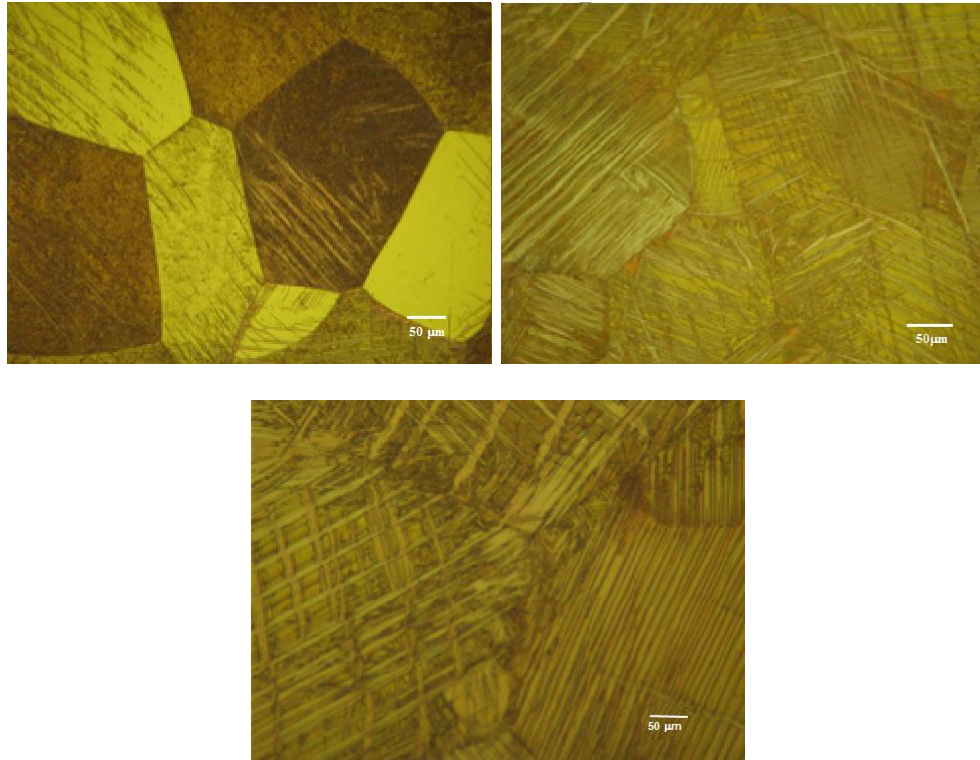


Figura 4.38 Algunas de las micrografías empleadas para la determinación de la fracción volumétrica de austenita por la técnica de metalografía cuantitativa de conteo por punto: a)  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ , b)  $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , y c)  $\epsilon_i^m = 10,5\%$ .

En la Figura 4.39 se presenta los valores de la fracción volumétrica determinadas por microscopía óptica en función de  $\epsilon_i^m$ . Se observa que la fracción volumétrica de la austenita disminuye a medida que aumenta  $\epsilon_i^m$ ; además, incluso en la probeta fracturada ( $\epsilon_i^m = 10,5\%$ ) aún hay presente austenita, con  $f_V^\beta = 0,25$ .

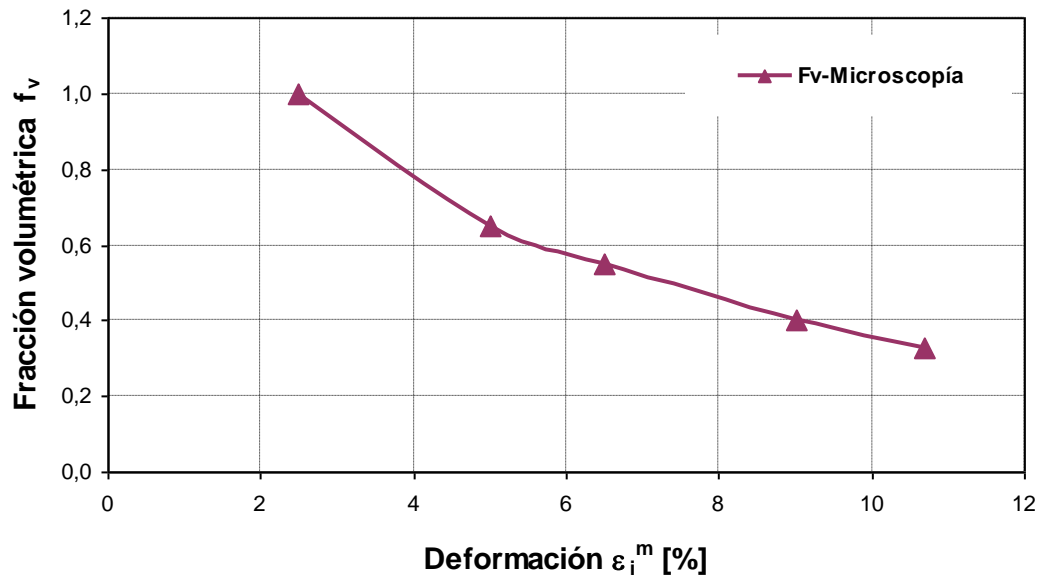


Figura 4.39 Fracción volumétrica de austenita, determinada por microscopía cuantitativa, en función de  $\epsilon_i^m$ .

### 4.4.3 Microscopía de probetas llevadas a la fractura

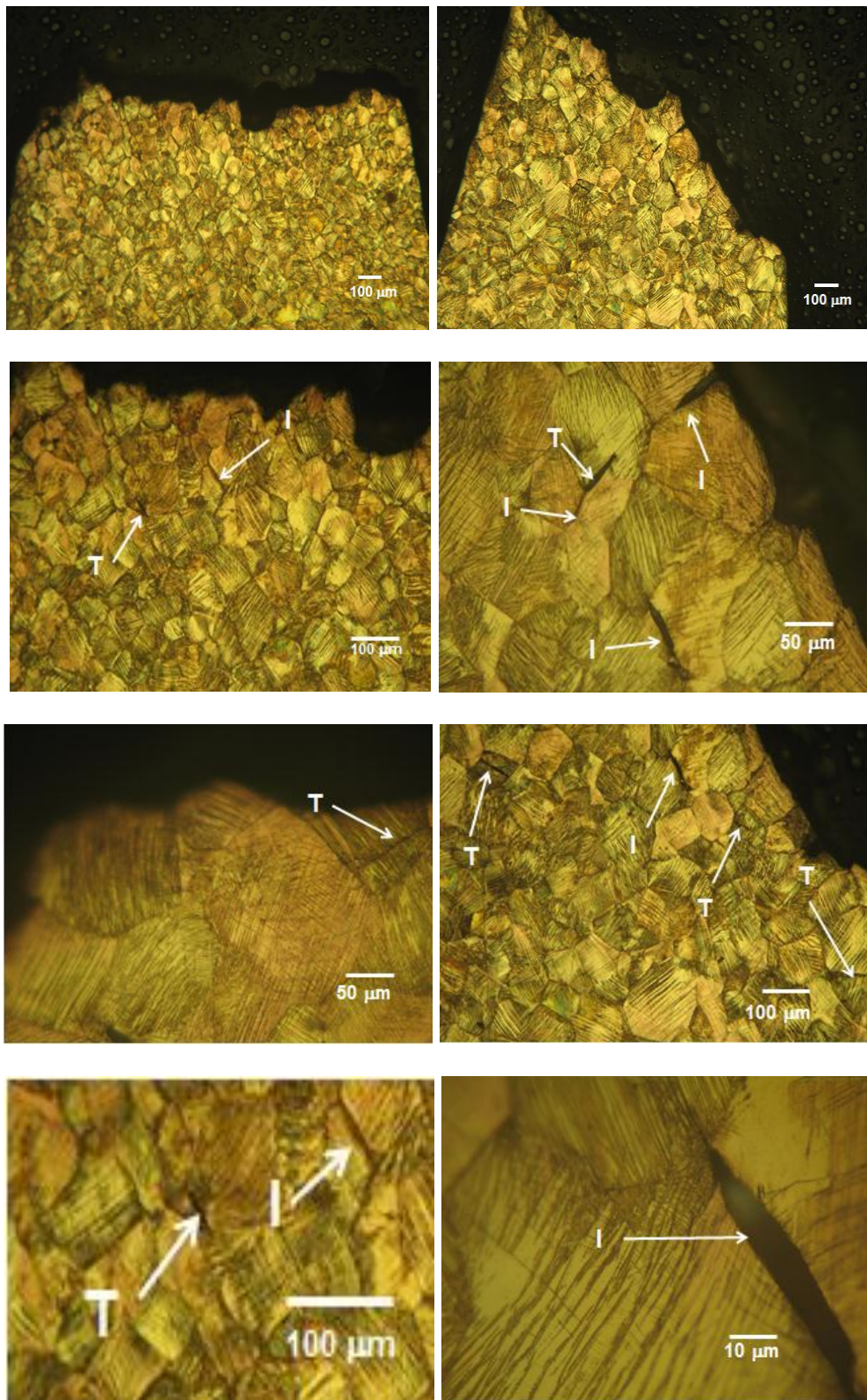
En las Figuras 4.40 se presenta metalografías resultantes de cortes longitudinales de las dos probetas llevadas a la fractura con  $\varepsilon_i^m = 10,5\%$  (columna izquierda) y  $10,7\%$  (columna derecha).

En las dos imágenes superiores, correspondiente propiamente a ambas probetas, se observa que la zona de fractura presenta estricción y que la superficie de fractura principal está formada por elementos bastante planos cuya dimensión es similar al tamaño de grano. Además, estas probetas muestran una diferencia significativa en la orientación del plano de fractura general respecto del eje de tracción. Así, para  $\varepsilon_i^m = 10,5\%$  y  $10,7\%$ , dicho ángulo es aproximadamente de  $90^\circ$  y de  $40^\circ$ , respectivamente. También se observó, al finalizar el ensayo de tracción, que en estas dos probetas, con forma directa de alambres de  $3,4$  mm de diámetro, la zona de fractura resultó estar muy cercana a las mordazas. De esta manera es posible que, siendo muy complejo el campo de esfuerzos sobre la probeta en la zona próxima a las mordazas, pueda haber una alta diferencia aleatoria en los esfuerzos aplicados sobre la grieta en propagación, afectando significativamente el mecanismo de fractura y específicamente la trayectoria general de la grieta.

Por otra parte, en las tres últimas filas de metalografías se identifican varias grietas secundarias, las que en general son bastante planas, distinguiéndose entre grietas transgranulares (T) e intergranulares (I). También se observa que la dimensión de estas grietas secundarias se relaciona con el tamaño de grano. En efecto, las grietas transgranulares se propagan a través de todo el grano correspondiente en tanto que las grietas intergranulares lo hacen según un borde de grano; en ambos casos, no hay cambio de dirección hasta que se termine el grano o el borde de grano, respectivamente.

De esta manera, al relacionar las grietas secundarias con la grieta principal, es posible entender por qué la grieta principal está formada por elementos planos de dimensión similar al tamaño de grano.

En el acápite 4.6 se presenta un análisis fractográfico con más detalle utilizando la técnica de microscopía electrónica de barrido SEM.



$\epsilon_i^m = 10,5\%$

$\epsilon_i^m = 10,7\%$

Figura 4.40 Metalografías longitudinales cercanas a la fractura de probetas con  $\epsilon_i^m=10,5\%$  (columna izquierda) y  $\epsilon_i^m=10,7\%$  (columna derecha). Se observan grietas secundarias planas tanto transgranulares (T) como intergranulares (I).



#### 4.4.4 Microdureza Vickers

En la Tabla 4.7 se presenta, para cada valor de  $\varepsilon_i^m$ , los 4 valores individuales de dureza medidos para cada muestra. Además se indican los valores calculados del promedio y de la desviación estándar de la dureza para cada muestra. También en la última columna de dicha tabla se presenta el error estadístico, para un intervalo de confianza de un 95%, asociado a la determinación de la dureza promedio de cada muestra.

Tabla 4.7 Resultados de Microdureza Vickers en muestras con diferentes  $\varepsilon_i^m$ .

$\varepsilon_i^m$ [%]	Dureza Vickers [HV]				Promedio	Desviación estándar	Error estadístico, al 95%
0	230	238	228	255	238	12	$\pm 12$
2,5	227	238	230	229	231	5	$\pm 5$
5,0	214	223	231	216	221	8	$\pm 8$
6,5	213	220	227	217	219	6	$\pm 6$
9,0	220	240	217	200	219	16	$\pm 16$
10,5	228	222	212	210	218	8	$\pm 8$

Complementariamente, en Figura 4.41 se grafican los valores promedios de microdureza en función del  $\varepsilon_i^m$ . La curva de tendencia muestra que la dureza disminuye a medida que aumenta deformación impuesta,  $\varepsilon_i^m$ , con una gran caída inicial que tiene lugar entre 0 y 5,0%, aproximadamente.

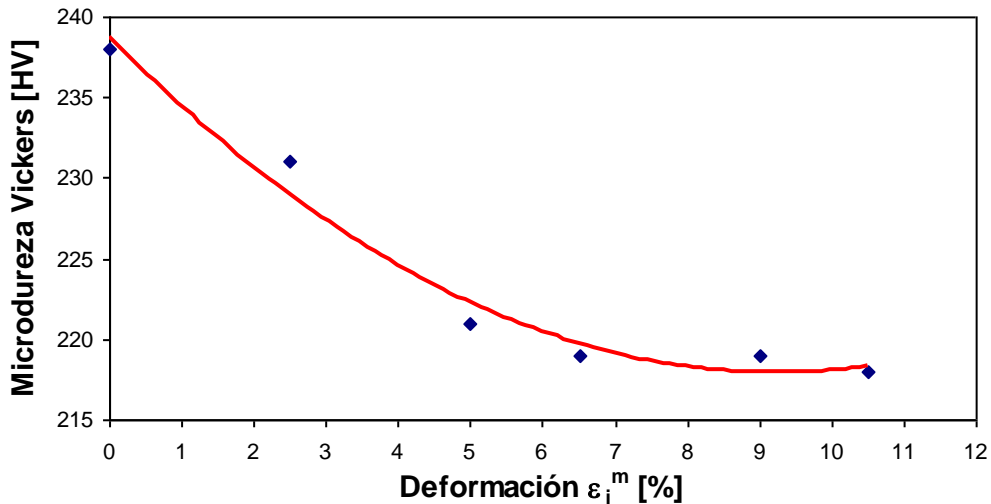


Figura 4.41 Curva de Microdureza Vickers versus Deformación impuesta.

Para esta determinación, los errores estadísticos de la media son relativamente grandes. Aun así, se puede afirmar que efectivamente la evolución general de dureza con  $\varepsilon_i^m$  queda razonablemente expresada por la simple descripción contenida en el párrafo anterior en relación con la línea de tendencia.

En términos de análisis de los resultados, cabe señalar que los relativamente elevados valores de microdureza para  $\varepsilon_i^m = 0$  y 2,5%, en relación con lo medido para las otras muestras, ver Figura 4.41, no es real en el sentido clásico de dureza, esto es, que se exceda el límite elástico. Esta se explica considerando el comportamiento superelástico de estas muestras, donde debe darse la transformación martensítica por esfuerzo. La microdureza Vickers se mide con el valor del área de la marca residual, después de la eliminación de la carga. En el caso de materiales superelásticos, su gran deformación pseudoelástica se recupera después de retirada la carga, causando una disminución en el tamaño de la zona residual de la huella. Por consiguiente, el valor de microdureza resultante aparecerá como relativamente elevado. Este efecto es conocido y, para caracterizar apropiadamente la dureza de los materiales superelásticos, se recomienda un análisis basado en medidas de nanodureza (MONTECINOS et al., 2012), (LUI et al., 1999), (FRICK et al., 2006).

Para valores  $\varepsilon_i^m > 5\%$ , ver Figura 4.41, el resultado de microdureza tiende a mantenerse constante, dentro de los errores experimentales. El comportamiento muy diferente del material en este rango, respecto de lo observado para  $\varepsilon_i^m = 0$  y 2,5%, debe relacionarse con que ahora el material tiene una estructura con una alta fracción de martensita.

En particular, por el comportamiento singular de los materiales superelásticos al aplicárseles un ensayo clásico de dureza, como lo es el presente ensayo de microdureza Vickers, los resultados no son concluyentes respecto de si la austenita superelástica, de la muestras con baja deformación, es más dura o más blanda que la martensita de la muestras con alta deformación.

## 4.5 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

A continuación se presentan los resultados de calorimetría diferencial de barrido correspondientes a muestras con distintos valores de deformación impuestas ( $\varepsilon_i^m = 0\%$ ; 2,5%; 5,0%; 6,5%; 9,0% y 10,7%). Se consideró una probeta de cada deformación, la cual fue sometida a tres ciclos de enfriamiento calentamiento en el equipo DSC. Sin embargo, para el caso de  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$  y 10,7%, sólo se realizaron dos ciclos, debido a problemas ocasionales con el nitrógeno de enfriamiento de la muestra. En la Figura 3.6 se ha definido qué se entiende por primer, segundo y tercer ciclo, tanto para los casos en que se realizaron de tres como dos ciclos.

Así, primero se presentan los termogramas de los dos o tres ciclos realizados, para cada deformación, y se identifican los máximos presentes. Después se expone la evolución de las temperaturas de transformación y de la energía asociada a tales transformaciones, en función de la deformación impuesta. En todos los casos se desarrolla la respectiva discusión.

Se ha de tener presente que esta muestra se extrajo de la zona próxima a la fractura, de manera que su deformación es superior al valor nominal de deformación asignado a la muestra (10,7%).

Finalmente, cabe precisar que el área bajo un máximo DSC es proporcional al calor involucrado en la transformación asociada a tal máximo. Además, en el caso de la transformación reversible austenita-martensita por enfriamiento (directa) o calentamiento (inversa) tal área es proporcional a la fracción de masa transformada.

### 4.5.1 Curvas calorimetría o termogramas

#### 4.5.1.1 Termogramas de muestras con $\varepsilon_i^m = 0\%$ y 2,5%

En las Figuras 4.42 y 4.43 se muestran los termogramas para probetas con  $\varepsilon_i^m = 0\%$  y 2,5%, respectivamente. A cada figura corresponden dos gráficos: el primero de ellos a) cubre completo el rango de temperaturas barrido durante los ensayos, en tanto que el segundo b), presenta en forma ampliada la información correspondiente al rango 180-300 K.

En la Figura 4.42, para  $\varepsilon_i^m = 0\%$  y cada ciclo de calentamiento, se observan dos tipos de máximos, ambos tipos bajo la temperatura ambiente, uno exotérmico al enfriar y otro endotérmico al calentar. No existen otros máximos detectables. En primera aproximación, los máximos exotérmicos son similares entre sí para los tres ciclos térmicos, similarmente ocurre con los máximos endotérmicos. Los termogramas de la muestra con  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$  se comportaron en términos generales de igual manera, ver Figura 4.43. Además, las áreas y las formas de los máximos de la muestra con  $\varepsilon_i^m = 0\%$  son muy similares a las de los máximos correspondientes de la muestra con  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$ .

El anterior comportamiento termográfico corresponde a lo esperado para un material que, como se demostró en el acápite 4.3.1.1, presenta comportamiento mecánico superelástico a temperatura ambiente, a lo menos hasta  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$ . Los citados máximos exotérmicos y endotérmicos se asocian entonces a las transformaciones térmicamente reversibles propias de este material superelástico:  $\beta \rightarrow M$  al enfriar y  $M \rightarrow \beta$  al calentar, respectivamente. Además, como el material es

superelástico a temperatura ambiente, estas transformaciones aparecen bajo la temperatura ambiente.

Se observa que los tres ciclos exotérmicos de cada muestra son similares entre sí, pero no son idénticos, comportamiento que también se da para los ciclos endotérmicos. Es claro que la forma de los ciclos cambia ligeramente; el área de los ciclos se tratará más adelante. En una situación ideal se habría esperado que los ciclos exotérmicos hubiesen sido idénticos entre sí, similarmente para los ciclos endotérmicos. Es posible entonces que el paso por altas temperaturas al final del primer ciclo (y al final del segundo cuando existió el tercer ciclo) haya actuado como un recocido que pudo haber recuperado algunos defectos cristalinos existentes en la fase  $\beta$  (por ejemplo, dislocaciones, defectos puntuales, trazas de martensita remanente, etc.).

