



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

EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL Y AMORTIGUAMIENTO
INTERNO EN EL RANGO POST-SUPERELÁSTICO DE UNA
ALEACIÓN DE CU-11,8%p AL-0,5%p BE

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

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

LEONARDO JOSÉ VILLAGRÁN PAREDES

PROFESOR GUÍA:
AQUILES SEPÚLVEDA OSSES

MIEMBRO DE LA COMISIÓN:
MIGUEL IGNAT DELEANU
RODRIGO PALMA HILLERNS

SANTIAGO DE CHILE
2015

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, la aleación utilizada Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be policristalina (producida por Trefimetaux, Francia), 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.

El objetivo general de esta tesis es estudiar el mecanismo microestructural que controla el amortiguamiento interno en el rango post-superelástico de esta aleación, sometida a tracción cíclica a temperatura ambiente.

Se emplearon unas muestras cilíndricas de 3,5 mm de diámetro y probetas planas de 3 mm de espesor. Con estas se realizaron ensayos de tracción (carga-descarga), hasta distintas deformaciones ($\varepsilon_i^m = 0 - 13,9\%$) a temperatura ambiente y a dos velocidades de deformación de 2,5 mm/min y 10 mm/min. Para las cilíndricas durante los ensayos se midió la temperatura superficial de las probetas, T_p . Se determinaron curvas esfuerzo-deformación $\sigma-\varepsilon$ y temperatura-deformación $T_p-\varepsilon$ para un único ciclo de carga-descarga por probeta. Mientras que para las planas durante los ensayos se tomaron micrografías *in-situ*. A muestras deformadas se les aplicó metalografía óptica.

En las curvas $\sigma-\varepsilon$ 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 $E = 80,4$ GPa, esfuerzo de transformación $\sigma_T = 258$ MPa, y esfuerzo de fractura $\sigma_{UTS} = 858$ MPa para una elongación de 13,9%, aproximadamente. Se estableció que la deformación asociada al inicio del RPSE corresponde a $\varepsilon_{LSE} = 4,16\%$, aproximadamente a 440 [MPa].

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 (fvA) es decreciente y la de martensita retenida (fvM) es creciente.

La nanoindentación reflejó que la martensita tiene un módulo elástico y dureza inferiores a los de la austenita, lo que se traduce en un comportamiento más dúctil que ésta última, lo que sirve para explicar varios fenómenos observados en la fractura.

También se observó que el amortiguamiento interno aumenta con la ε_i^m en el RPSE, hasta llegar a un máximo a mediados de este rango. Esto se puede explicar porque, a mayor ε_i^m habrá más martensita y menos austenita, lo que reflejaría una gran influencia en el amortiguamiento interno, dada por la recuperación desde martensita reversible a austenita. Sin embargo, gracias a las observaciones *in-situ* en muestras cargadas con esfuerzos fue posible observar que siempre se mantiene un 30% de martensita reversible, lo que explicaría la existencia de amortiguamiento interno hasta niveles de 14% de deformación.

DEDICATORIA

A mis padres y hermanos

AGRADECIMIENTOS

Agradezco en primer lugar a mis padres, quienes han hecho posible que me encuentre terminando mi carrera, gracias a su apoyo, guía, cariño, etc. Les estaré siempre en deuda por todo lo que han hecho por mí y seguramente seguirán haciendo. Gracias también a mis hermanos, que siempre han estado ahí para mí a lo largo de toda mi vida para acompañarme en los buenos momentos y apoyarme en los malos. Gracias a los gemelos que me ayudaban cuando no entendía cosas en el colegio y hasta en la universidad, en especial al Francis que fue un gran apoyo en la realización de este trabajo.

Agradezco también a mis profesores del Departamento de Ingeniería Mecánica por ser tan preocupados y cercanos, en especial a Aquiles Sepúlveda por darme la posibilidad de realizar esta tesis y por contar siempre con su apoyo y preocupación para cualquier duda o discusión sobre temas de este estudio. Gracias a Miguel Ignat por ser un gran profesor y amigo, gracias por ayudarme en llevar a cabo experiencias para la realización de este trabajo. Agradezco también a Rodrigo Palma por aceptar ser parte de esta comisión evaluadora.

Agradezco también a todos los que hicieron posible la realización de esta tesis, como Christian Nievas que me ayudó con la realización del SEM, Hugo Barrera que siempre tuvo la mejor disposición para ayudarme en la preparación metalográfica de las muestras, a Paulina Quevedo por ayudarme en la preparación metalográfica de muestras y por la realización de los tratamientos térmicos, a William Gacitúa y Paulina Valenzuela de la Universidad del Bío-Bío por ayudarme en la realización de nanoindentación, al