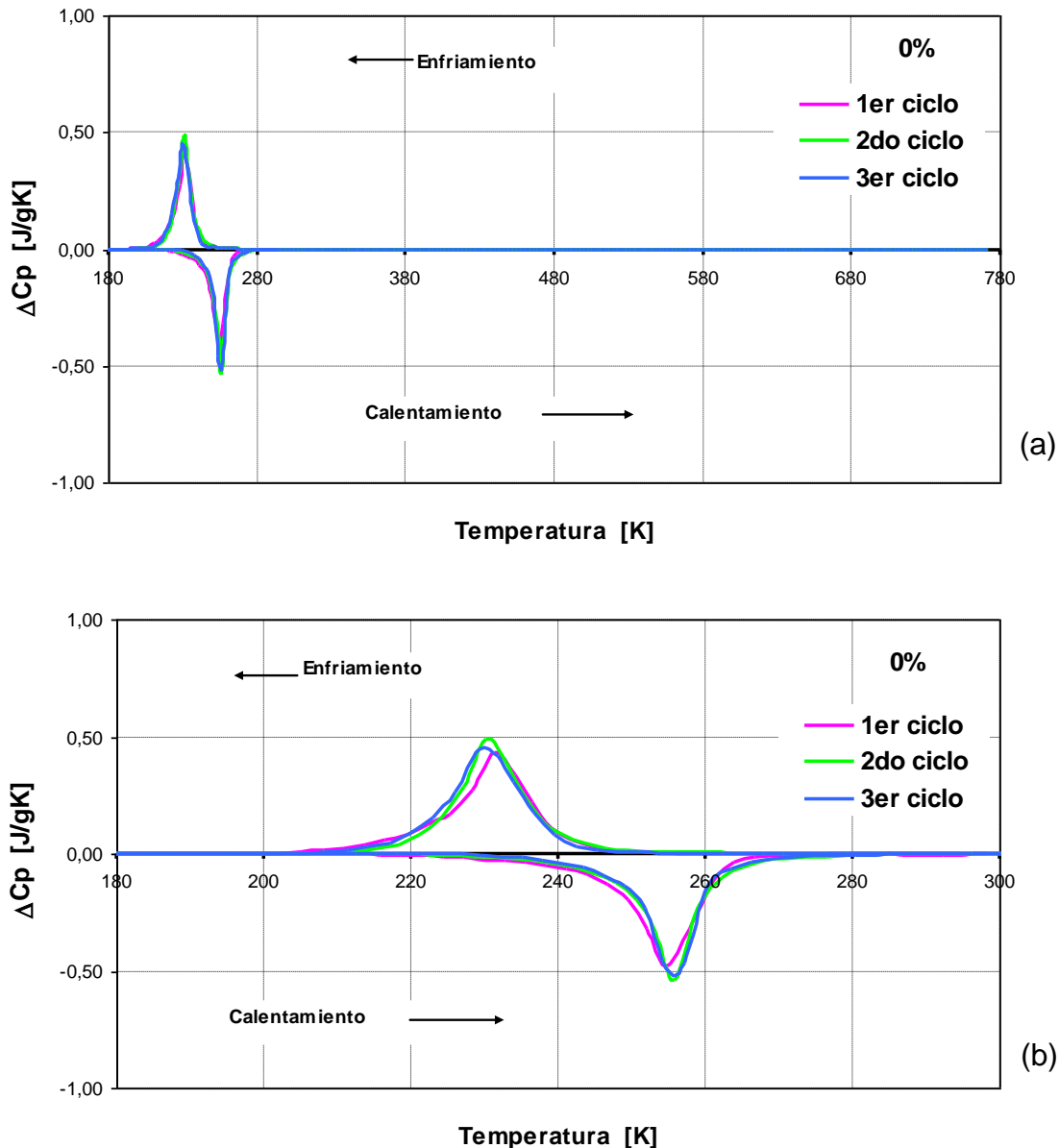


Figura 4.42 Termograma del 1er, 2do y 3er ciclo para  $\epsilon_i^m = 0\%$ , a 10°C/min: a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

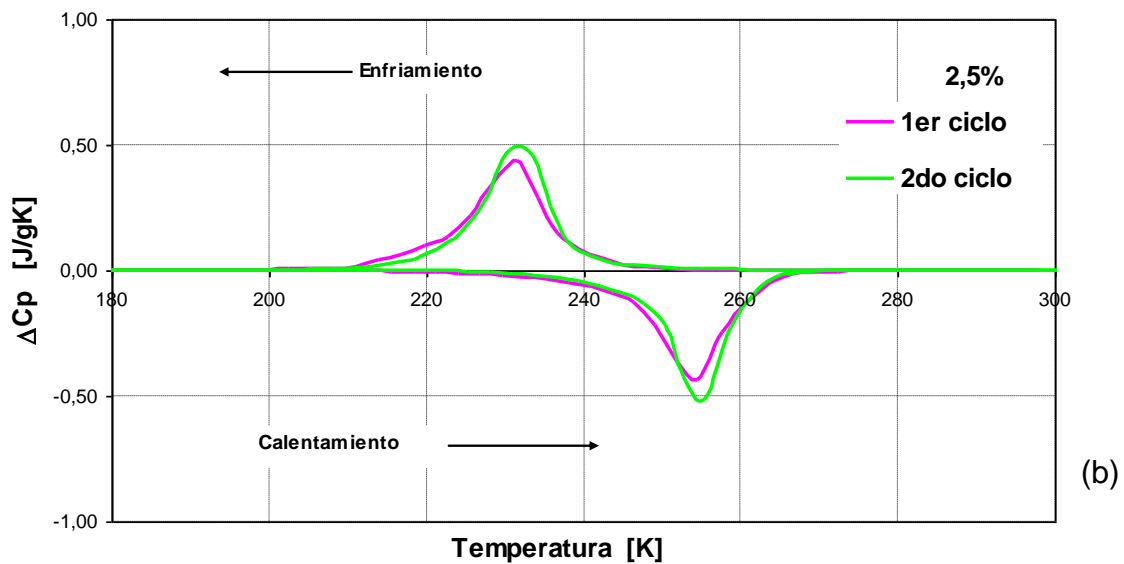
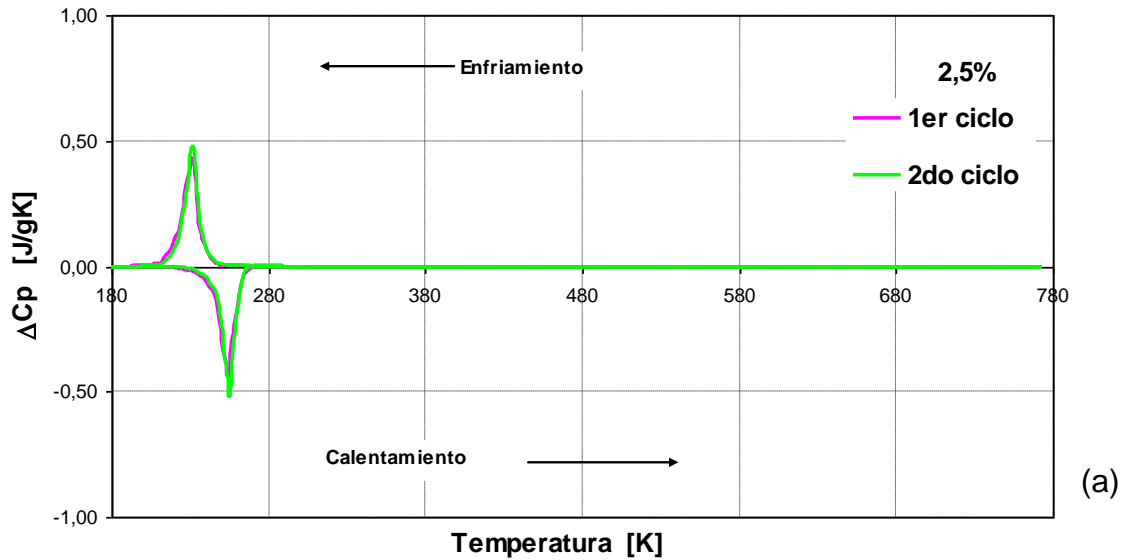


Figura 4.43 Termograma del 1er y 2do ciclo para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ , a  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

#### 4.5.1.2 Termogramas para muestras con $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$

En las Figuras 4.44, 4.45 y 4.46, para  $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ , se presenta la evolución de los termogramas con la deformación  $\epsilon_i^m$ , para el primer, el segundo y el tercer ciclo, respectivamente. A su vez, en cada una de esas figuras se distinguen tres gráficos específicos:

- cubre completo el rango de temperaturas barrido durante el correspondiente ciclo
- cubre el barrido parcial 300-180-300 K (en enfriamiento y calentamiento), se encuentran los máximos de baja temperatura.

- c) cubre el barrido parcial 600-800-600 K (en calentamiento y enfriamiento), se encuentran los máximos de alta temperatura.

En los resultados presentados en este acápite se ha vuelto a incluir los termogramas de las muestras  $\epsilon_i^m = 0\%$  y  $2,5\%$ , (dado que estos últimos servirán de referencia, para efectos del análisis de resultados,

En estas figuras se observa que:

- A temperaturas menores que la del ambiente, ver Figuras a) y b), aparecen máximos endotérmicos al enfriar, y máximos exotérmicos al calentar; a estos máximos se les denominará de baja temperatura. Esto se da para todos los valores de  $\epsilon_i^m$ , lo cual ya había sido comentado para las dos muestras con menor deformación ( $\epsilon_i^m = 0\%$  y  $2,5\%$ ).
- Para  $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ , el área de los máximos de baja temperatura del primer ciclo, disminuye al aumentar la deformación impuesta, esto ocurre porque aumenta la martensita retenida y disminuye la austenita. Además, el área de esos máximos es siempre menor que las de los máximos correspondientes a las muestras con  $\epsilon_i^m = 0\%$  y  $2,5\%$ .
- Para  $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ , el área de los máximos de baja temperatura aumenta al pasar del primer al segundo ciclo, en tanto que dichas áreas son muy similares para el segundo y tercer ciclo. Tal disminución se da a partir de los valores de área correspondiente a  $\epsilon_i^m = 0\%$  y  $2,5\%$ .
- Además, para  $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ , aparecen máximos exotérmicos, durante del primer ciclo, al calentar en el rango de temperaturas 600 – 800K, ver Figuras c); a estos máximos se les denominará de alta temperatura. En efecto, se observan máximos aproximadamente centrados en 725 K para  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ,  $6,5\%$  y  $9,0\%$ , y otro máximo centrado aproximadamente en 665 K para  $\epsilon_i^m = 10,7\%$ . Estos son los únicos máximos de alta temperatura detectados durante los barridos térmicos realizados, incluyendo el segundo y tercer ciclo. Al aumentar la deformación en el rango  $5,0\% \leq \epsilon_i^m \leq 9,0\%$ , el área de los máximos aumenta.

Estos tres máximos deben corresponder a un fenómeno de recuperación de defectos cristalinos generados en el rango post-superelástico, defecto que contribuyen a la retención de la martensita.

Estas observaciones son compatibles con la siguiente interpretación:

a) Respecto del primer ciclo:

Al aumentar  $\epsilon_i^m$ , con  $\epsilon_i^m \geq 5,0\%$ , por lo tanto ya en el rango post-superelástico, el porcentaje de martensita retenida aumenta; consecuentemente, el área (energía) de los máximos endotérmicos y exotérmicos de baja temperatura del primer ciclo térmico debe disminuir.

En efecto, se observan máximos aproximadamente centrados en 725 K para  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$ , cuyas áreas aumentan a medida que crece el  $\epsilon_i^m$ , y otro máximo centrado aproximadamente en 665 K para  $\epsilon_i^m = 10,7\%$ . A estas temperaturas en lo sucesivo las denominaremos temperatura nominales de los máximos,  $T_m = 725$  K y  $T_m = 665$  K. MONTECINOS & CUNIBERTI 2008 también observaron muestra altamente deformadas, un máximo ubicado entre 630 y 700K al cual asociaron a deformación plástica. Notese que dicha ubicación es muy cercana al máximo encontrado en este trabajo con  $T_m = 665$  K

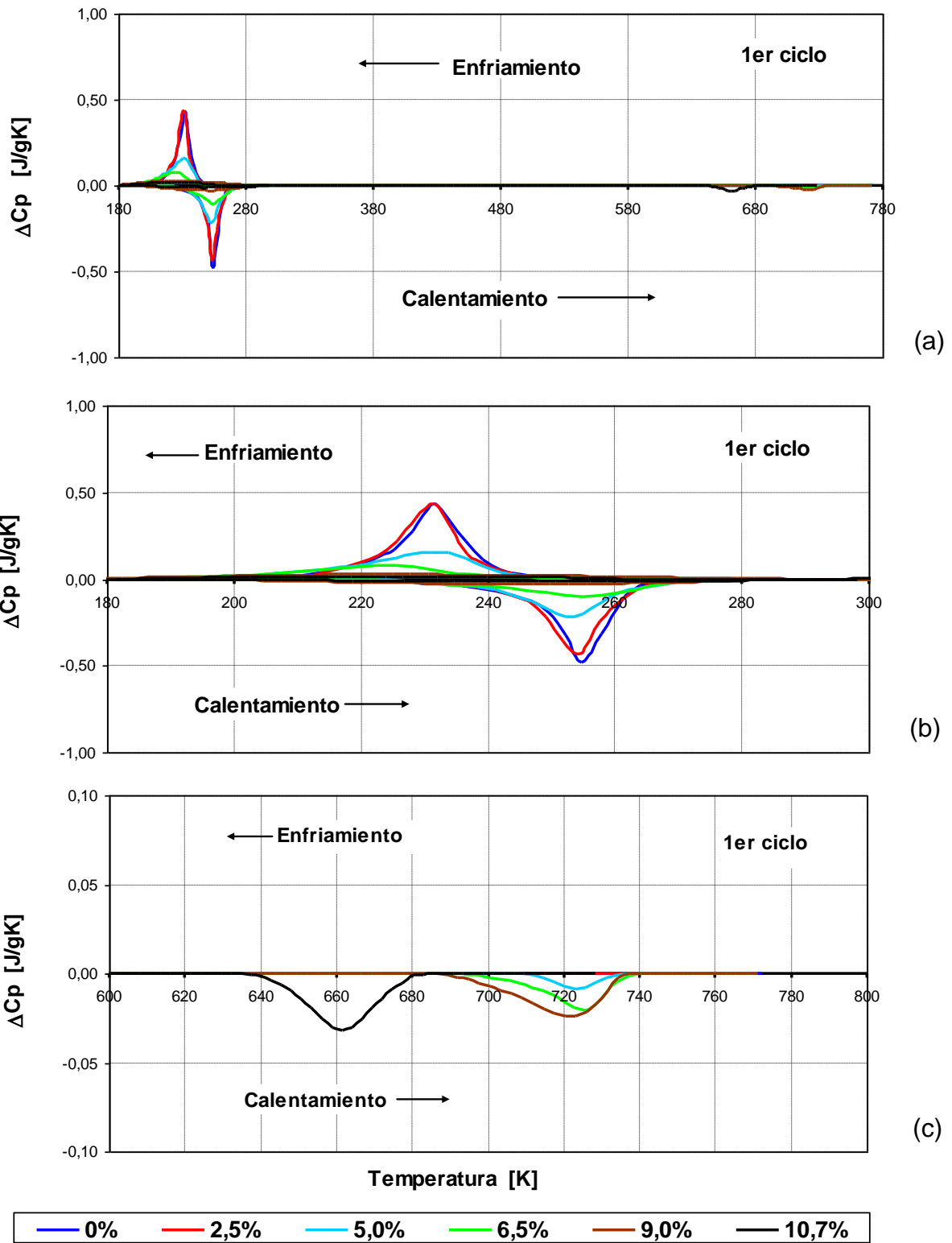


Figura 4.44 Termogramas del 1er ciclo con  $\epsilon_i^m = 0\%$ , 2,5%, 5,0%, 6,5%, 9,0% y 10,7%:  
a) entre 180 - 780 K, b) entre 180 - 300 K y c) entre 600 - 800 K.

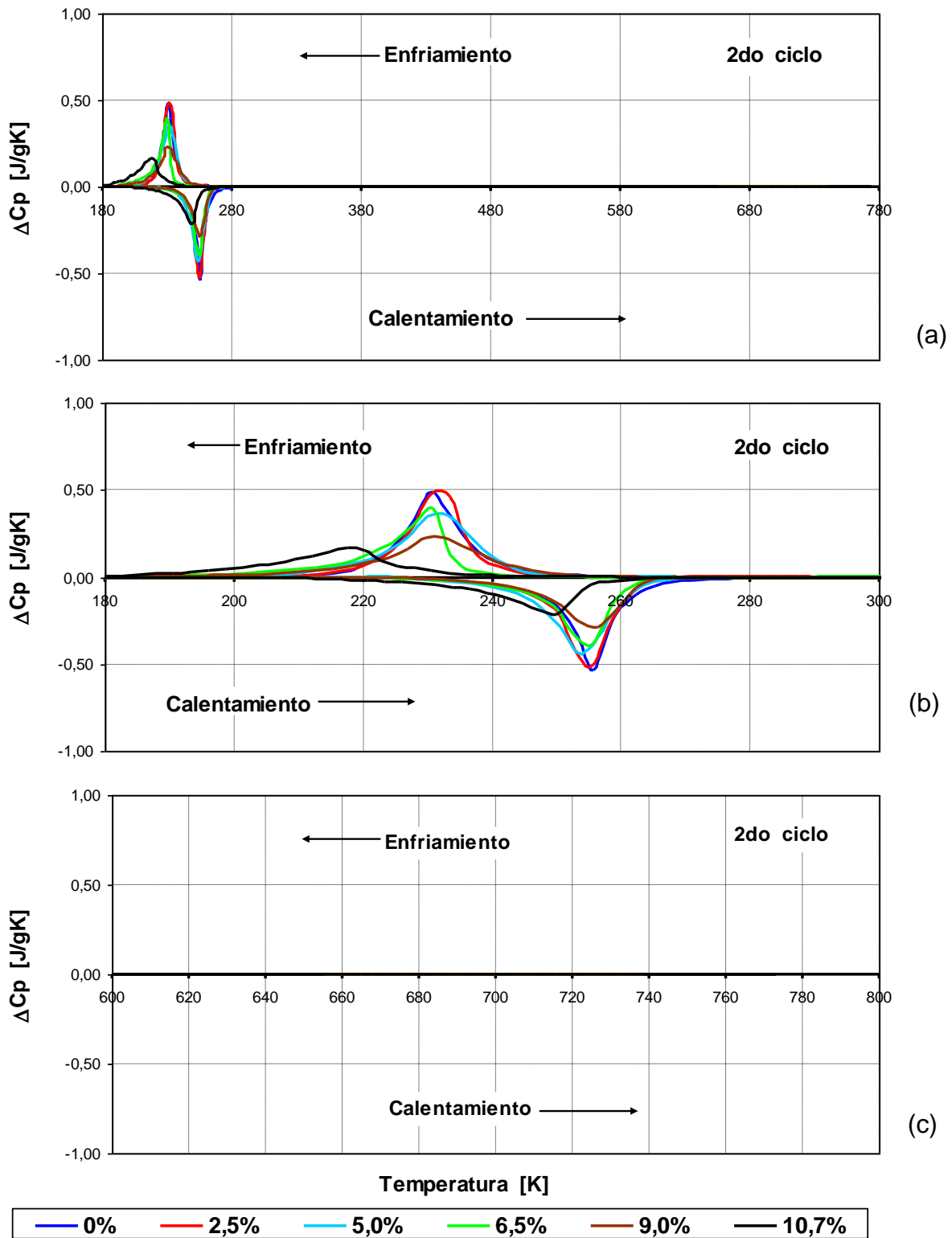


Figura 4.45 Termogramas del 2do ciclo con  $\epsilon_i^m = 0\%$ , 2,5%, 5,0%, 6,5%, 9,0% y 10,7%: a) entre 180 - 780 K, b) entre 180 - 300 K y c) entre 600 - 800 K.



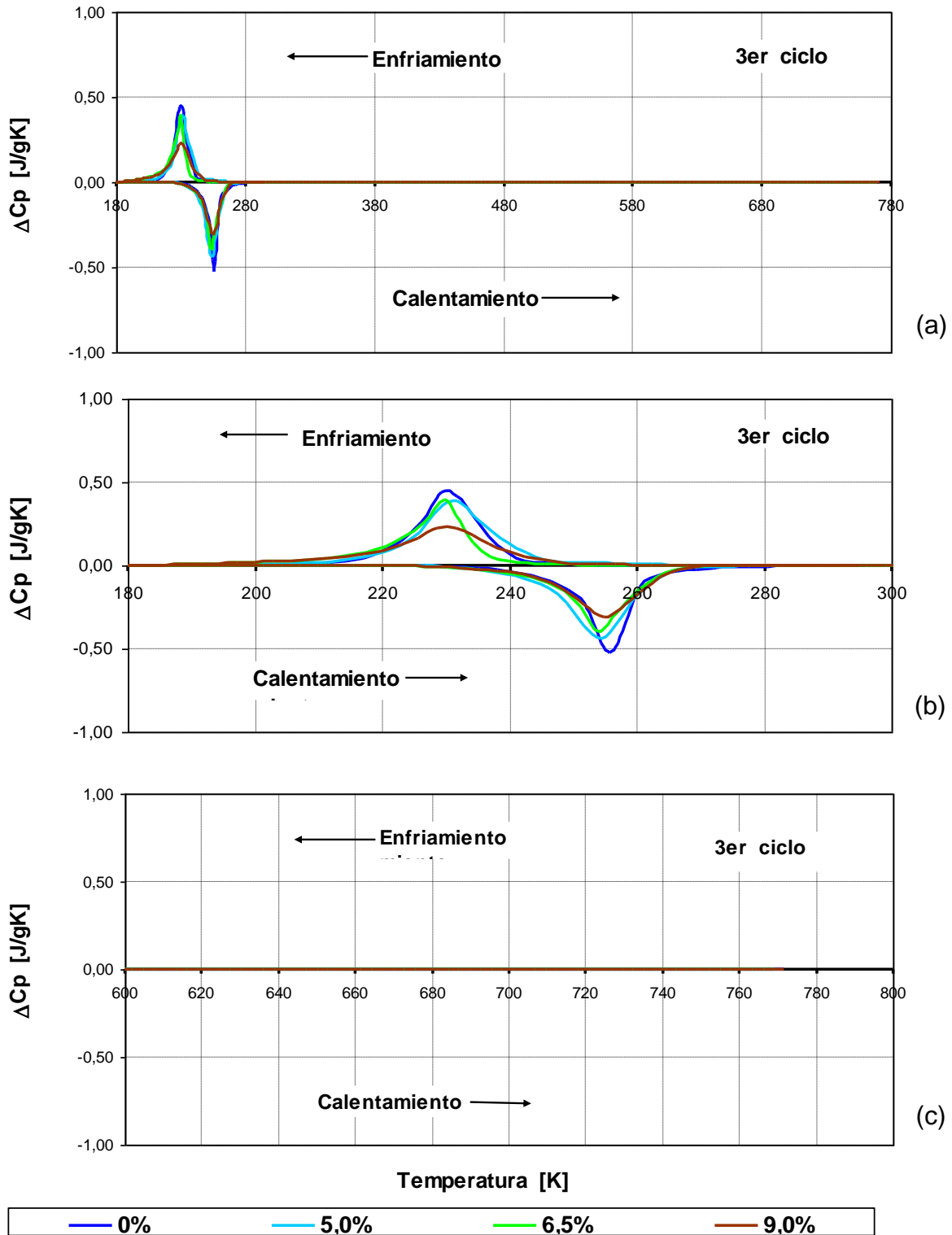


Figura 4.46 Termogramas del 3er ciclo con  $\epsilon_i^m = 0\%$ , 5,0%, 6,5% y 9,0%: a) entre 180 - 780 K, b) entre 180 - 300 K y c) entre 600 - 800 K.

Enseguida, como el sector de alta temperatura al final del primer ciclo térmico actúa como un recocido, en ese rango de temperaturas se tendrán transformaciones propias de una transformación estructural de recuperación del material deformado; esta transformación podrá incluir particularmente la retransformación de la martensita retenida en austenita. (Aquí el término recuperación se ha empleado en un sentido muy general). En consecuencia, al aumentar  $\varepsilon_i^m$ , mayor será el área de los máximos de alta temperatura.

a) Respecto del segundo y tercer ciclo:

La ausencia de máximos de alta temperatura al final del segundo ciclo, revela que el recocido de recuperación presente al final del primer ciclo es bastante completo en términos de tiempo. Esto último también explica el aumento del área de los máximos de baja temperatura al pasar del primer al segundo ciclo y también que el área de esos máximos sea similar para el segundo y tercer ciclo. (En el Anexo B se encuentran los termogramas de  $\varepsilon_i^m > 5,0\%$  individuales).

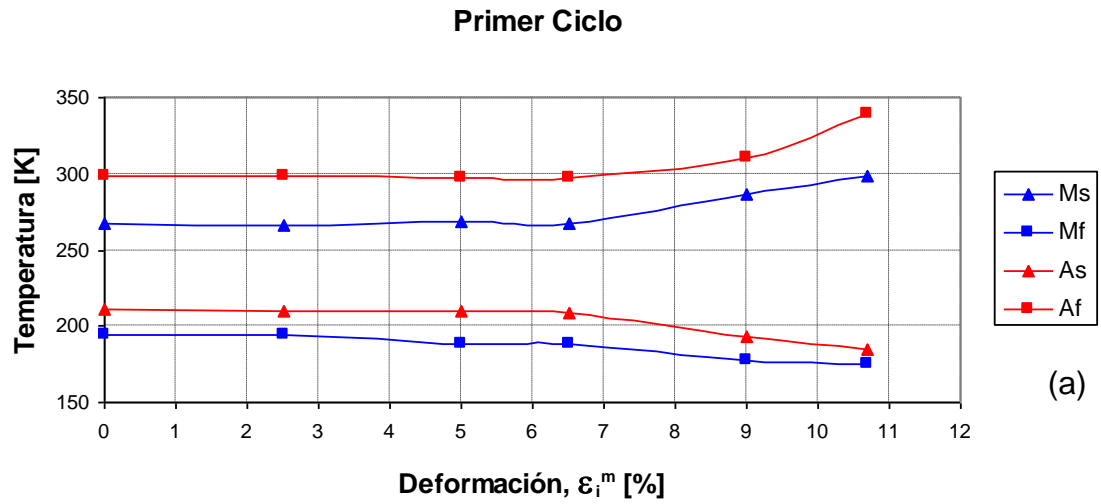
Recientemente, (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2008) informaron de un máximo DSC, también para un primer ciclo térmico, aproximadamente centrado en 665 K, para una aleación CuAlBe similar severamente deformada en compresión, y lo interpretaron como evidencia de deformación plástica. Dicho tipo de deformación sería el origen, en esta aleación, del efecto de hiperestabilización de la martensita inducida por esfuerzo (MONTECINOS & CUNIBERTI, 2008). Así, la presencia de un máximo con la referida ubicación en la presente muestra con  $\varepsilon_i^m = 10,7\%$ , indicaría que en ella se superó el límite elástico, en el sentido de deformación irreversible ante tratamientos térmicos, asociada a dislocaciones.

#### 4.5.2 Temperaturas de transformación y entalpías de los máximos

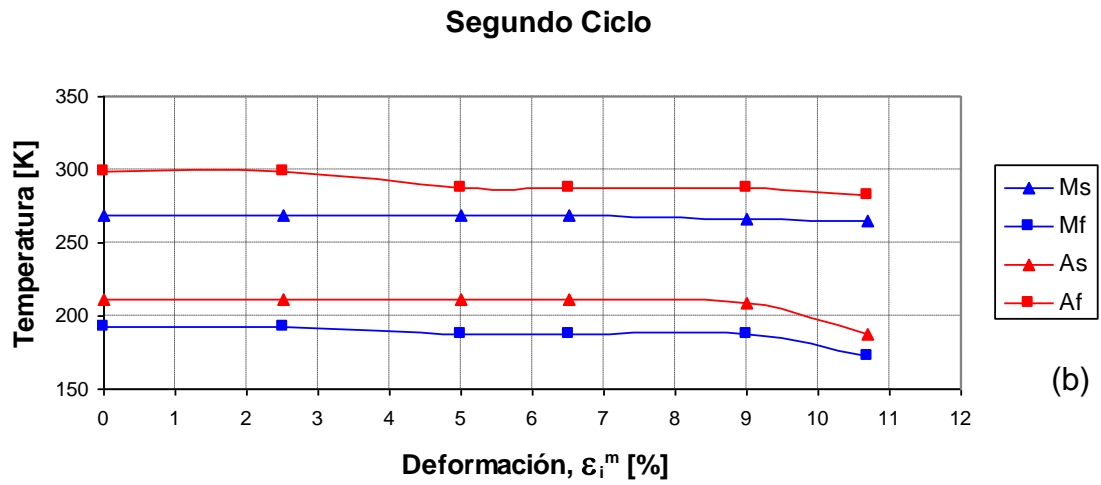
A partir de los termogramas presentados en las secciones anteriores se determinaron las temperaturas  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  y  $A_f$ , así como las energías correspondientes a las transformaciones de “baja temperatura” y de “alta temperatura”. Esto para distintas deformaciones  $\varepsilon_i^m$  impuestas y diferentes ciclos térmicos aplicados.

##### 4.5.2.1 Temperaturas de transformaciones de fase a bajas temperaturas

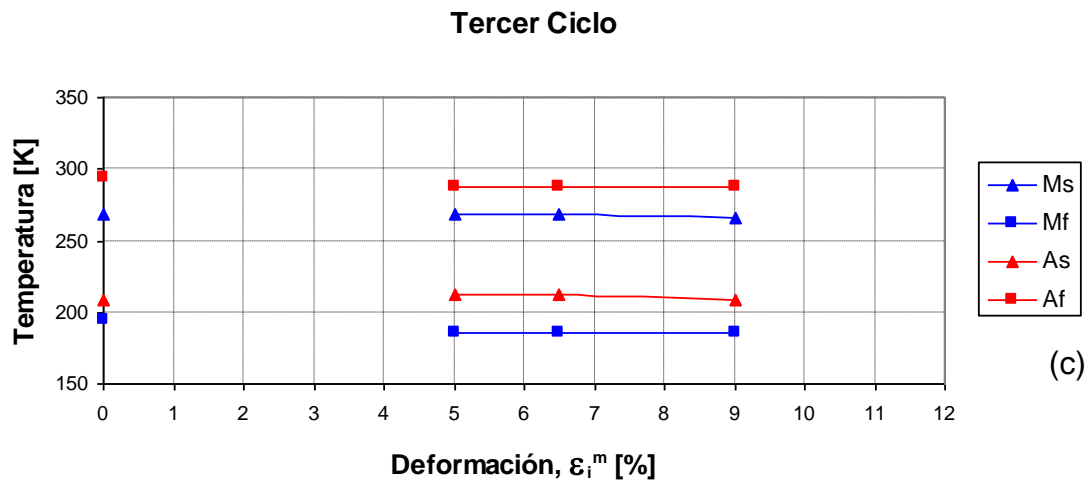
Las temperaturas de inicio y fin de la transformación  $\beta \rightarrow M$ ,  $M_s$  y  $M_f$ , y de la transformación  $M \rightarrow \beta$ ,  $A_s$  y  $A_f$ , se resumen en la Tabla 4.8, para las distintas deformaciones impuestas  $\varepsilon_i^m$  y para los dos o tres ciclos térmicos aplicados a cada muestra. En la Figura 4.47 se presenta la evolución de dichas temperaturas de transformación en función de la deformación impuesta, para cada uno de los ciclos térmicos aplicados: a) primer ciclo, b) segundo ciclo y c) tercer ciclo (de corresponder). En la Tabla 4.8 también se presentan los valores de las variables  $\Delta M = M_s - M_f$  y  $\Delta A = A_f - A_s$ ; nótese que estas variables son una medida del ancho de los máximos de baja temperatura, al enfriar y al calentar, respectivamente.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.47 Representación de las temperaturas  $Ms, Mf, As$  y  $Af$  para a) el primer ciclo, b) segundo ciclo y c) tercer ciclo.

Las principales observaciones de la Fig. 4.47 son las siguientes:

- 1) Hasta  $\epsilon_i^m = 6,5\%$  las cuatro temperaturas de interés ( $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  y  $A_f$ ) se presentan como aproximadamente constantes, independientemente del valor de  $\epsilon_i^m$  y del orden del ciclo térmico aplicado.
- 2) Para deformaciones mayores,  $\epsilon_i^m = 9,0\%$  y  $10,7\%$ , se tiene que:
  - En el primer ciclo, las temperaturas límite superior de estas transformaciones aumentan ( $M_s$  y  $A_f$ ), y las temperaturas límite inferior ( $M_f$  y  $A_s$ ) disminuyen respecto de los valores de estas temperaturas correspondientes a deformaciones  $\epsilon_i^m \leq 6,5\%$ . Esto implica que para  $\epsilon_i^m \leq 6,5\%$  el ancho de los máximos aumenta al aumentar  $\epsilon_i^m$ .
  - Para los segundo y tercer ciclos térmicos, tales temperaturas, o al menos algunas de ellas, se acercan a los valores obtenidos para bajas deformaciones. Así, para  $\epsilon_i^m = 9,0\%$  hay una recuperación total ya en el segundo ciclo. Para  $\epsilon_i^m = 10,7\%$  en el segundo ciclo se observa que las temperaturas límite superior de los máximos ( $M_s$  y  $A_f$ ) se han recuperado prácticamente en forma total, en tanto que las temperaturas límite inferior de los máximos ( $M_f$  y  $A_s$ ) no presentan un recuperación significativa. No se cuenta con la información correspondiente al tercer ciclo de  $\epsilon_i^m = 10,7\%$ .

Tabla 4.8 Temperatura de transformación de fases para distintos  $\epsilon_i^m$ .

$\epsilon_i^m$	Primer ciclo						Segundo ciclo						Tercer ciclo					
	Enfriamiento			Calentamiento			Enfriamiento			Calentamiento			Enfriamiento			Calentamiento		
	$M_s$ [K]	$M_f$ [K]	$\Delta M$ [K] *	$A_s$ [K]	$A_f$ [K]	$\Delta A$ [K] **	$M_s$ [K]	$M_f$ [K]	$\Delta M$ [K] *	$A_s$ [K]	$A_f$ [K]	$\Delta A$ [K] **	$M_s$ [K]	$M_f$ [K]	$\Delta M$ [K] *	$A_s$ [K]	$A_f$ [K]	$\Delta A$ [K] **
0,0	267	194	73	211	298	87	269	193	76	211	299	88	268	194	74	209	294	85
2,5	266	194	72	210	298	88	269	193	76	211	299	88	---	---	---	---	---	---
5,0	268	188	80	210	297	87	269	188	81	211	288	77	268	186	82	212	288	76
6,5	267	188	79	209	297	88	269	188	81	211	288	77	268	186	82	212	288	76
9,0	267	177	110	184	297	113	266	188	78	209	288	79	266	186	80	209	288	79
10,7	298	175	123	181	339	158	265	173	92	188	282	94	--	---	---	---	---	---

\* :  $\Delta M = (M_s - M_f) [K]$

\*\* :  $\Delta A = (A_f - A_s) [K]$

Como una representación complementaria, siempre a partir de los datos de la Tabla 4.8, en la Figura 4.48 se presenta, en función de  $\epsilon_i^m$  y para los ciclos de distinto orden, el ancho en temperatura de los máximos de: a) la transformación  $\beta \rightarrow M$ ,  $\Delta M = [M_f - M_s]$  y b) la transformación  $M \rightarrow \beta$ ,  $\Delta A = [A_f - A_s]$ . Las principales observaciones de la Figura 4.48, en forma coincidente con lo ya expresado respecto de la Figura 4.47, son las siguientes:

- 1) Para deformaciones hasta  $\epsilon_i^m = 6,5\%$  el ancho en temperatura de los máximos de interés es aproximadamente constante e igual para los tres ciclos térmicos.
- 2) Sin embargo, para deformaciones mayores ( $9,0\%$  y  $10,7\%$ ) ese ancho para el caso del primer ciclo térmico crece significativamente, en tanto que para los ciclos 2 y 3 tal ancho disminuye, acercándose a o alcanzando el valor inicial correspondiente.

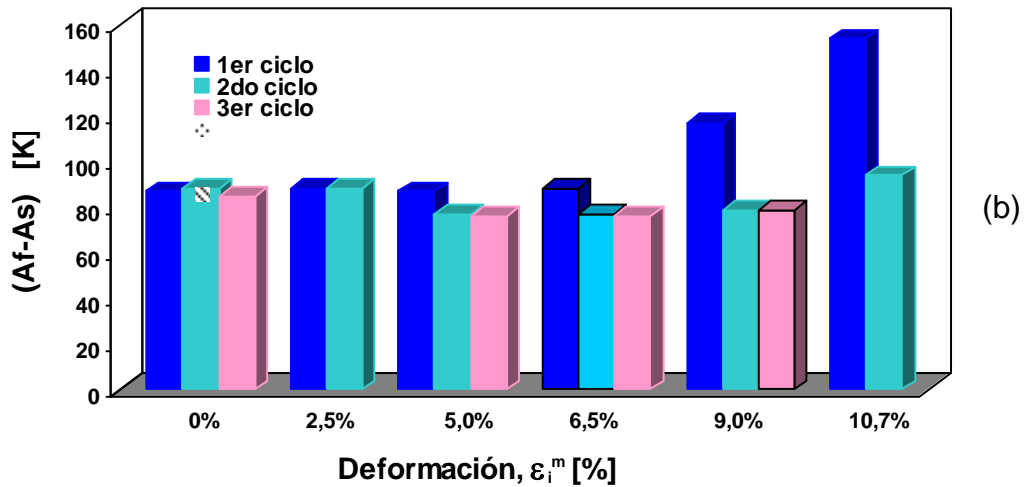
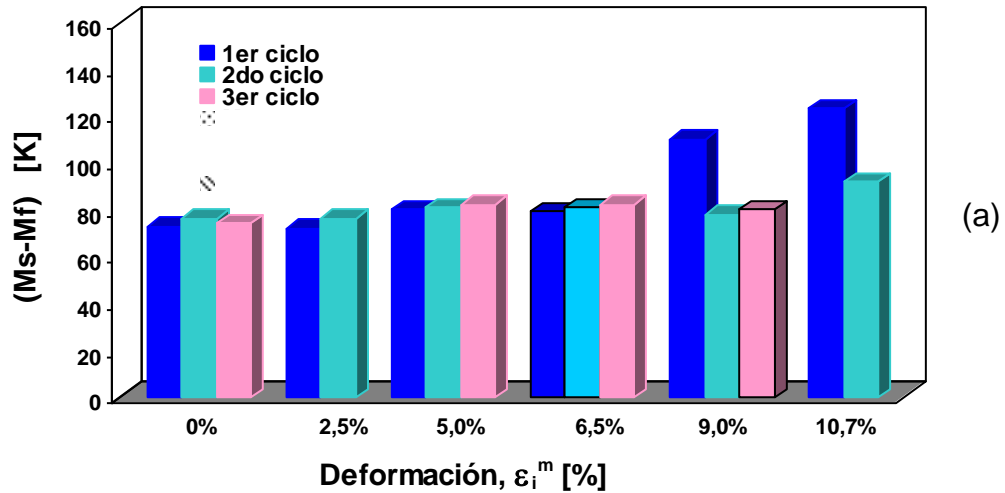


Figura 4.48 Ancho de máximo en temperatura, azul = primer ciclo, verde=segundo ciclo y rosado=tercer ciclo: a)  $\Delta M = (Ms-Mf)$  y b)  $\Delta A = (Af-As)$ .

#### 4.5.2.2 Entalpías de los máximos

En la Tabla 4.9 se presentan los valores de las entalpías o calores de reacción,  $\Delta H$ , asociadas a cada una de las reacciones presentadas por la aleación, se obtienen a partir de las curvas calorimétricas como el área entre cada peak y la línea base correspondientes a las transformaciones de baja temperatura  $\beta \rightarrow M$ , por enfriamiento, y  $M \rightarrow \beta$ , por calentamiento. Enseguida, en la Figura 4.49 se presentan la evolución de estas entalpías en función de la deformación impuesta,  $\epsilon_i^m$ , para cada uno de los ciclos térmicos aplicados: a) primer ciclo, b) segundo ciclo y c) tercer ciclo (de corresponder).

Tabla 4.9 Entalpías de los máximos asociados a la transformación martensítica directa (al enfriar) e inversa (al calentar), para diferentes valores  $\epsilon_i^m$ .

$\epsilon_i^m$ [%]	Primer ciclo		Segundo ciclo		Tercer ciclo	
	Enfriamiento [J/g]	Calentamiento [J/g]	Enfriamiento [J/g]	Calentamiento [J/g]	Enfriamiento [J/g]	Calentamiento [J/g]
0,0	5,6	5,8	5,7	5,5	5,7	5,7
2,5	5,4	5,6	5,7	5,6	---	---
5,0	3,7	3,9	5,8	5,6	5,9	5,8
6,5	2,7	3,4	5,8	5,2	6,0	5,7
9,0	2,3	2,9	5,7	4,9	6,0	5,6
10,7	1,3	1,6	4,1	4,2	---	---

(Error estimado entregado por el origen es de 0,02%).

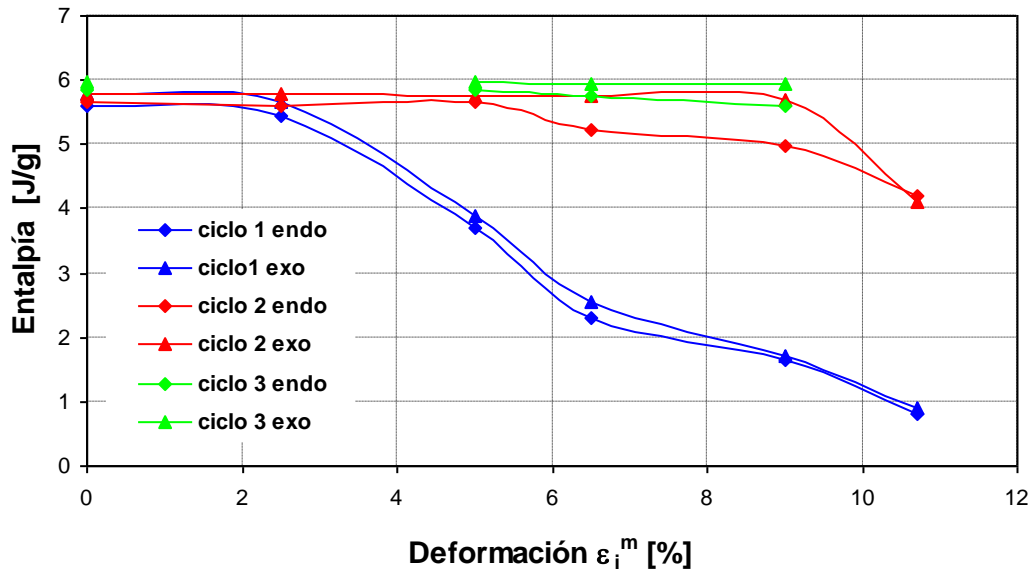


Figura 4.49 Determinación de las áreas o las entalpía correspondientes a las transformaciones  $\beta \rightarrow M$ , y  $M \rightarrow \beta$ , a través de los termogramas experimentales.

Las principales observaciones de la Fig. 4.49 son las siguientes:

- 1) Para  $\epsilon_i^m = 0$  y 2,5%, los valores de energía son prácticamente iguales, sin haber diferencia debida a la deformación ni al orden del ciclo térmico. Esto es consistente con una deformación en el rango superelástico, donde no se genera martensita retenida en una fracción a considerar.
- 2) Para valores de  $\epsilon_i^m$  mayores o iguales a 5,0% sí hay un efecto significativo de  $\epsilon_i^m$  y del número de orden de los ciclos térmicos. De esta manera:
  - para el primer ciclo, al aumentar  $\epsilon_i^m$ , disminuye la energía de los máximos, tanto de la transformación  $\beta \rightarrow M$ , como de la transformación  $M \rightarrow \beta$ . Esto se puede interpretar de la manera siguiente: a mayor deformación impuesta,

mayor será la fracción de martensita retenida y eventualmente de la concentración de defectos cristalinos.

- para el segundo y tercer ciclo, al aumentar  $\epsilon_i^m$  la energía de los máximos aumenta, acercándose e incluso llegando a los valores “iniciales” (aquellos del rango superelástico). Esto puede interpretarse como que el rango de alta temperatura de los ciclos térmicos aplicados actúan retransformando la martensita retenida en austenita y eliminando defectos cristalinos.

Cabe notar que para la muestra obtenida de la zona de fractura de la probeta con la máxima deformación impuesta (10,7%), la recuperación detectada en el segundo ciclo es solo parcial; no se contó con información del tercer ciclo. Esta recuperación parcial puede corresponder a que por la gran deformación asociada a esta muestra, la alta concentración de defectos cristalinos generados por deformación no alcanzó a ser eliminada por el recocido aplicado en el calorímetro al final del primer ciclo.

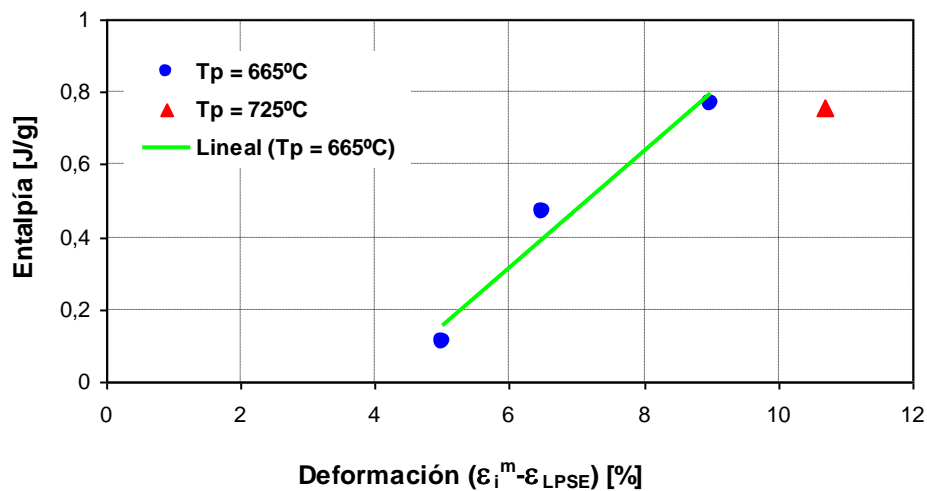


Figura 4.50 Entalpía de los máximos de alta temperatura en función de la deformación impuesta corregida por  $\epsilon_{LPSE}$ .  $T_m$  es la temperatura nominal de los máximos de alta temperatura.

En la Tabla 4.10 se presentan las entalpías correspondientes a las transformaciones de altas temperatura, detectadas en los termogramas durante el calentamiento al final del primer ciclo. En la Tabla 4.10 y en la Figura 4.44c), se observa que al aumentar  $\epsilon_i^m$  con  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$  (rango post-superelástico), aumenta el área de los máximos con  $T_m = 725^\circ\text{C}$ . de alta temperatura ubicados al final del primer ciclo y aproximadamente centradas a  $725^\circ\text{C}$ . Estos máximos deben corresponder a un fenómeno de recuperación de defectos cristalinos generados en el rango post-superelástico y que, en particular, producen martensita retenida. De esta manera se explica que, por la mencionada recuperación, el área de los máximos de baja temperatura, asociados a las transformaciones  $\beta \rightarrow M$ , al enfriar, y  $M \rightarrow \beta$ , al calentar, aumente al pasar del primer al segundo ciclo (y en menor o nula medida al pasar del segundo al tercer ciclo). En esencia, esta forma de recuperación debe permitir destrabar la

martensita retenida, eliminando diferentes tipos de defectos, y aumentar la fracción de aleación susceptible de la transformación reversible austenita-martensita. Dado que esta recuperación es propia del rango post-superelástico, el cual se inicia a una deformación  $\epsilon_{LPSE} = 3,8\%$  (ver acápite 4.3.3), las energías de los máximos de alta temperatura se representaron en función de la deformación impuesta corregida por  $\epsilon_{LPSE}$ , definida como  $(\epsilon_i^m - \epsilon_{LPSE})$ , ver Figura 4.50. En dicha figura se observa que existe una relación lineal entre la energía de los máximos de alta temperatura y la variable  $\epsilon_i^m - \epsilon_{LPSE}$ , para  $\epsilon_i^m = 5,0\%$ ;  $6,5\%$  y  $9,0\%$ .

En esa misma Figura 4.48c) se observa que el punto correspondiente a la muestra con  $\epsilon_i^m = 10,7\%$  sigue otra tendencia; lo cual se explica por que éste se asocia a un máximo ubicado a una temperatura muy diferente respecto de la correspondiente a los máximos de los tres puntos previos. En relación con lo indicado en la sección 4.5.1.2, este máximo puede asociarse a recuperación de defectos cristalinos propio de deformación plástica. (Este máximo solo se presenta en el primer ciclo).

Tabla 4.10 Entalpía de los máximos de alta temperatura para diferentes valores de  $\epsilon_i^m$ .

$\epsilon_i^m$ [%]	Primer Ciclo		
	Temperatura central del máximo, aproximada [K]	Entalpía [J/g]	
		Enfriamiento	Calentamiento
5,0	725	---	0,112
6,5		---	0,468
9,0		---	0,770
10,7	665	---	0,759

La energía de cada máximo de recuperación ubicado a alta temperatura, es mucho menor que la correspondiente recuperación energética observada en los máximos de baja temperatura asociados a la transformación reversible  $\beta \rightarrow M$ . Así, para  $\epsilon_i^m = 9,0\%$ , la energía del máximo de alta temperatura (0,77 J/g) es más de cuatro veces menor que la diferencia entre la energía de los máximos  $\beta \rightarrow M$  del primer ciclo (2,31 J/g) y del segundo ciclo (5,68 J/g), diferencia que vale (5,68-2,31) J/g = 3,37 J/g.

#### 4.5.3 Determinación de la fracción volumétrica de la austenita

En esta sección se presentan los resultados de la determinación, a partir de los termogramas DSC, de la fracción volumétrica de austenita presente en las probetas deformadas para distintos valores de  $\epsilon_i^m$ . Para cada probeta esta determinación se hace respecto de la austenita que, por enfriamiento y a través de una transformación endotérmica, se transforma en martensita, y respecto de la austenita que se forma a partir de la martensita, por calentamiento y a través de una transformación exotérmica. Inmediatamente a continuación, previo a la presentación de estos resultados, se presenta el procedimiento de análisis de los termogramas que permitió llegar a los referidos resultados.



### 4.5.3.1 Procedimiento de análisis

La entalpía específica de una transformación de fase homogénea dada en un termograma no isothermal,  $C_p$  vs  $T$ , para una velocidad de barrido térmico  $v$  dada, es directamente proporcional a la fracción volumétrica de fase que se transforma. Por otra parte, esa entalpía específica, en el caso de las transformaciones  $\beta \rightarrow M$  y  $M \rightarrow \beta$  es independiente de la velocidad de barrido térmico  $v$ ; esto se debe a que la transformación martensítica es adifusional.

Consideremos el caso de la transformación endotérmica  $\beta \rightarrow M$  por enfriamiento de la aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be inicialmente a temperatura ambiente. Para la aleación superelástica sin deformación previa, de microestructura totalmente austenítica, se tendrá una entalpía específica proporcional a una fracción transformada de austenita  $f_V^{\beta \rightarrow M}(\varepsilon_i^m = 0) = 1$ . El mismo resultado se debería tener para muestras sometidas a deformaciones  $\varepsilon_i^m$  menores que las del límite superelástico  $\varepsilon_{LPSE}$ , esto es:

$$f_V^{\beta \rightarrow M}(\varepsilon_i^m) = 1, \text{ para todo } \varepsilon_i^m < \varepsilon_{LPSE} = 3,8\% \quad (4.2)$$

Sin embargo, para muestras de esa aleación con una deformación superior a la del límite superelástico, i.e.  $\varepsilon_i^m > \varepsilon_{LPSE} = 3,8\%$  se tendrá inicialmente una fracción menor de austenita, y se cumplirá:

$$f_V^{\beta \rightarrow M}(\varepsilon_i^m) < 1, \text{ para todo } \varepsilon_i^m > \varepsilon_{LPSE} = 3,8\% \quad (4.3)$$

Atendiendo a la proporcionalidad entre la fracción volumétrica de la fase transformada y la energía específica de transformación, se tendrá:

$$f_V^{\beta \rightarrow M}(\varepsilon_i^m) = [H^{endo}(\varepsilon_i^m)] / [H^{endo}(\varepsilon_i^m = 0\%)], \text{ para todo } \varepsilon_i^m \quad (4.4)$$

Similarmente, para la transformación exotérmica  $M \rightarrow \beta$  por calentamiento de la aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be inicialmente a temperatura ambiente, para la fracción obtenida de austenita se tendrá:

$$f_V^{M \rightarrow \beta}(\varepsilon_i^m) = 1, \text{ para } \varepsilon_i^m = 0\% \quad (4.5)$$

y

$$f_V^{M \rightarrow \beta}(\varepsilon_i^m) = [H^{exo}(\varepsilon_i^m)] / [H^{exo}(\varepsilon_i^m = 0\%)], \text{ para todo } \varepsilon_i^m \quad (4.6)$$

### 4.5.3.2 Resultados de la fracción volumétrica de austenita para diferentes $\varepsilon_i^m$

En la Tabla 4.11 se presentan los valores de las entalpías específicas correspondientes a la transformación endotérmica  $\beta \rightarrow M$ , por enfriamiento, y exotérmica  $M \rightarrow \beta$ , por calentamiento, determinadas a partir de los termogramas experimentales. También en esa Tabla se presentan las fracciones volumétrica  $f_V^{\beta \rightarrow M}$  y

$f_V^{M \rightarrow \beta}$  transformadas (en el calorímetro), calculadas con las ecuaciones (4.4) y (4.6) respectivamente. En seguida, en la Figura 4.51 se presentan la evolución de estas fracciones volumétricas transformadas en función de la deformación impuesta,  $\varepsilon_i^m$ , para cada uno de los ciclos térmicos aplicados.

Tabla 4.11 Determinación de la fracción volumétrica de austenita.

	$\varepsilon_i^{m*}$ [%]	$H^{endo}$ [J/g]	$f_v$	$H^{exo}$ [J/g]	$f_v$
1er ciclo	0	5,6	1,0	5,8	1,0
	2,5	5,4	0,97	5,6	0,97
	5,0	3,7	0,66	3,9	0,67
	6,5	2,7	0,41	3,4	0,44
	9,0	2,3	0,29	2,9	0,29
	10,7	1,3	0,14	1,6	0,16
2do ciclo	0	5,6	1,0	5,8	1,0
	2,5	5,6	0,99	5,8	1,0
	5,0	5,6	1,0	5,7	1,0
	6,5	5,2	0,93	5,7	0,99
	9,0	4,9	0,88	5,7	0,98
	10,7	4,2	0,74	4,1	0,71
3er ciclo	0	5,8	1,0	5,9	1,0
	2,5	---	---	---	---
	5,0	5,8	1,0	5,9	1,0
	6,5	5,7	0,98	5,9	0,99
	9,0	5,6	0,96	5,9	0,99
	10,7	---	---	---	---

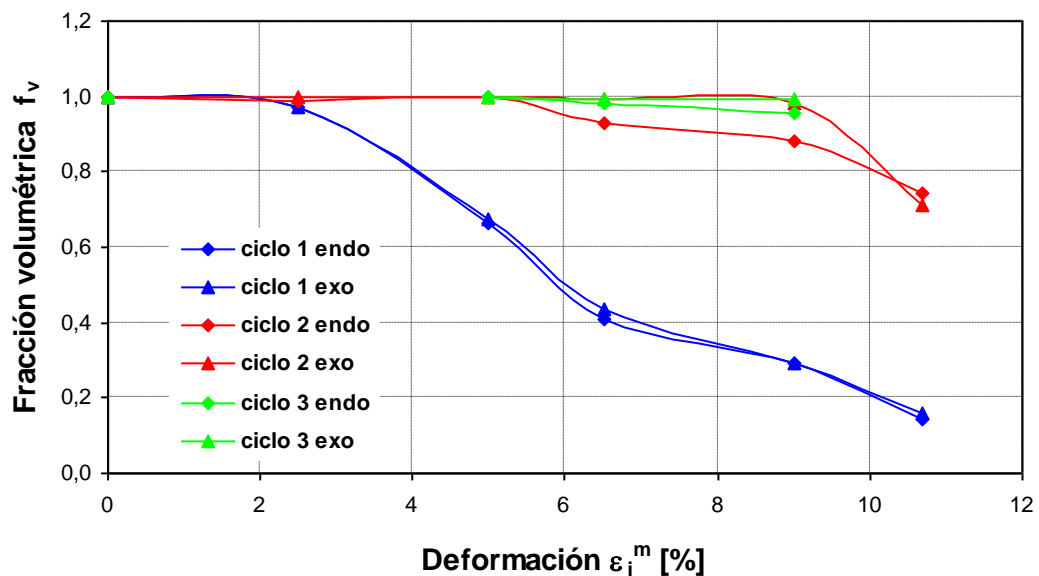


Figura 4.51 Determinación de las fracciones volumétricas de austenita correspondiente las transformaciones  $\beta \rightarrow M$ , y  $M \rightarrow \beta$ , a partir de los termogramas experimentales.

Las principales observaciones de la Figura 4.51 son las siguientes:

- 1) Para  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$ , los valores de la fracción volumétrica transformada son muy próximos a 1 ( $f_V^{\beta \rightarrow M, endo} \approx f_V^{M \rightarrow \beta, exo} \approx 1$ ). Esto es consistente con una deformación en el rango superelástico, donde no se genera martensita retenida.
- 3) Desafortunadamente no se contó con datos experimentales para un valor cercano a  $\varepsilon_i^m = \varepsilon_i^{LSE} = 3,8\%$ . En particular esto significa que la curva azul que une los puntos experimentales para  $\varepsilon_i^m = 2,5\%$  y  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$  no necesariamente corresponde a lo real. (Se esperaba  $f_V^{\beta \rightarrow M} = f_V^{M \rightarrow \beta} = 1$  para  $\varepsilon_i^m \leq 3,8\%$ ).
- 4) Para valores de  $\varepsilon_i^m \geq 5,0\%$  se observa que:
  - a) Para el primer ciclo térmico (línea azul), tanto en el caso endotérmico como exotérmico, la fracción volumétrica transformada de austenita disminuye al aumentar  $\varepsilon_i^m$ . Esto se puede interpretar de la manera siguiente: a mayor  $\varepsilon_i^m$ , mayor será la fracción de martensita retenida y, en consecuencia, menor la fracción volumétrica transformada.
  - b) Para el segundo ciclo (línea en rojo), la fracción de austenita transformada es mucho mayor que aquella para el primer ciclo y la misma deformación  $\varepsilon_i^m$ . Esto se debe a que el paso por altas temperaturas al final del primer ciclo térmico, actuó como un tratamiento de reversión de la martensita retenida. En particular para  $\varepsilon_i^m = 5,0\%$  el valor de esta fracción es prácticamente 1, lo cual indica que la reversión fue prácticamente completa. Para  $\varepsilon_i^m = 10,7\%$ , esta fracción es solo de 0,7; ha de tenerse presente que esta probeta se obtuvo de una zona cercana a la fractura por lo que su deformación efectiva es superior al valor nominal 10,7%.
  - c) Para el tercer ciclo (línea en verde), en el caso de las muestras con  $\varepsilon_i^m = 5,0, 6,5$  y  $9,0\%$ , tanto en el caso endotérmico como exotérmico, la fracción volumétrica transformada de austenita alcanza prácticamente el valor 1. Esto significa para estos valores  $\varepsilon_i^m$  con dos permanencias a alta temperatura (al final del primer ciclo y al final del segundo) se alcanza una reversión completa de la martensita. Para el caso de la muestra con  $\varepsilon_i^m = 10,7\%$  no se contó con la evidencia experimental correspondiente al tercer ciclo.
- 5) Para una misma deformación y un mismo ciclo, en ciertos casos se observa una diferencia de la variable fracción volumétrica transformada de austenita dependiendo si se considera el ciclo endotérmico o bien el exotérmico. Para un error experimental máximo estimado del 5,0% absoluto, se observa que en la mayor parte de los casos las diferencias detectadas están dentro de ese error. Sin embargo, para  $\varepsilon_i^m = 6,5$  y  $9,0\%$  y el segundo ciclo térmico se tiene que tales diferencias resultan superiores a ese error; de ser reales esas diferencias, una explicación posible podría estar relacionada con el hecho de que en el segundo ciclo para esas muestras la reversión de la martensita aún es parcial.

La Figura 4.52 muestra los resultados de Araya [2008] en experimentos bastantes similares a los de esta memoria. En esos experimentos se impusieron distintos valores  $\varepsilon_i^m$  a la misma presente aleación CuAlBe y luego, en el DSC, bajo condiciones de

barrido no isotérmicos, se aplicaron 3 ciclos térmicos. Sin embargo, en esa memoria la máxima temperatura aplicada fue de 300°C mientras que en el presente trabajo se llegó a los 500°C.

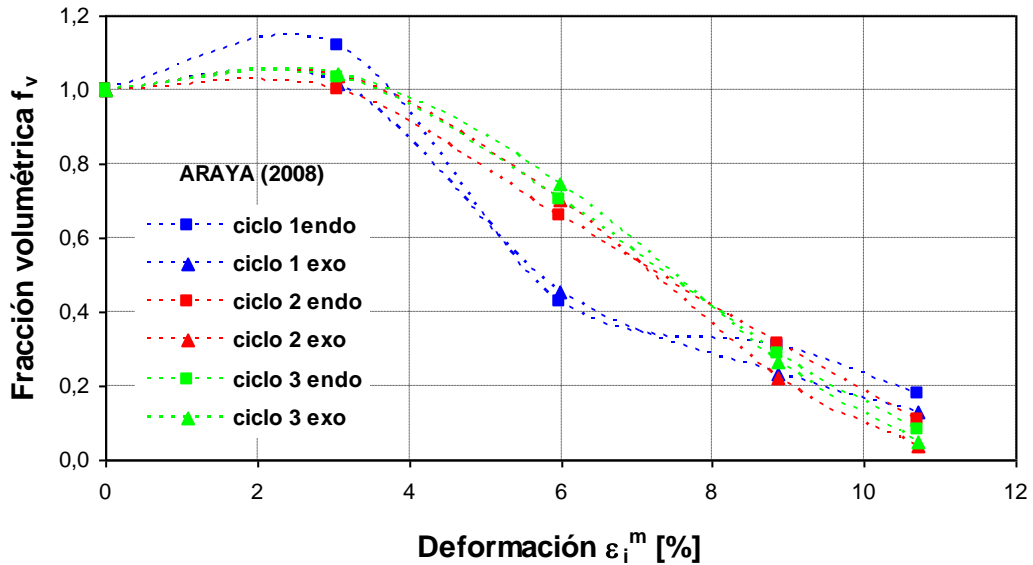


Figura 4.52 Fracción volumétrica de los ciclos 1, 2 y 3 en endotérmico y exotérmico.(ARAYA 2008).

En la Figura 4.53 la fracción volumétrica transformada de austenita se calculó usando entalpías específicas resultantes del promedio de la entalpía del ciclo endotérmico y del ciclo exotérmico correspondientes, para un mismo valor de  $\epsilon_i^m$  y orden (primero, segundo o tercer) del ciclo térmico aplicado. Esto se hizo tanto para los resultados entálpicos de esta memoria como para aquellos de Araya [2008]. Cabe agregar que los resultados mostraban diferencias menores entre los correspondientes ciclos endotérmico y exotérmico. En ese gráfico se observa que para el primer ciclo los presentes resultados y los de Araya son muy similares, excluyendo un resultado de Araya para  $\epsilon_i^m > 3,07\%$ , que parece anómalo al resultar  $f_v > 1$ ). Esta similitud se puede explicar en atención a que las condiciones experimentales para estos dos conjunto de resultados eran muy similares. Sin embargo para el segundo y tercer ciclo sí hay una notable diferencia entre los referidos conjuntos de resultados Ello se puede justificar en atención en que la memoria de Araya la temperatura máxima de 300°C no alcanzó a permitir una reversión avanzada de la martensita retenida; por el contrario, dicha reversión que sí fue muy avanzada en el caso de esta tesis al emplearse una temperatura máxima de 500 °C.

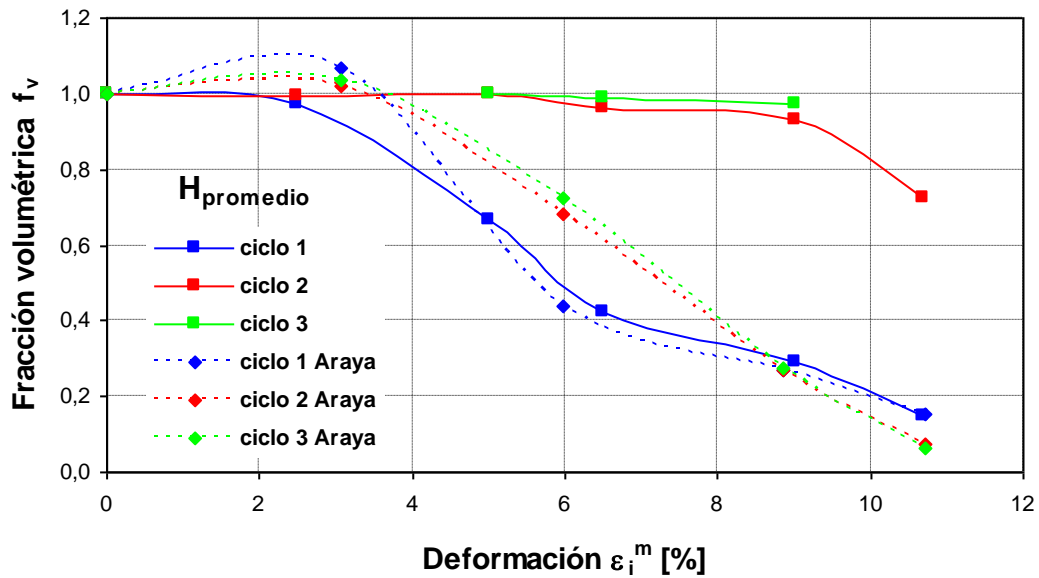


Figura 4.53 Comparación de los resultados de esta tesis y la de Araya 2005 para la relación entre la fracción volumétrica de austenita transformada de los ciclos 1, 2 y 3 en función de la deformación impuesta.

Para efectos de discusión, en la Figura 4.54 se presentan los resultados obtenidos en esta memoria por metalografía óptica cuantitativa y por DSC, de la relación entre la fracción volumétrica de austenita y la deformación impuesta, esto para el primer ciclo térmico o, en forma equivalente, para inmediatamente después de deformar.

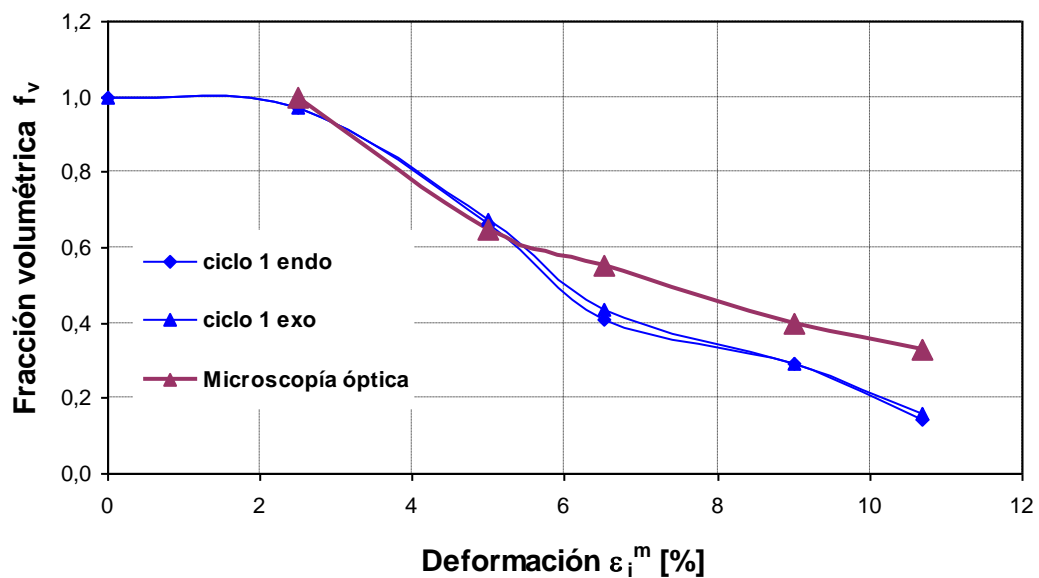


Figura 4.54 Fracción volumétrica de austenita transformada por DSC y microscopía óptica.

En la Figura 4.54 se observa que hay una razonable concordancia general en la evolución de  $f_v^\beta$  versus  $\epsilon_i^m$  determinada con las dos técnicas aludidas. Sin embargo,

para  $\varepsilon_i^m \geq 5,0\%$ , los valores de  $f_V^\beta$  obtenidos con ambas técnicas muestran una diferencia que alcanza a ser significativa cuando se consideran los errores experimentales. Para la microscopía cuantitativa y la técnica DSC dichos errores se estimaron en 5% y 7%, respectivamente. Una posible explicación de por qué para grandes deformaciones se determina por DSC valores de  $f_V^M$  menores que por microscopía óptica, es la siguiente: para grandes deformaciones en la austenita ya habría una suficiente densidad de dislocaciones, o de otros defectos cristalinos, que logren limitar la ocurrencia de las transformaciones  $M \rightarrow \beta$  y  $\beta \rightarrow M$  en el DSC.

De esta manera, las principales conclusiones de la determinación por DSC de la fracción volumétrica transformada en probetas previamente deformadas son:

- a) Para el primer ciclo térmico, la fracción volumétrica transformada de austenita según se determinó por DSC, disminuye al aumentar  $\varepsilon_i^m$ , para  $\varepsilon_i^m > \varepsilon_{LPSE} = 3,8 \%$ . Esto comportamiento ha sido directamente validado por microscopía cuantitativa.
- b) Para el segundo ciclo, la fracción de fase transformada según se determinó por DSC es mayor que para el primer ciclo. Tal comportamiento se explica en atención a que al pasar el material por altas temperatura (hasta 500°C) al final del primer ciclo, se produce una reversión total o parcial de martensita en austenita. En relación con el tercer ciclo, tal reversión podría ser aún más completa por el paso a altas temperaturas al final de segundo ciclo.
- c) Para el primer ciclo térmico y grandes deformaciones, la  $f_V^M$  determinada por DSC es menor que por microscopía óptica. Es posible que esta diferencia se relacione con la presencia de defectos cristalinos en la austenita, tales como dislocaciones, que podrían limitar la transformación martensítica directa.

Se recomienda, en una continuación de este trabajo, realizar la determinación de  $f_V^M$  por difracción de rayos X.

## 4.6 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO POR SEM

A continuación se presentan los resultados fractográficos obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM) correspondientes a las dos probetas fracturadas ( $\epsilon_i^m = 10,5\%$  y  $10,7\%$ ) en tracción. Al no observarse diferencias relevantes entre las morfologías de las superficies de fractura de estas probetas, en el análisis que sigue no se hará distinción entre estas últimas.

Se realizaron observaciones sobre los siguientes tipos de superficies:

- Superficie principal de fractura
- Corte longitudinal central de la probeta de fractura, pulido y atacado metalográficamente, observando en una zona alejada y en otra muy próxima a la fractura
- Manto de la probeta en una zona muy próxima a la superficie de fractura principal.

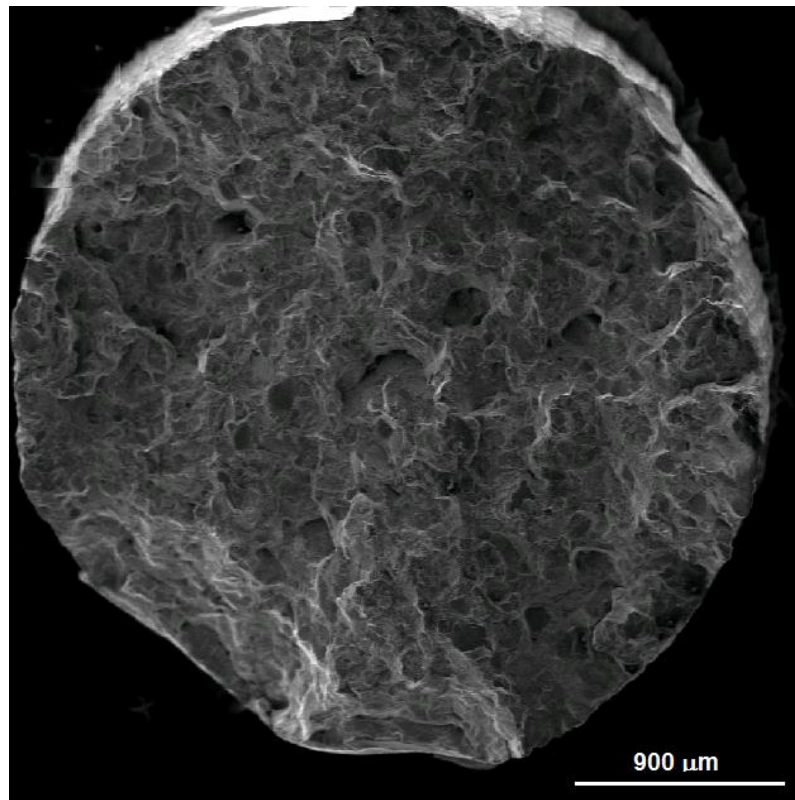


Figura 4.55 Fractografía general de una superficie de fractura.

En la Figura 4.55 se presenta una fractografía general de la superficie de fractura. Se observa un gran relieve y, a escala macroscópica, no se detectan diferencias significativas entre distintos lugares de esta muestra.

Las Figuras 4.56 y 4.57 muestran metalografías según un plano longitudinal central de una probeta fracturada. En la Figura 4.56 que corresponde a un sector alejado de la fractura se observa una estructura martensítica de placas rectas; no se

observa presencia de austenita. (Más adelante se proporcionará evidencia de que efectivamente la martensita presenta una morfología de placas en el espacio).

Por otra parte, en la Figura 4.57 se presentan metalografías longitudinales de una zona muy próxima a la superficie de fractura principal, siendo el plano de la metalografía prácticamente perpendicular a esta última superficie. En esas metalografías se observa una grieta secundaria que se ha propagado de manera paralela a placas de martensita, incluso pasando de un grano a otro vecino. Esto es evidencia de un mecanismo de fractura por clivaje. En la Figura 4.57b) se observan protuberancias en la superficie de clivaje relacionadas con la intersección de placas de martensita con la superficie de esa grieta; este aspecto se desarrollará más adelante, con evidencia adicional.

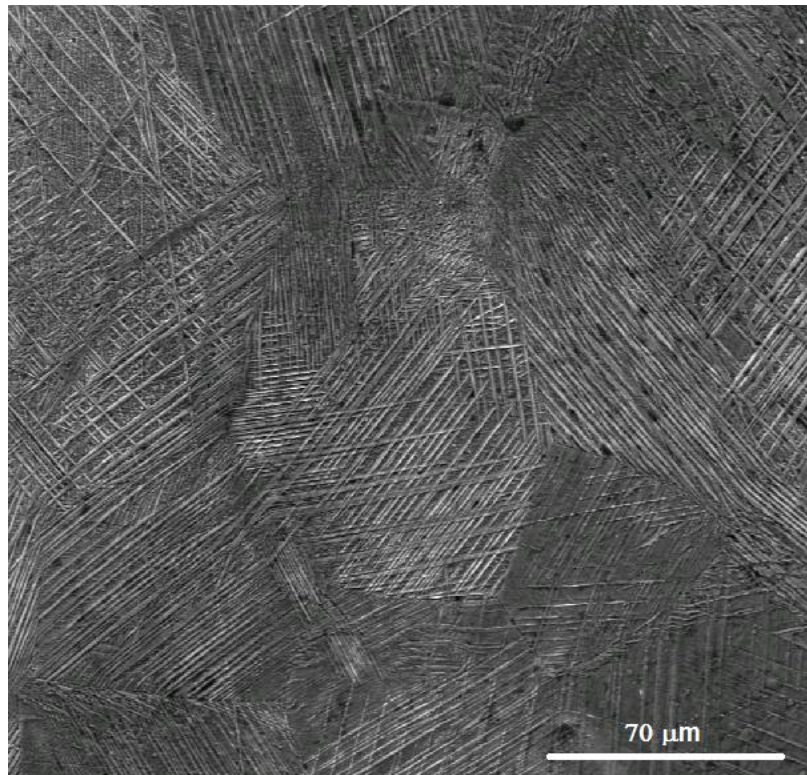


Figura 4.56 Metalografías sobre un corte longitudinal central de una probeta tracción en un sector alejado de la superficie principal de fractura; el eje de la probeta corresponde a la vertical de la figura. Se observan placas de martensita rectas.



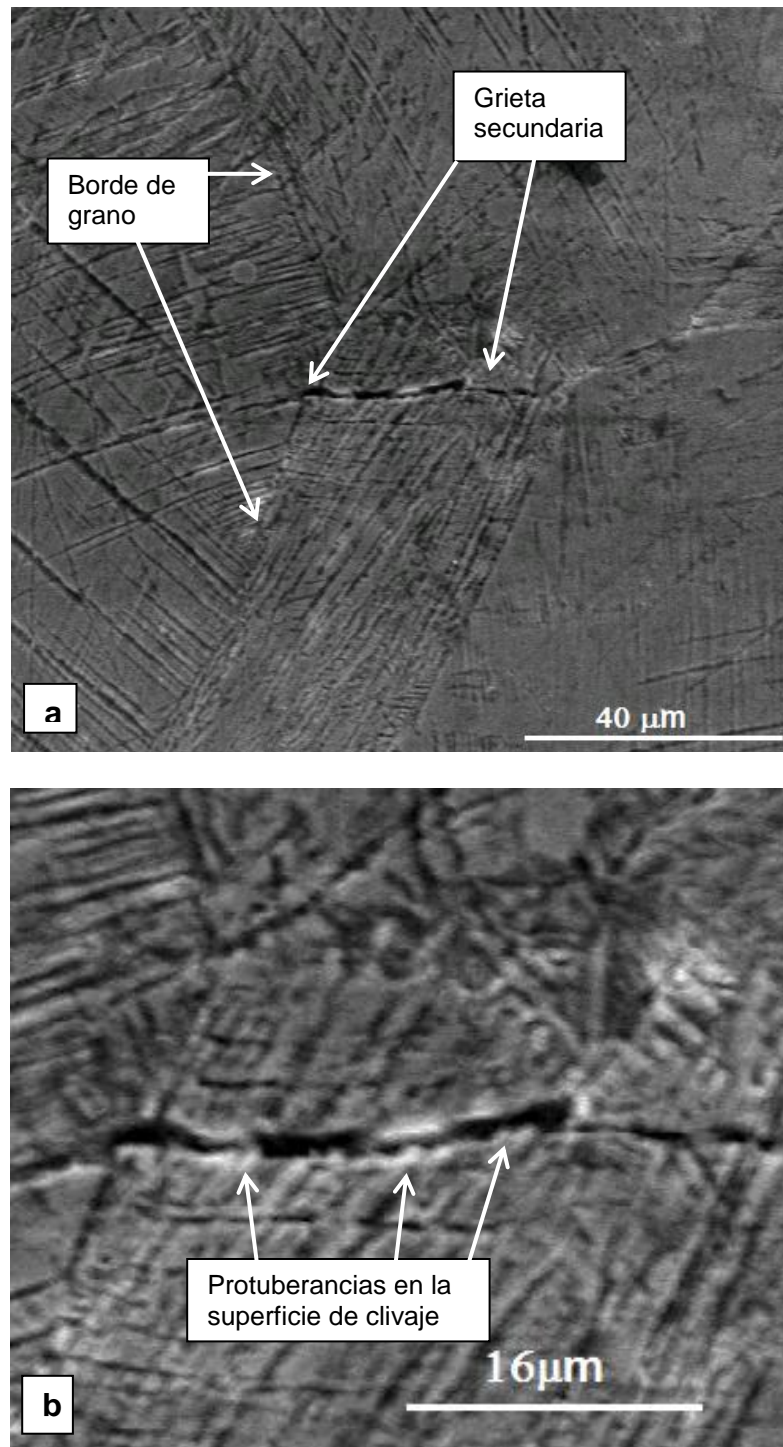


Figura 4.57 Metalografías sobre un corte longitudinal central de una probeta fracturada en tracción en un sector cercano a la superficie principal de fractura; la vertical de la figura es paralela al eje de tracción. Se observa una grieta de clivaje, casi en la horizontal de la figura, que se ha desarrollado paralela a placas de martensita. La imagen b) es una ampliación de un sector de la imagen a).

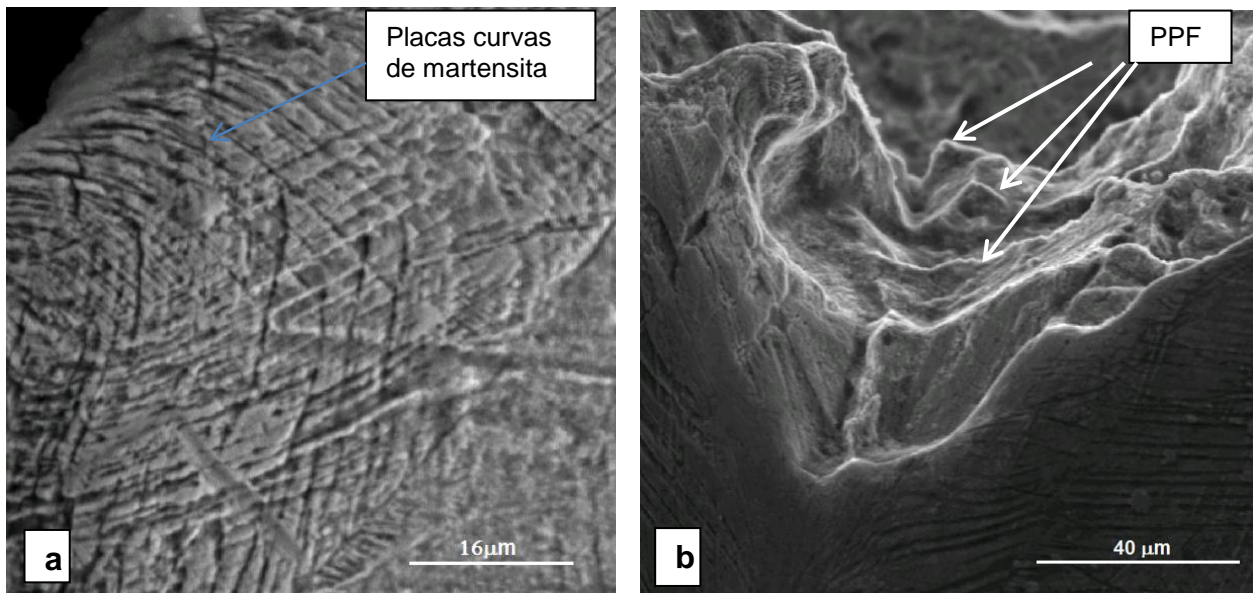


Figura 4.58 Observaciones sin preparación metalográfica en el manto de una probeta de tracción fracturada y en la superficie de fractura cercana; la vertical de la figura es paralela al eje de tracción. En dicha zona del manto se ven placas de martensita deformadas plásticamente, en tanto que en la superficie de fractura principal se observan placas de martensita paralelas fracturadas.

La Figura 4.58 corresponde a imágenes, sin ataque metalográfico, de superficies de una probeta fracturada. Las superficies observadas incluyen el manto cercano a la zona de fractura y la superficie de fractura principal en una zona cercana a tal manto. En el manto cercano a la fractura, ver Figura 4.58a), se observan placas de martensita donde la curvatura que presentan algunas de ellas es clara evidencia de deformación plástica. Complementariamente, en la superficie de fractura presentada en la Figura 4.58b) se observan placas paralelas fracturadas (aquí denominadas PPF) de martensita; estas placas muestran bordes de fractura irregulares. Esta última fractografía es evidencia de que la martensita presenta una morfología de placas.

En las Figuras 4.59, 4.60 y 4.61 se presentan tres fractografías de distintas zonas representativas de la superficie general de fractura ya mostrada en la Figura 4.55. Ellas muestran sectores con hoyuelos y otros con relieve plano, los que se pueden asociar a mecanismos de fractura dúctil y frágil, respectivamente. De un análisis con mayor detalle de estas tres fractografías se destaca:

- Zonas de placas paralelas fracturadas (PPF) de martensita, donde las placas son aproximadamente perpendiculares o inclinadas respecto del plano principal de fractura. Ellas corresponden a PPF del mismo tipo que las observadas en la Figura 4.48 b).
- Hoyuelos alineados, aquí denominados HA, correspondientes al inicio de una grieta secundaria que se desarrolla entre dos placas de martensita contiguas y paralelas entre sí. Además, tales placas forman un ángulo pequeño con la

superficie principal de fractura; esto es, ellas son casi perpendiculares a la dirección de tracción.

- Superficies planas o con una moderada curvatura, aquí denominadas S, que presentan líneas aproximadamente paralelas y eventualmente también con una moderada curvatura. Tales superficies corresponden a clivaje producido entre placas de martensita cercanas al ser perpendiculares al eje de tracción. De modo que estas superficies S corresponden a la etapa final de un mecanismo de fractura iniciada con los hoyuelos HA. Las citadas líneas corresponderían a placas paralelas (PPF) de martensita distantes entre sí y que intersectan a las placas que definieron el plano de clivaje. Además, tales líneas serían la prolongación sobre la superficie de fractura por clivaje de las protuberancias destacada en la Figura 4.47b).
- Hoyuelos con formas variadas, desde rectangular a irregular, y que recubren áreas de la superficie principal de fractura, aquí denominados H. La morfología de sus contornos indica que estos corresponden a más de un conjunto (2 o 3 variantes) de placas paralelas fracturadas, siendo esos conjuntos de placas aproximadamente perpendiculares a la superficie de fractura principal. Esta morfología de los hoyuelos correspondería a esfuerzos predominantemente de tracción (sin corte) paralelos a las referidas placas de martensita fracturadas. Aquellos hoyuelos más irregulares podrían deber su forma a deformación plástica de las placas previa a la fractura y/o a esfuerzos de fractura que no correspondieron a tracción pura. Estos hoyuelos H como los anteriores hoyuelos HA corresponden a mecanismos dúctiles de fractura en relación con las placas de martensita.

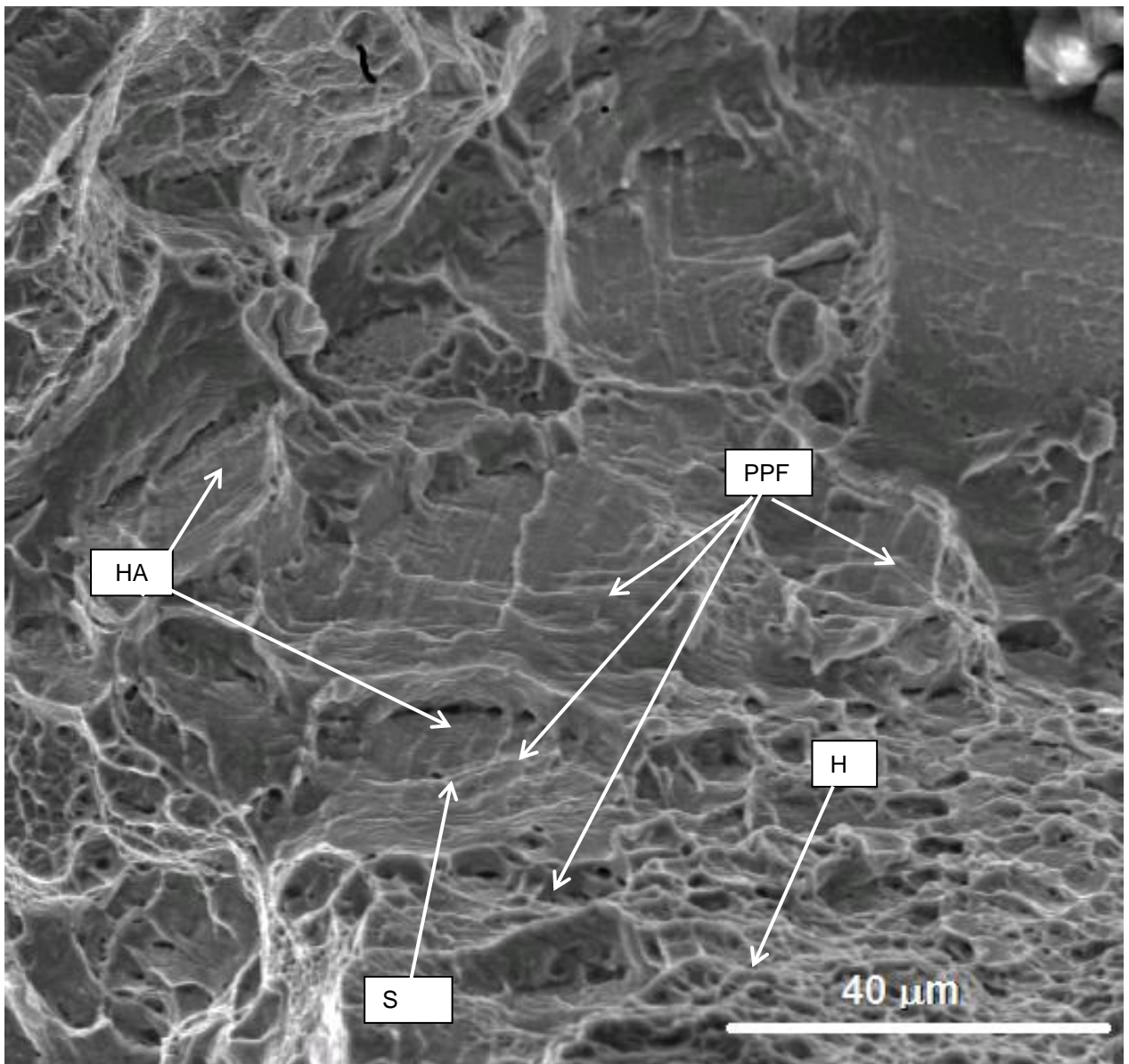


Figura 4.59 Primera fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H).

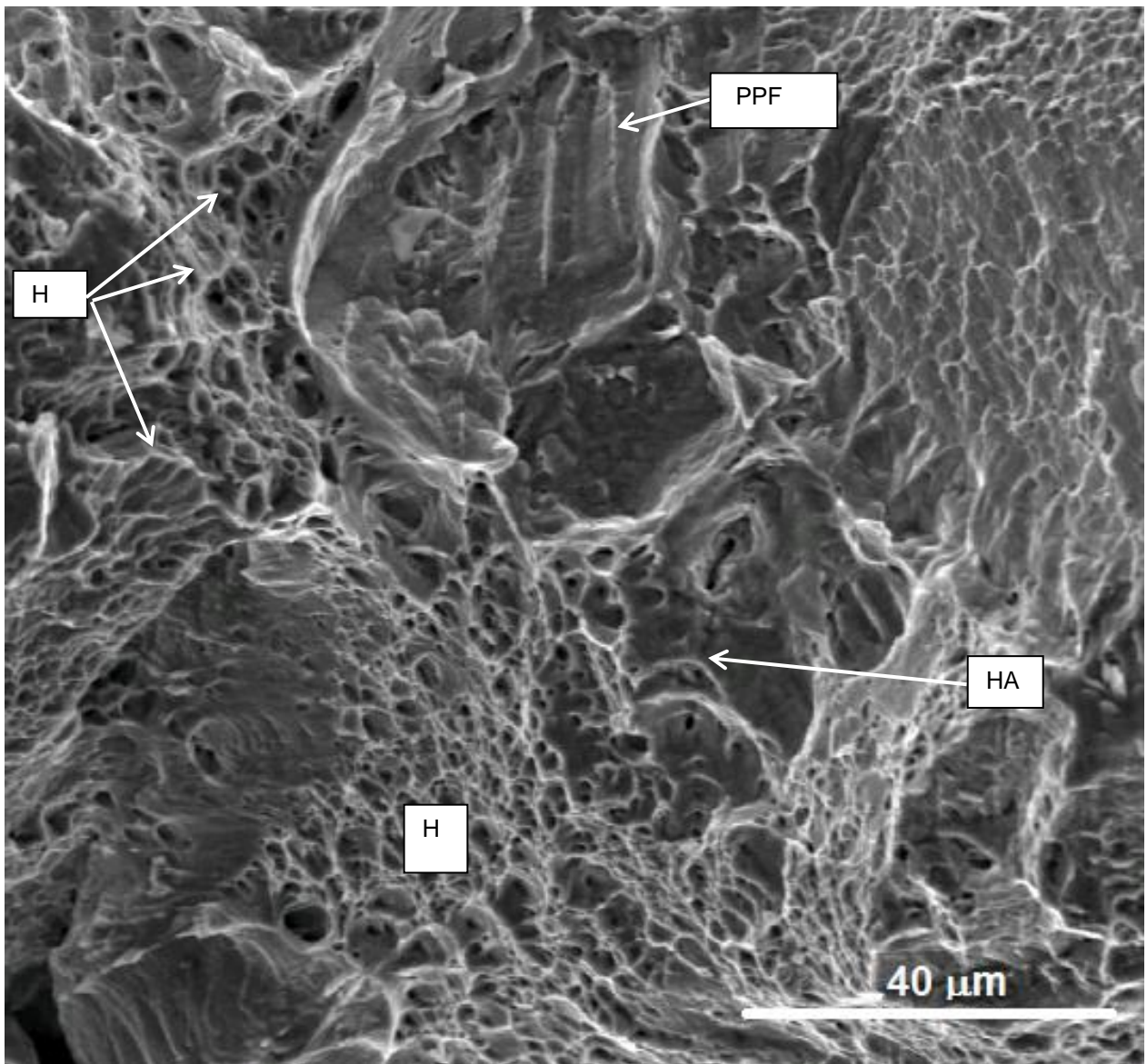


Figura 4.60 Segunda fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H).

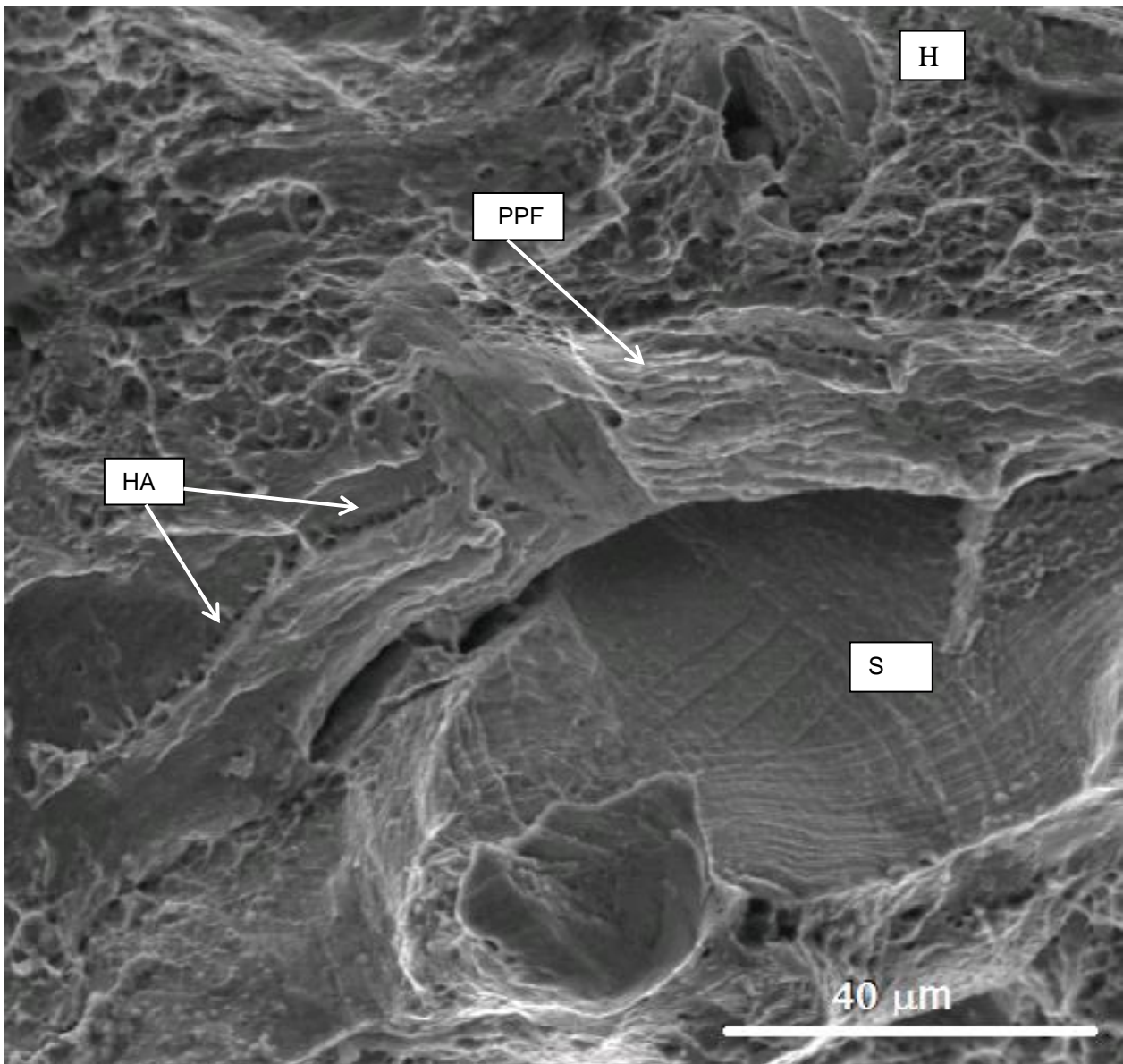


Figura 4.61 Tercera fractografía SEM (de tres) de una zona representativa de la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.45. Se observan diferentes rasgos morfológicos: placas de martensita paralelas fracturadas (PPF); hoyuelos alineados (HA); superficies planas o con una moderada curvatura (S); y hoyuelos con formas variadas (H).

En trabajos anteriores (MONTECINOS et al, 2006) y (GONZÁLEZ, 2006) se presentaron breves análisis fractográficos donde se consideró principalmente la presencia de zonas de clivaje y de otras de superficies recubiertas con hoyuelos, lo que llevó a concluir que la fractura era esencialmente intergranular y de carácter mixto dúctil-frágil. En el presente trabajo se ha llegado a la misma conclusión, con el aporte adicional de que se ha relacionado con más detalle distintos relieves observados en la superficie de fractura con la morfología de la fase martensita.

En las metalografías ópticas presentadas en la Figura 4.35, correspondientes a un plano longitudinal de una probeta fracturada en tracción, se observan grietas secundarias en la zona próxima a la superficie de fractura principal. En esas metalografías se observan grietas de clivaje según las placas de martensita, en concordancia con lo observado por SEM. Adicionalmente, en la Figura 4.35 se identificaron algunas grietas secundarias intergranulares, lo cual no fue detectado por SEM. Cabe señalar que en una fractografía SEM de una superficie predominantemente correspondiente a mecanismo dúctiles y de clivaje, puede ser difícil identificar sectores de fractura intergranular.

De esta manera, un resumen de los principales aspectos del presente análisis fractográfico y metalográfico de probetas Cu-11,8%p.Al-0,5%Be ensayadas por tracción son:

1. En las probetas fracturadas se observa martensita de manera preponderante, de hecho no se encontró evidencia de la presencia de austenita.
2. En la cercanía de la zona de fractura, las placas de martensita muestran curvatura debido a deformación plástica.
3. La martensita aparece como conjuntos de placas paralelas (variantes) con distintas orientaciones.
4. En la superficie de fractura se observan zonas planas asociadas a clivaje por separación de placas paralelas de martensita aproximadamente perpendiculares al eje de tracción.
5. Sobre las referidas superficies de clivaje se observan líneas paralelas asociadas a la fractura dúctil de placas de martensita perpendiculares a esas superficies.
6. Se observan hoyuelos alineados que deben corresponder a una etapa inicial de la separación de placas paralelas, en estrecha relación con los anteriores puntos 3 y 4.
7. También se observaron zonas de la grieta principal con hoyuelos, correspondiendo el contorno de dichos hoyuelos a la fractura dúctil de conjuntos de láminas paralelas al eje de tracción.

En consideración a todo lo anterior, la conclusión final de los resultados de SEM es que el mecanismo de fractura es uno transgranular de tipo mixto dúctil (hoyuelos) – frágil (clivaje), mecanismo que es fuertemente dependiente de la orientación local de las placas de martensita respecto del esfuerzo de tracción. Sin embargo, por microscopía óptica también se observaron grietas intergranulares.

## 5 CONCLUSIONES

A continuación se presentan las principales conclusiones del presente estudio sobre una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%Be policristalina superelástica sometida a diversos valores de deformación en tracción en el rango post-superelástico (RPSE), a temperatura ambiente, y después a la aplicación de diversas técnicas de caracterización:

1. De las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  se determinaron valores de módulo de Young, esfuerzo de transformación, esfuerzo de fractura y elongación a la fractura, los cuales resultaron ser similares a los obtenidos en trabajos anteriores. Específicamente se estableció que la deformación asociada al inicio del RPSE corresponde a  $\epsilon_{LSE} = 3,8\%$ , valor algo superior a los obtenidos anteriormente.
2. La forma de las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  permiten distinguir claramente tres zonas: el rango de comportamiento elástico clásico, el rango superelástico y, a partir de  $\epsilon_{LSE} = 3,8\%$ , en el rango post-superelástico (RPSE). En las curvas temperatura de la probeta versus deformación, curvas  $T_p$ - $\epsilon$ , también se distinguen, para las condiciones empleadas en el ensayo, esas tres zonas: el primer rango corresponde a un enfriamiento isentrópico, el segundo a un calentamiento lineal terminando en uno parabólico, y el tercer rango a un calentamiento aproximadamente lineal. Además, al final del tercer rango (RPSE) se detectó un aumento de temperatura el cual podría estar asociado a deformación plástica uniforme y/o al fenómeno de fractura.
- 3.a Las observaciones por metalografía óptica en muestras deformadas confirman que al aumentar las deformaciones impuestas ( $\epsilon_i^m$ ) en el RPSE, la fracción volumétrica de martensita retenida aumenta y la de austenita disminuye. Además, en las probetas con tratamiento térmico desaparecen las láminas de martensitas y reaparece la austenita.
- 3.b En los termogramas DSC, para los cuales se aplicaron tres ciclos térmicos de enfriamiento-calentamiento, para deformaciones en el RPSE se observaron dos tipos de máximos. Un tipo de ellos, presente a temperaturas inferiores a los 280 K, corresponde a la transformación martensítica directa e inversa, en el enfriamiento ( $\beta \rightarrow M$ ) y en el calentamiento ( $M \rightarrow \beta$ ). Así, para el primer ciclo térmico aplicado se observó que el área de estos máximos disminuye al aumentar  $\epsilon_i^m$ ; esto se puede explicar por el aumento de la martensita retenida y disminución de la austenita con  $\epsilon_i^m$ . Para el segundo y tercer ciclo térmico, estos máximos del primer tipo presentan un área similar entre sí, la que también es superior a la del primer ciclo para un mismo valor de  $\epsilon_i^m$ . Por otra parte, los máximos del segundo tipo, solo observados al final del calentamiento del primer ciclo y centrados en aproximadamente 725 K, presentan un área creciente al aumentar  $\epsilon_i^m$ . Estos máximos se pueden interpretar como evidencia de una transformación de recuperación que, en particular, permite la reversión de la martensita remanente retenida al final de la



deformación. Tal reversión sería también la responsable del comportamiento de los máximos del primer tipo al aumentar el orden de los ciclos térmicos aplicados.

4. En el análisis fractográfico por SEM se observó dos mecanismos transgranulares de fractura, los cuales se manifiestan por zonas con hoyuelos y otras con planos de clivaje. Estos dos mecanismos se pueden relacionar de manera preliminar con la morfología de placas de las variantes de la fase martensítica presente a altas deformaciones. Cabe agregar que un análisis metalográfico por microscopía óptica en zonas cercanas a la fractura, reveló también un mecanismo de fractura intergranular. Así, parece de todo interés completar el estudio de los mecanismos de fractura presentes.
5. Los resultados expuestos indican que el antecedente de que el amortiguamiento interno aumenta al aumentar la deformación en tracción cíclica en el RPSE, se puede explicar por el aumento de la fracción de la martensita retenida y por la disminución de aquella de la austenita. En efecto, es aceptado que las aleaciones deformadas bajo condiciones en que ellas presenten memoria de forma, el amortiguamiento interno, principalmente relacionado con el desplazamiento de las interfases presentes en cada caso, es mayor en las aleaciones inicialmente martensíticas que en aquellas inicialmente austeníticas.

# Bibliografía

ARAYA, R., MORONI, O., MARIVIL, M. and SEPÚLVEDA, A. 2008. Temperature and grain effects on the behavior of CuAlBe AMF wires under cyclic loading. *Materials Science and Engineering A*(496): 209-213.

ARAYA, R. 2009. Microestructura y comportamiento mecánico de una aleación superelástica Cu-1,8%p.Al-0,5%p-Be en ensayos de tracción monotónicos y cíclicos. Memoria para optar al grado de Magíster en Ciencias de la Ingeniería: mención Mecánica. Santiago, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. 153p.

BELTRAN, J.F., CRUZ, C., HERRERA, R. and MORONI, O. 2011. Shape memory alloy CuAlBe strands subjected to cyclic axial loads. *Engineering Structures*. 33: 2910-2918.

BELKAHLA, S., FLORES ZÚÑIGA, H. and GUENIN, G. 1993. Elaboration and characterization of new low temperature shape memory CuAlBe alloys. *Materials Science and Engineering A*(169): 119-124.

BERTRAND, E., CASTANY, P. and GLORANT, T. 2013. Investigation of the martensitic transformation and the damping behavior of a superelastic Ti-Ta-Nb alloy. *Acta Materialia* 61: 511-518.

CASCIATI, F. 2008. Variability in mechanical properties and microstructure Characterization of CuAlBe shape memory alloys for vibration mitigation. *Smart Structures and Systems* 4(2): 103-121.

DURÁN, A. y SEPÚLVEDA, A. 2011. Análisis de curvas esfuerzo-deformación y temperatura-deformación de una aleación CuAlBe superelástica sometida a tracción. En: SAM CONAMET 11º Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales: 18-21 octubre de 2011. Rosario, Argentina. Actas, Trabajo #563.

FRICK, C., LANG, T., SPARK, K. and GALL, K. 2006. Stress-induced martensitic transformations and shape memory at nanometer scales. *Acta Materialia* 54: 2223–2234.

GONZÁLEZ, G. 2006. Comportamiento Superelástico de la aleación Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be en ensayos de tracción cíclicos bajo condiciones sísmicas. Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. 204p.

GUARIGLIA, J., DANTE, B., IMPARATO, H. 1999. Trabajo especial Metales con memoria. Universidad Nacional de la Plata. Facultad de Ingeniería. [www.ing.unlp.edu.ar/quimica/memoria.htm](http://www.ing.unlp.edu.ar/quimica/memoria.htm)

HIGUCHI, A., SUZUKI, K., MATSUMOTO, Y., SUGIMOTO, K., KOMATSU, S. and NAKAMURA, Y. 1982. Shape memory effect in Cu-Al-Be ternary alloys. *Journal of Physique archives*, C(43) 767-772.

KUSTOV, S., PONS, J., CESARI, E. and MORIN, M. 2004. Thermal stabilization of Cu-Al-Be martensite due to plastic deformation and heat treatment. *Materials Science and Engineering A*(373): 328–338.

LUI, Y. and VAN HUMBEECK, J. 1997. On the damping behavior of NiTi shape memory alloy. *Journal of Physique IV* 7(C5): 519-524.

LUI, R., LI, D.Y., XIE, Y.S. and HAWTHOME, H.M. 1999. Indentation behavior of pseudoelastic TiNi alloy. *Scripta Materialia*. 41(7) 691-696.

MIRAVETE, A. 1995. *Los nuevos materiales en la Construcción*. España. Segunda edición, 394p.

MONTECINOS, S., CUNIBERTI, A. and SIMISON, S. 2012. Instrumented indentation of transforming and no-transforming phases in Cu-Al-Be shape memory alloys. *Intermetallics* 28 (2012): 58-64.

MONTECINOS, S., CUNIBERTI, A., CASTRO, M.L. and BOERI, R. 2012. Phase transformations during continuous cooling of polycrystalline  $\beta$ -CuAlBe alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 467: 278-283.

MONTECINOS, S. and CUNIBERTI, A. 2008. Thermomechanical behavior of a CuAlBe Shape Memory Alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 457: 332-336.

MONTECINOS, S., MORONI, O. and SEPÚLVEDA, A. 2006. Superelastic behavior and damping capacity of CuAlBe alloys. *Materials Science and Engineering A*(419): 91–97.

MORONI, O., SALDIVIA, R., SARRAZIN, M. and SEPÚLVEDA, A. 2002. Damping characteristics of a CuZnAlNi shape memory alloy. *Materials Science and Engineering A*(335): 313–319.

MUGA, F.J. 2008. *Comportamiento mecánico y microestructural de una aleación Cu-11,8%p. Al-0,5%p. Be en el rango post-superelástico*. Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico. Santiago, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. 116p.

MURAKI, Y., OTSUKA, K., HANADA, S. and WATANABE, S. 1994. Self-accomodation and morphology of 14M(7R) martensites in an Ni 370at.%Al alloy. *Materials Science and Engineering*. A(189) 191-199.

OLSON, G.B. and COHEN, M. 1975. Thermoelastic behavior in martensitic transformations. *Scripta Metallurgica* 9: 1247-1254.

OTSUKA, K. and WAYMAN, C.M. 1998. Introduction and Mechanism of shape memory effect and superelasticity. En: Shape Memory Materials. Ed. Otsuka and Wayman. USA, Cambridge University Press, Cambridge, U.K. pp. 1-48.

SABURI, T. 1998. Ti-Ni shape memory alloys. En: Shape Memory Materials. Ed. Otsuka and Wayman. USA, Cambridge University Press, Cambridge, U.K. pp. 49-96.

SEPULVEDA, J. 2006. Diseño y ensayo de un disipador de energía usando aleación SMA CuAlBe superelástica para conexiones viga columna. Memoria para optar al Título de Ingeniero Civil. Santiago, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. 120p.

SEPÚLVEDA, J., BOROSCHEK, R., HERRERA, R., MORONI, O. and SARRAZIN, M. 2008. Steel beam-column connection using copper-based shape memory alloy dampers. Journal of Constructional Steel Research 64: 429-435.

SEPÚLVEDA, A., DURÁN, A. and ARAYA, R. 2012. Amortiguamiento interno en el rango post-superelástico de una aleación CuAlBe inteligente sometida a tracción cíclica. En: SAM CONAMET 12º Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales: 22-26 octubre de 2012. Viña del Mar, Chile. pp. s.p.

SHAW, J.A. and KYRIAKIDES, S. 1995. Thermomechanical aspects of NiTi. Journal of the Mechanics and Physics of solids 43(8): 1243-1291.

SMITH, W. and HASHEMI, J. 2006. Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales. México. Cuarta Edición, McGraw-Hill. 380p.

SOUL, H. R. 2005. Aplicaciones de la superelasticidad en aleaciones con memoria de forma para control de vibraciones en estructuras. Proyecto integrador Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional de Cuyo.

TORRA, V., ISALGUE, A., MARTORELL, A., TERRIAULT, P. and LOVEY, F.C. 2007. Built in dampers for family homes via SMA: An ANSYS computation scheme based on mesoscopic and microscopic experimental analyses. Engineering Structures 29: 1889-1902.

VAN HUMBEECK, J. and STALMANS, R. 1998. Characteristic of shape memory alloys. En: OTSUKA K. y WAYMAN C.,M. Shape Memory Materials. Ed. Otsuka and Wayman. USA, Cambridge University Press, Cambridge, U.K. pp. 149-183.

VAN HUMBEECK, J. 2003. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. Journal of Alloys and Compounds 355: 58-64.

# Anexo A

Resultados de Probeta de 4,5%. Ensayo de tracción y Metalografía.

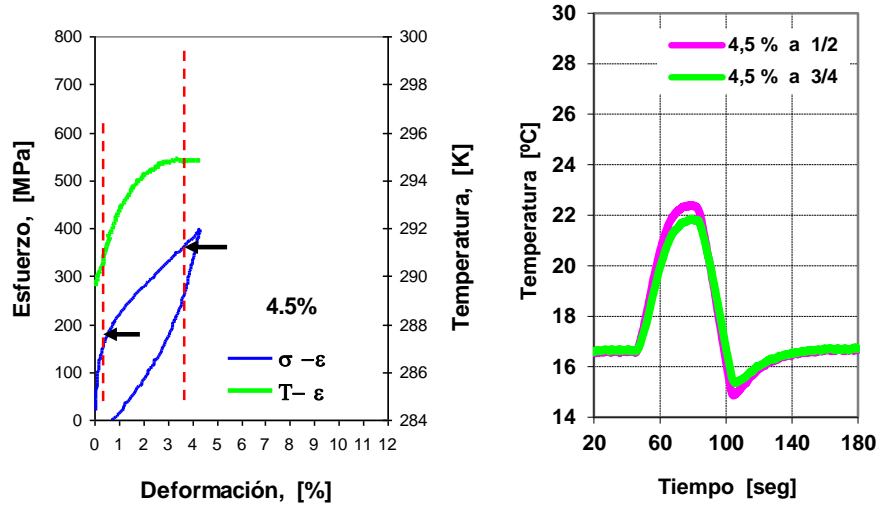


Figura A1.1 a) Curva  $\sigma$ - $\epsilon$  y curva  $T_p$ - $\epsilon$ . b) Temperatura versus tiempo de la probeta llevada a 4,5% deformación.

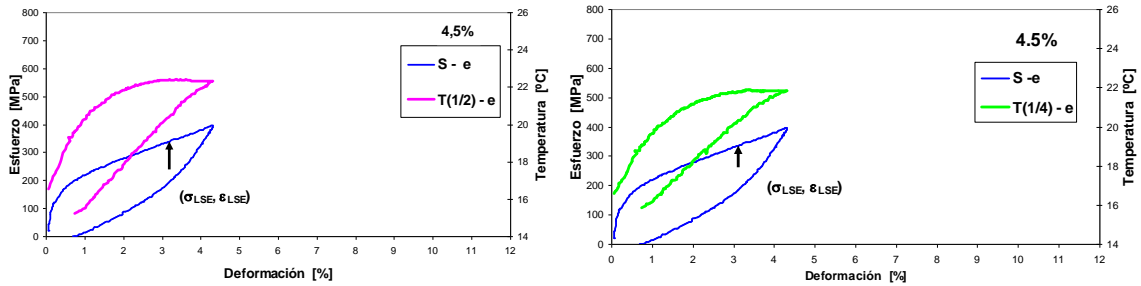


Figura A1.2 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  carga-descarga para  $\epsilon_i^m = 4,5\%$  deformación impuesta con termocupla a)  $1/2$  y b)  $1/4$ .

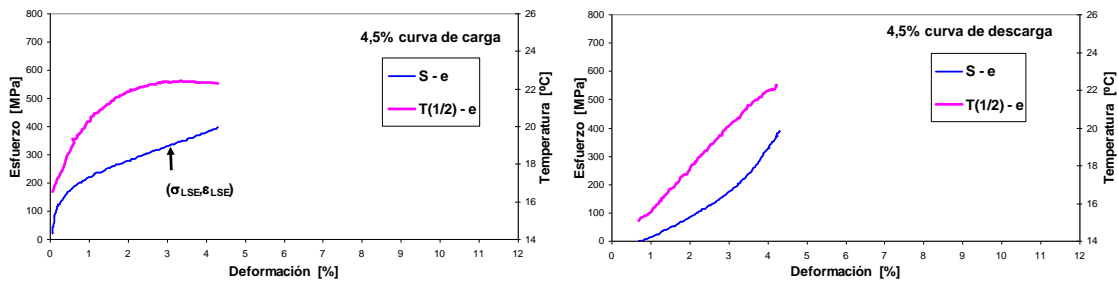


Figura A1.3 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con  $\epsilon_i^m = 4,5\%$  con termocupla a  $1/2$ , a) solo en la carga y b) solo en descarga.

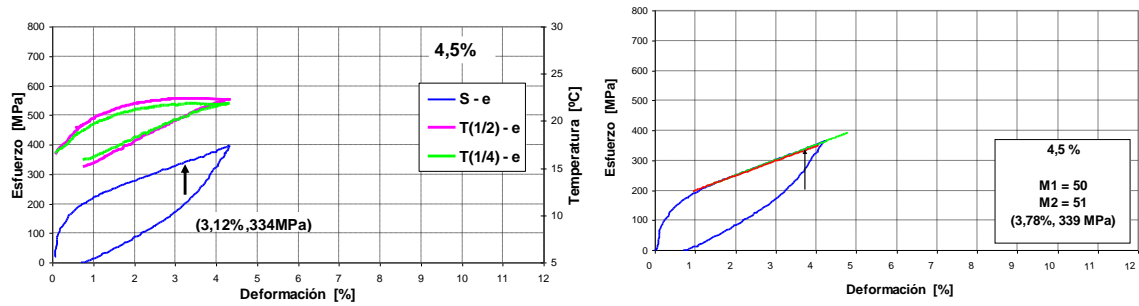


Figura A1.4 a) Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  para  $\epsilon_{im}=4,5\%$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$  y  $\frac{1}{4}$ , b) Método de la tangente para encontrar el LSE en 4,5%.

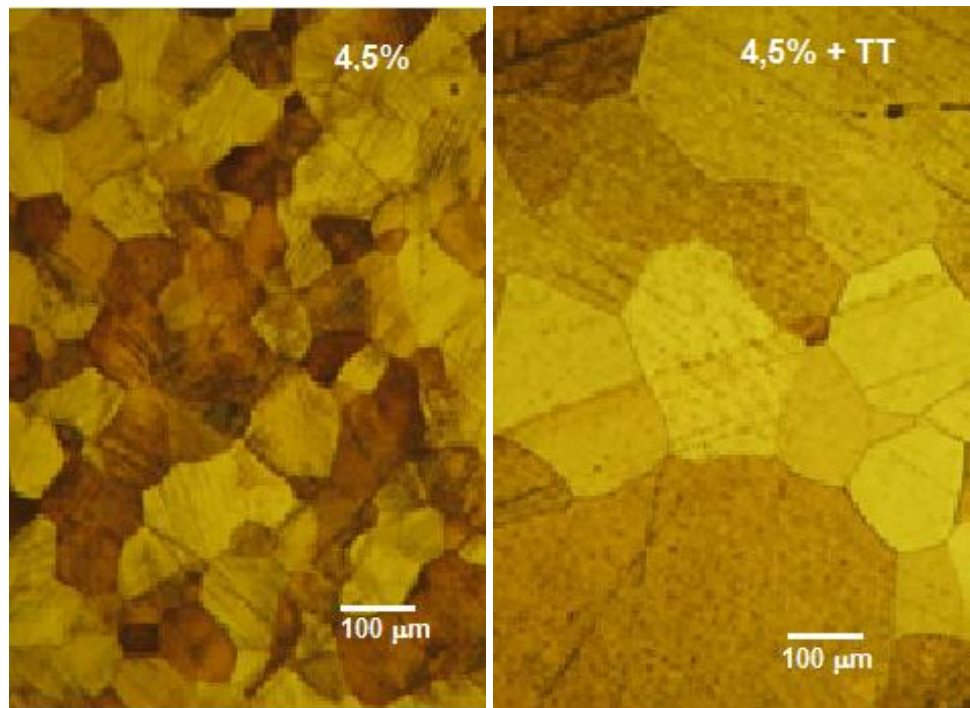


Figura A1.5 Microestructura para  $\epsilon_i^m=2,5\%$ : a) con deformación y b) después del tratamiento térmico. Se observan granos equiaxiales de austenita y el crecimiento de grano debido al tratamiento térmico aplicado.

## Anexo B

Termogramas para  $\epsilon_i^m = 5,0\%$  ,  $6,5\%$  ,  $9,0\%$  y  $10,7\%$

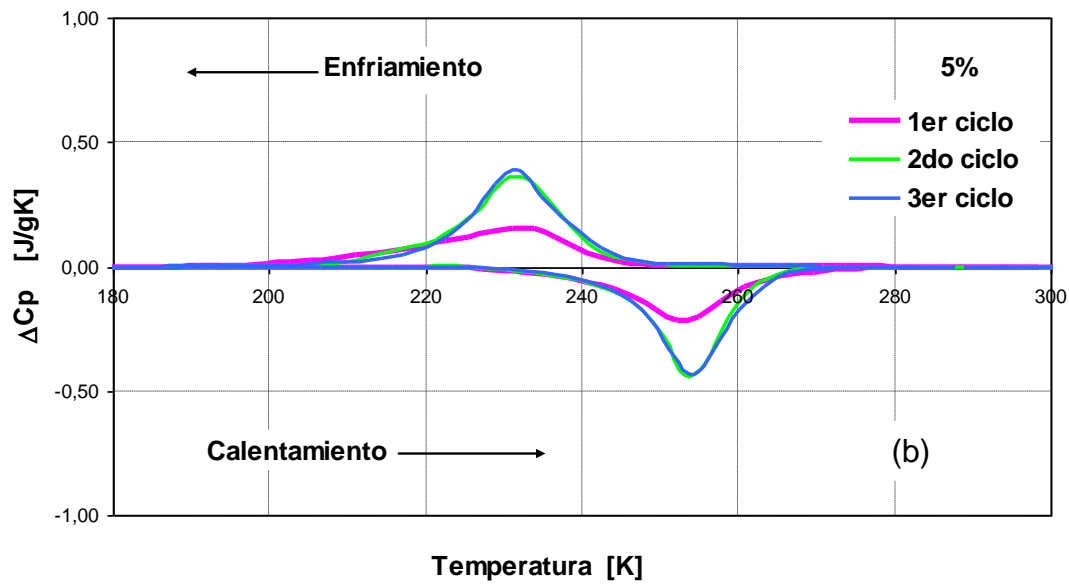
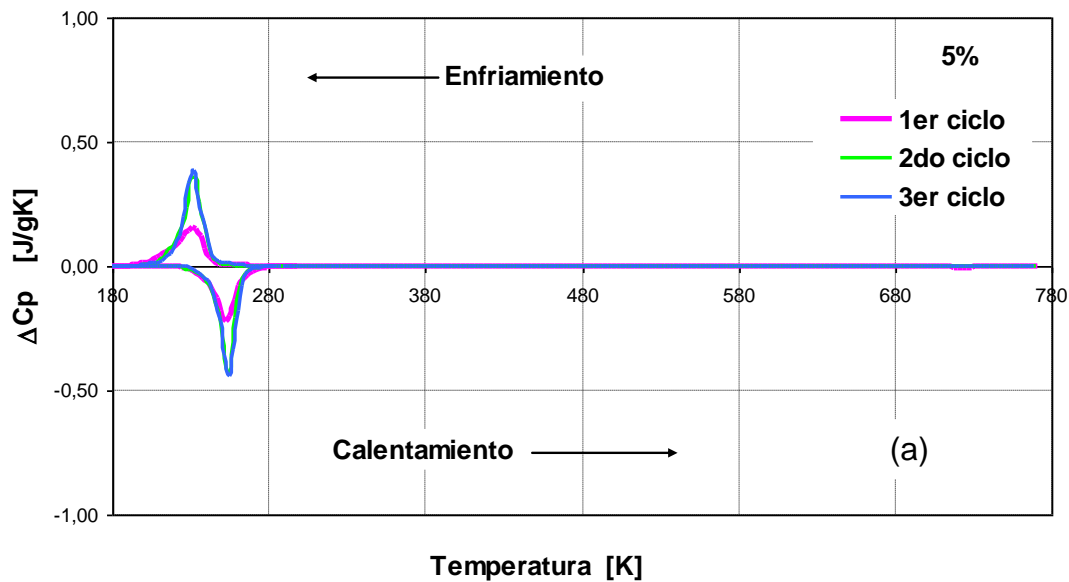


Figura A2.1 Termograma para probetas con  $\epsilon_i^m = 5,0\%$  de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

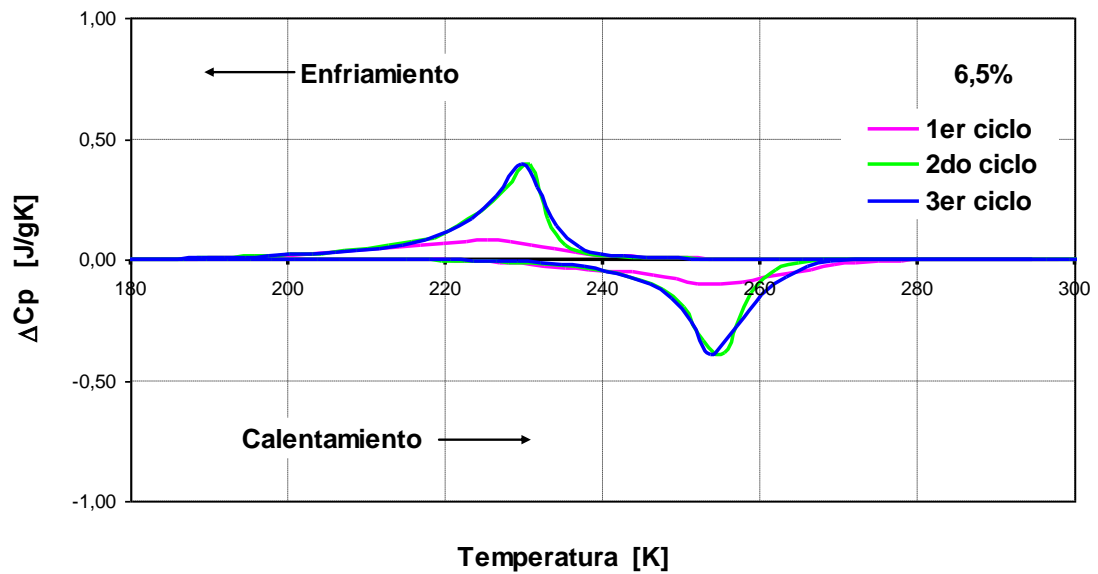
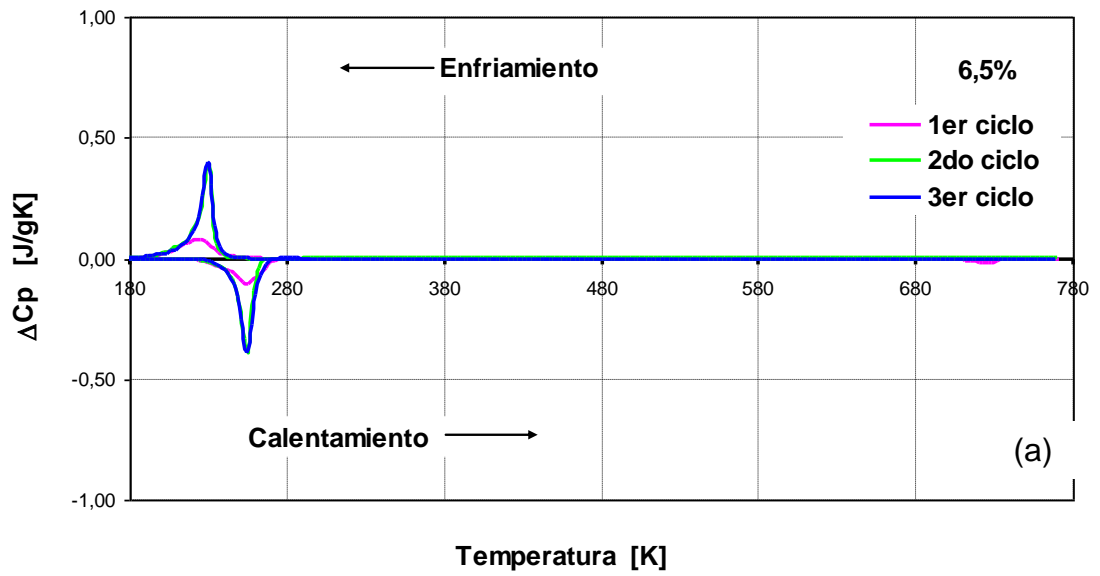


Figura A2.2 Termograma para probetas con  $\epsilon_i^m = 6,5\%$  de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

(b)



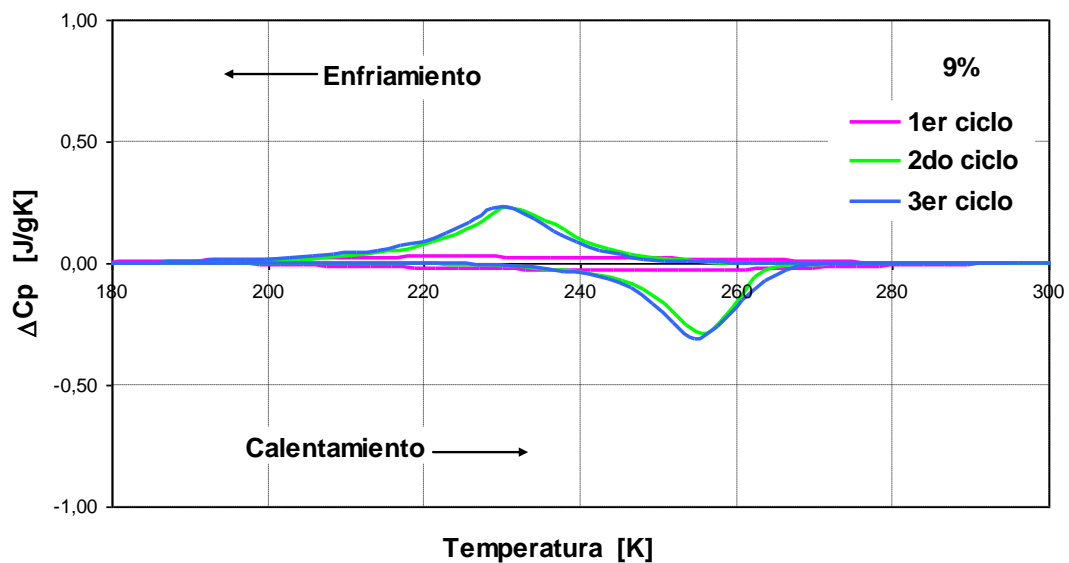
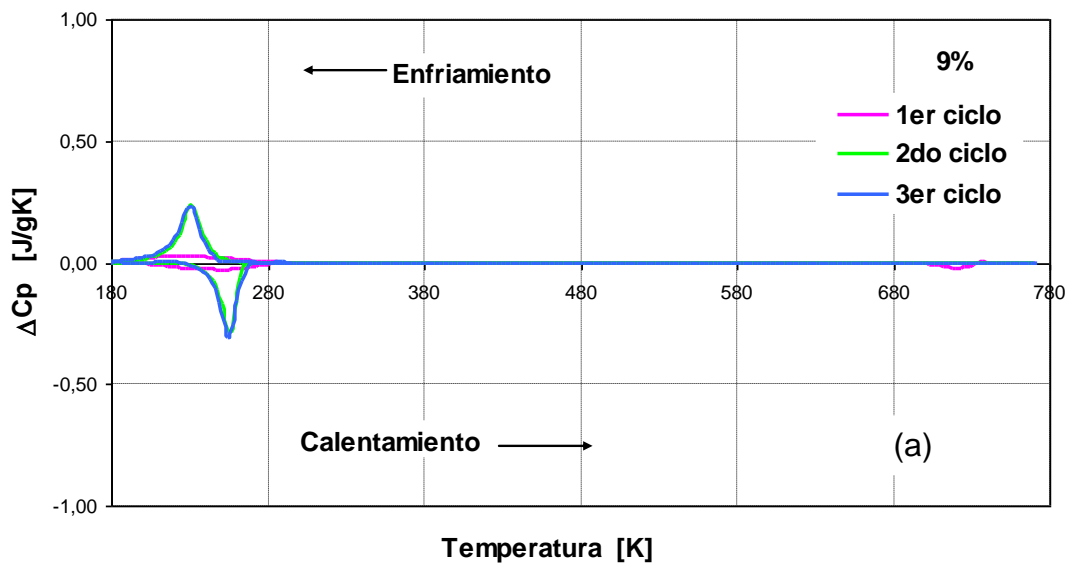


Figura A2.3 Termograma para probetas con  $\epsilon_i^m = 9,0\%$  de deformación, 1er, 2do y 3er ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

(b)

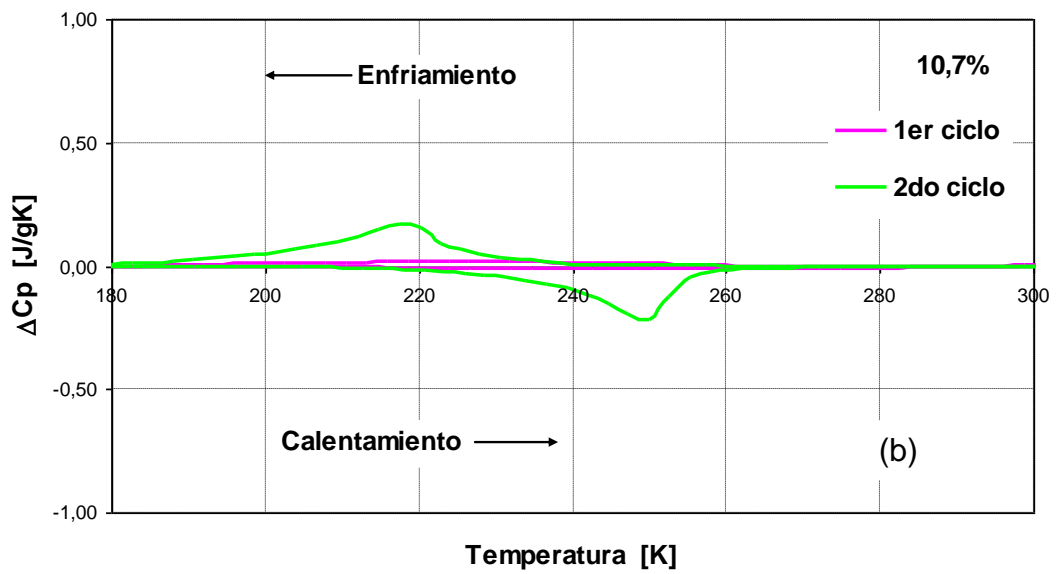
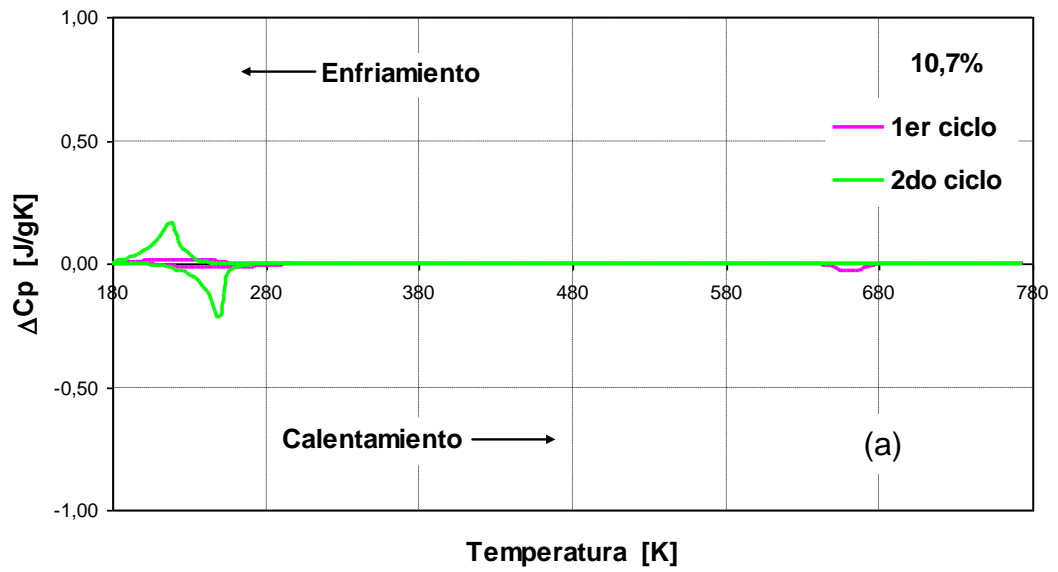


Figura A2.4 Termograma para probetas con  $\varepsilon_i^m = 10,7\%$  hasta la fractura, 1er y 2do ciclos, velocidad de calentamiento y enfriamiento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ : a) entre 180 - 780 K y b) entre 180 - 300 K.

# Anexo C

Curvas de temperatura versus tiempo para la termocupla ubicada en el centro de la probeta  $\epsilon_i^m = 0\%$ ; 2,5%; 3,3%; 5,0%; 6,5%; 9,0%; 10,5% y 10,7%.

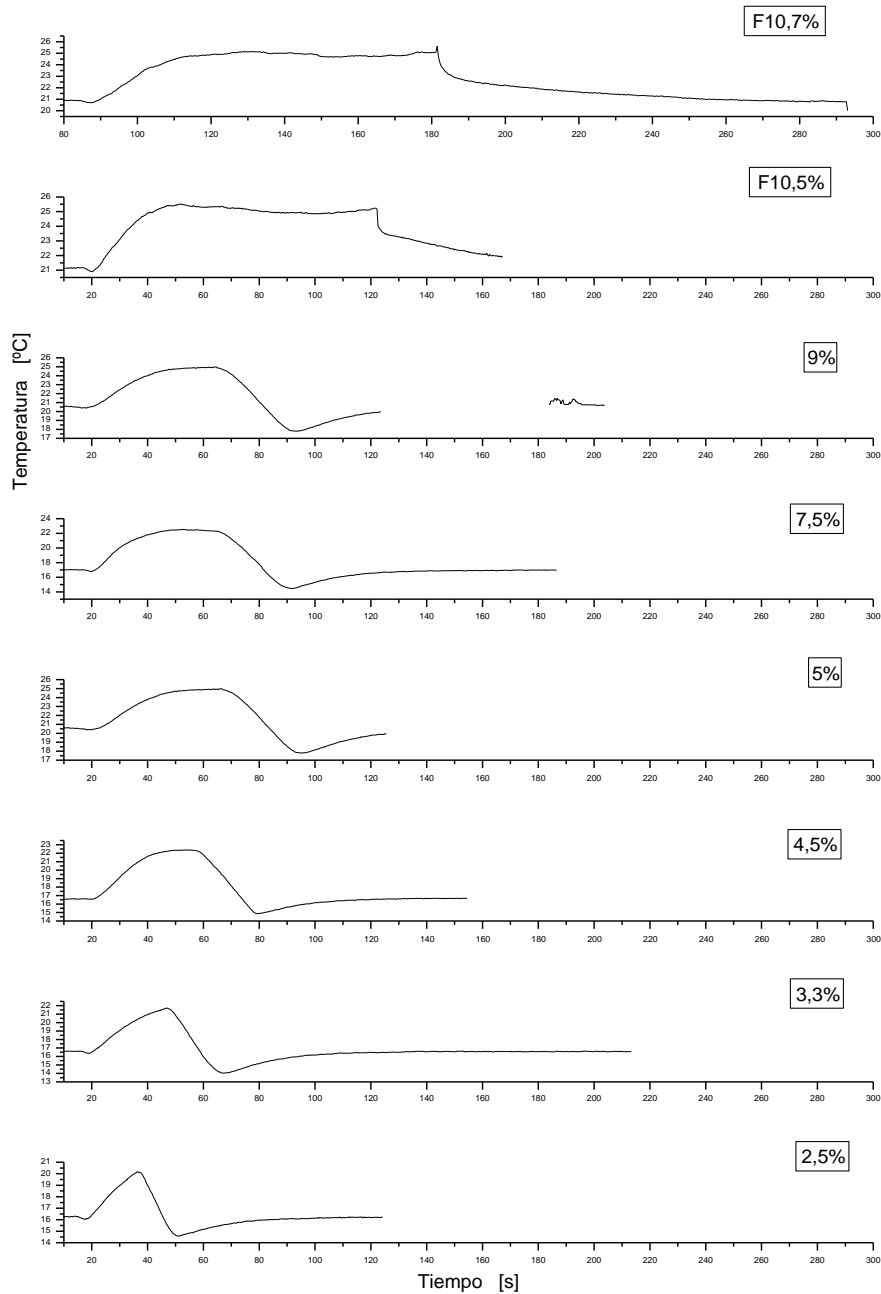


Figura A3.1 Curvas de temperatura versus tiempo para la termocupla ubicada en el centro de la probeta.

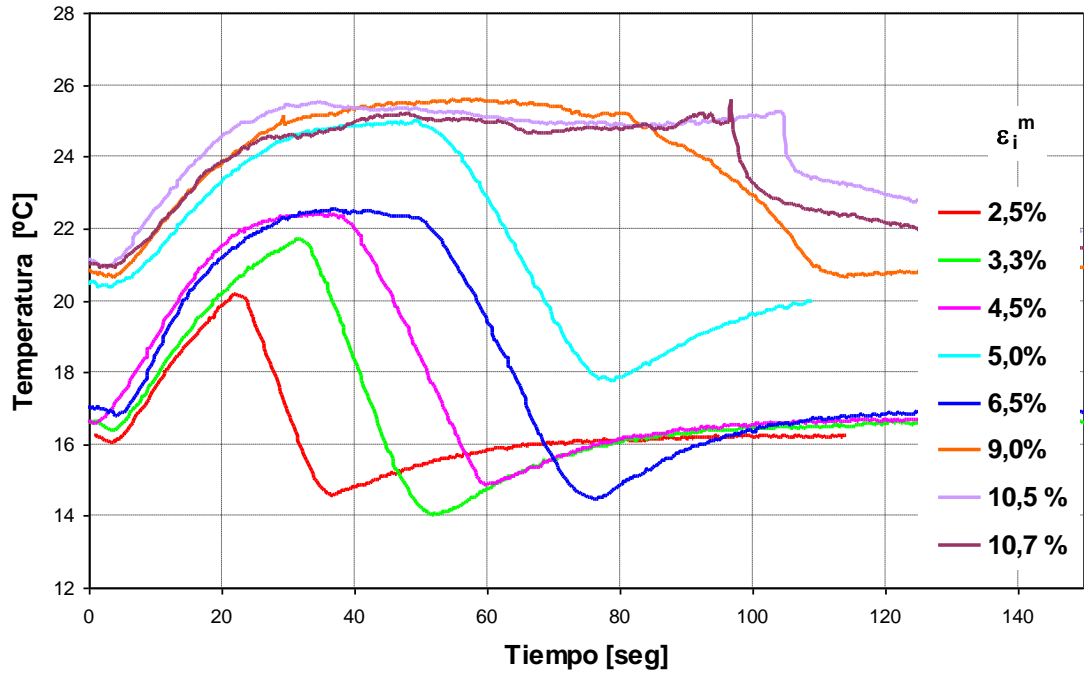


Figura A3.2 Curvas de temperatura versus tiempo para la termocupla ubicada en el centro de la probeta.

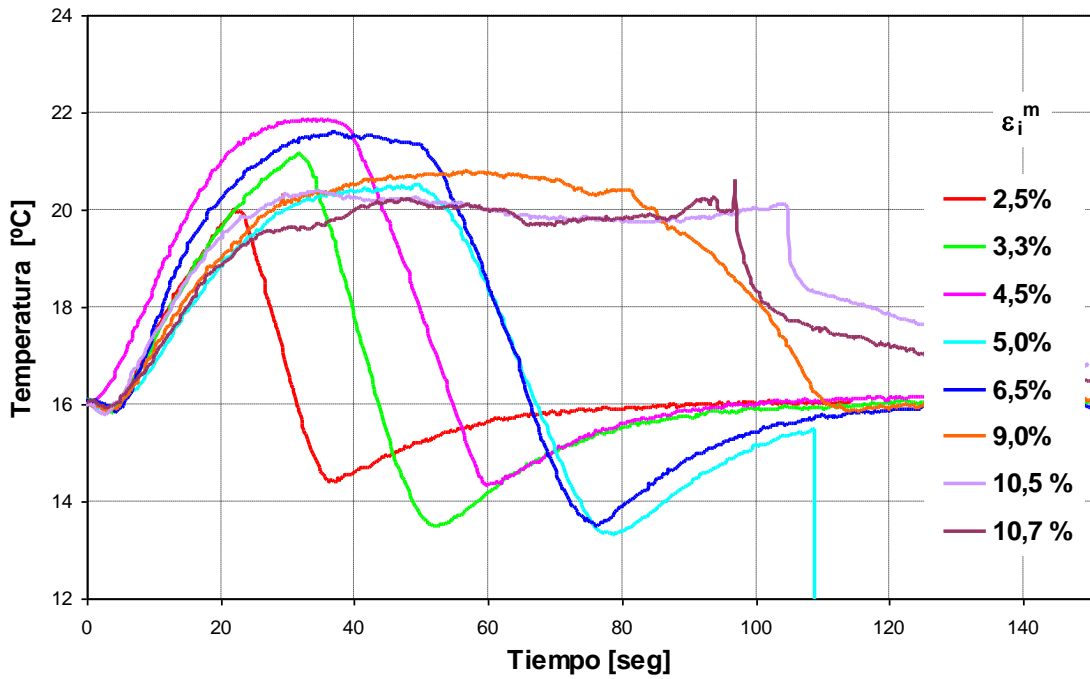


Figura A3.3 Curvas de temperatura versus tiempo para la termocupla ubicada en el centro de la probeta.

# Anexo D

Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , solo en la carga

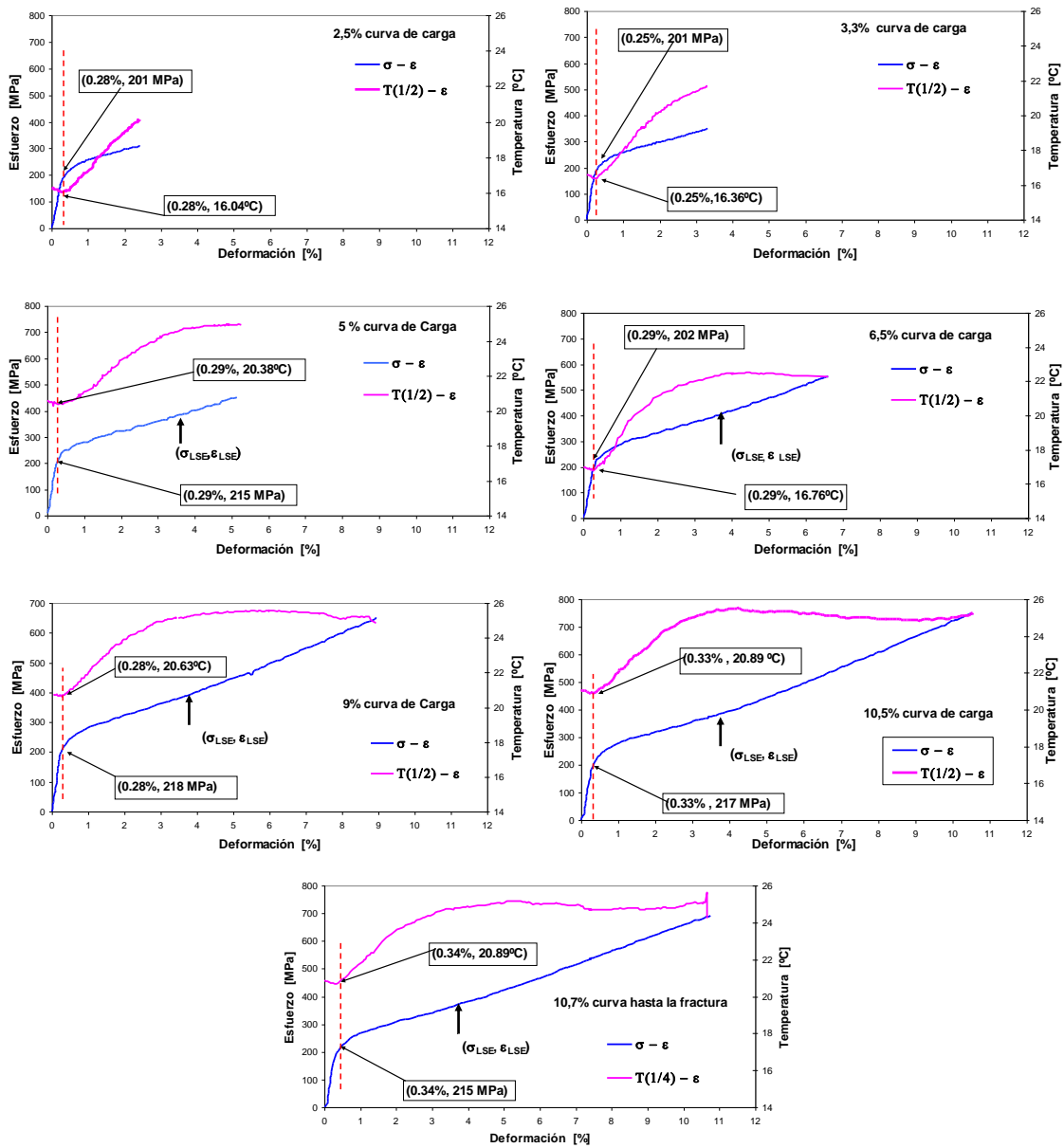


Figura A4.1 Curva de carga para esfuerzo-deformación y temperatura-deformación con  $\epsilon_i^m = 2,5\%, 3,3\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%, 10,5\%$  y  $10,7\%$  para termocupla a  $\frac{1}{2}$ , solo en carga.

# Anexo E

Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$ , solo en la descarga

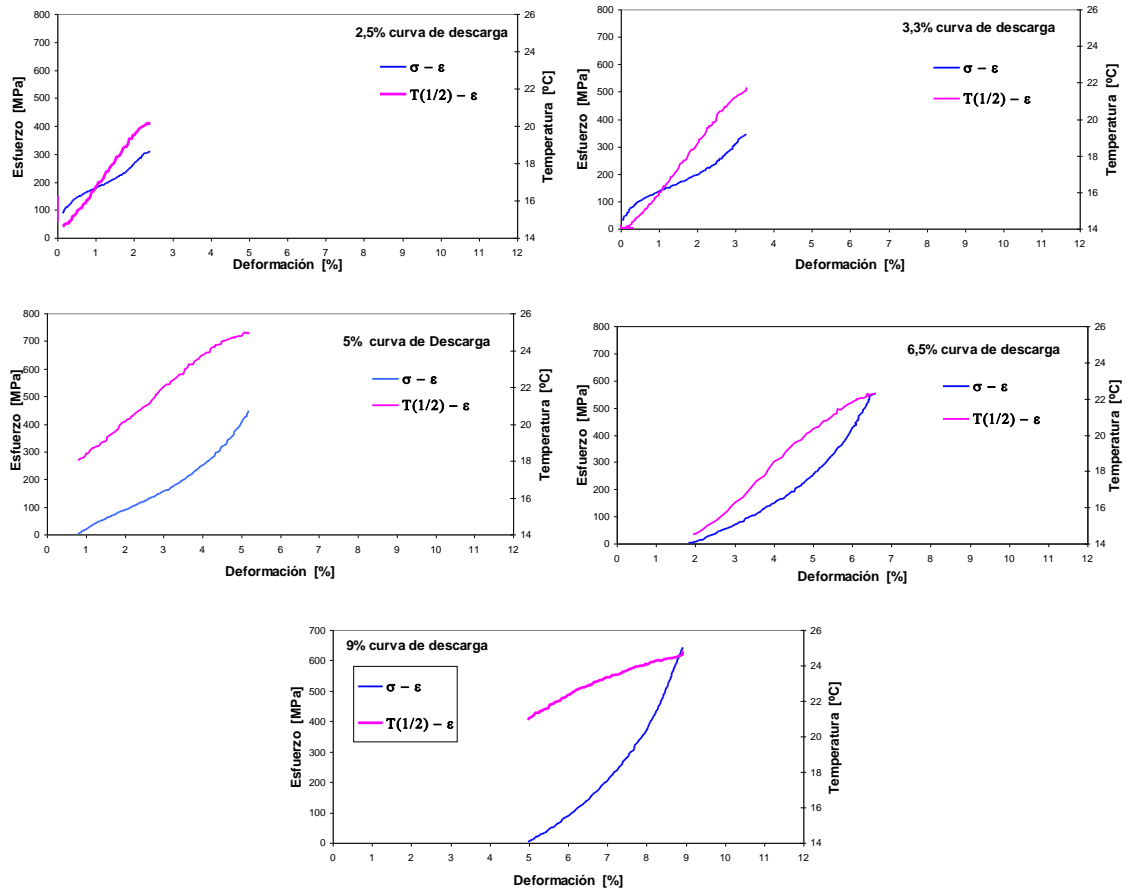


Figura A5.1 Curva de carga para esfuerzo-deformación y temperatura-deformación con  $\epsilon_i^m = 2,5\%, 3,3\%, 5,0\%, 6,5\%, 9,0\%, 10,5\%$  y  $10,7\%$  para termocupla a  $\frac{1}{2}$ , solo en descarga.

# Anexo F

Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$  y  $\frac{1}{4}$  carga y descarga.

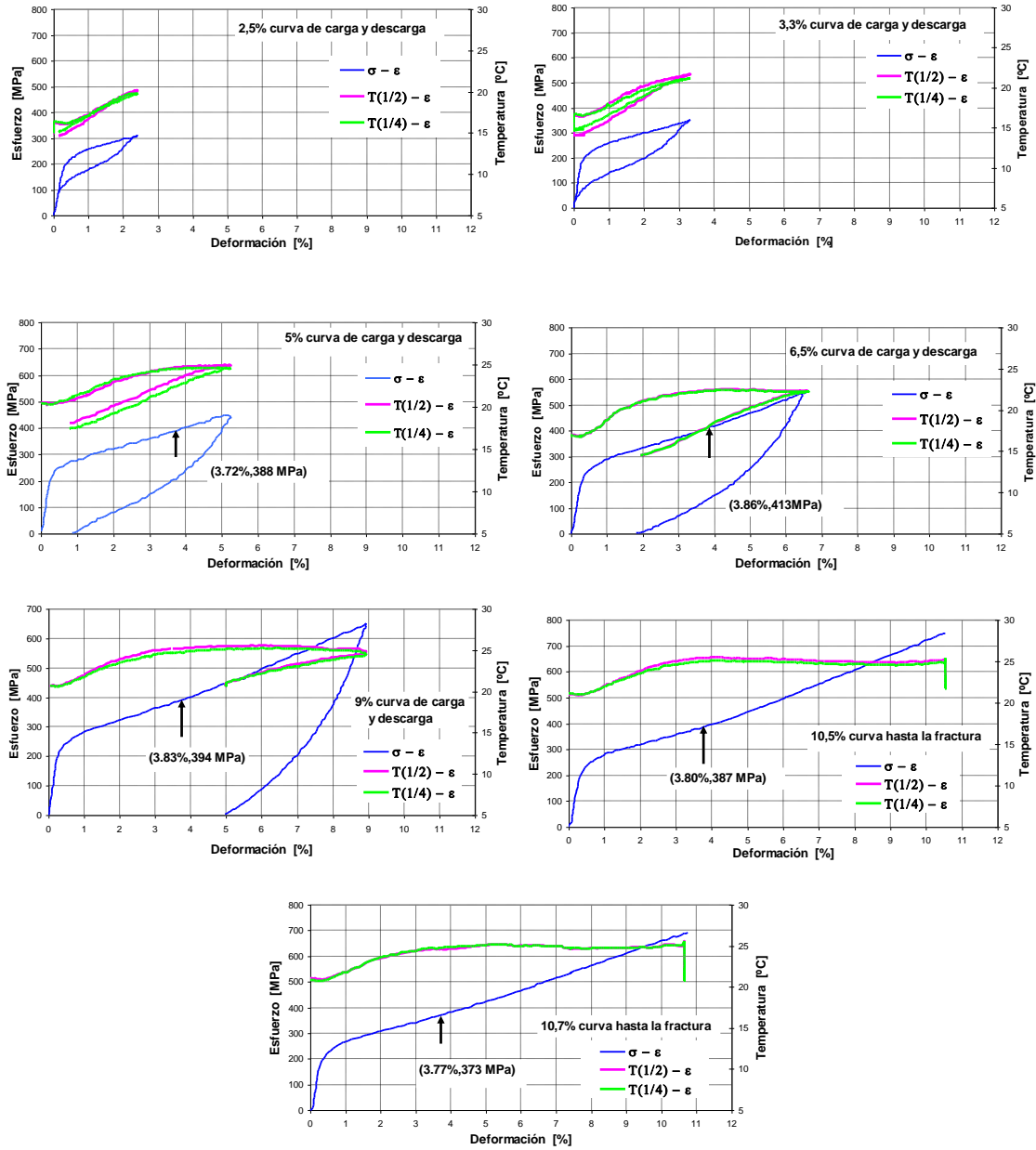


Figura A6.1 Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  y  $T_p$ - $\epsilon$  para  $\epsilon_i^m = 2,5\%$ ,  $3,3\%$ ,  $5,0\%$ ,  $6,5\%$ ,  $9,0\%$ ,  $10,5\%$  y  $10,7\%$  con termocupla a  $\frac{1}{2}$  y  $\frac{1}{4}$ , en carga y descarga.

# Anexo G

Probeta que indican que el amortiguamiento es significativo en el rango post-superalástico. Tomadas de la tesis de Araya y Durán, esta tesis.

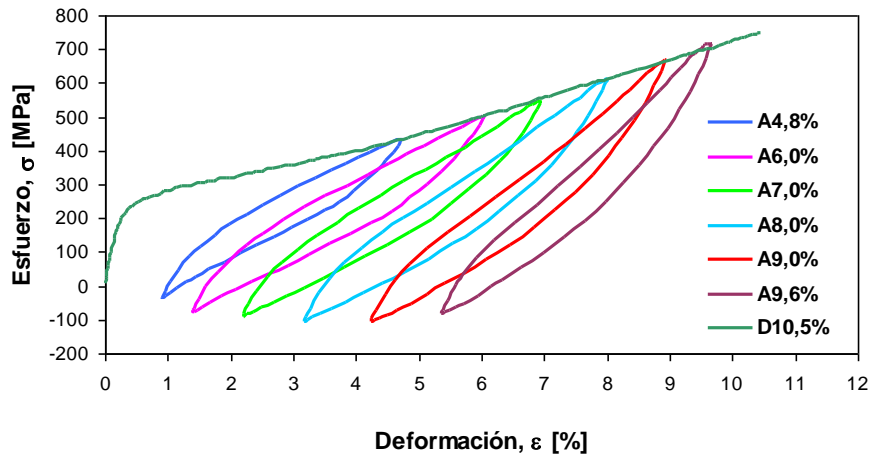


Figura A7.1 Curva de tracción monotónica hasta la fractura y curvas de tracción cíclica hasta distintos niveles de deformación.

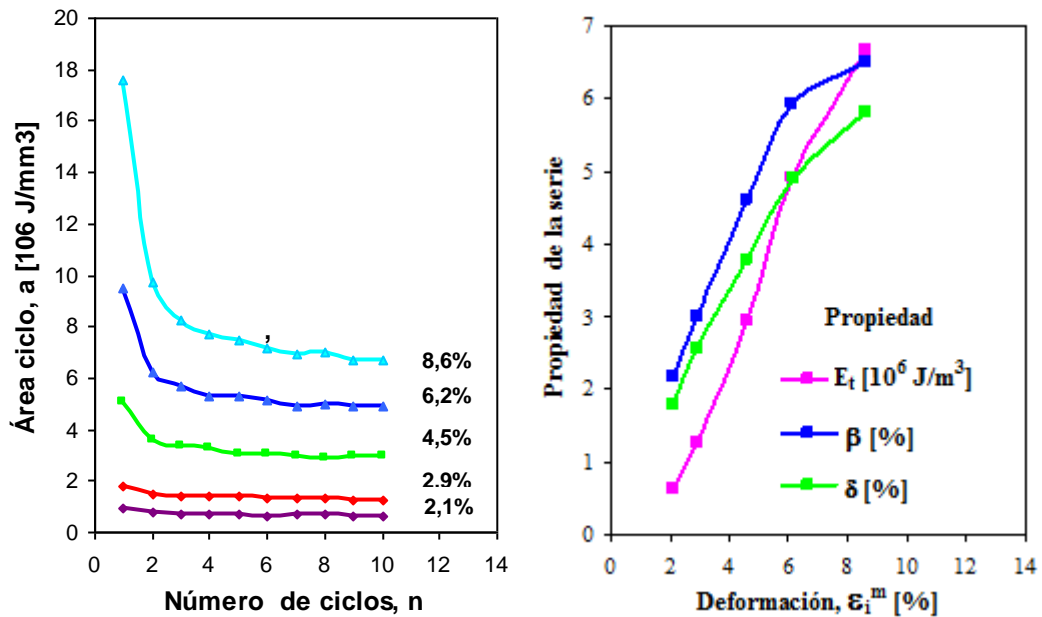


Figura A7.2 a) Área del ciclo de histéresis,  $E_t$ , en función del número de orden de los ciclos de una serie,  $n$ , para distintos valores de  $\epsilon_i^m$ . b) Área del ciclo de histéresis,  $E_t$ , coeficiente de amortiguamiento,  $\beta$ , y amplitud de deformación,  $\delta$ , en función de la máxima deformación impuesta,  $\epsilon_i^m$ , en cada serie de ciclos. Los valores  $E_t$ ,  $\beta$  y  $\delta$  corresponden a promedios calculados sobre los últimos 5 ciclos de cada serie.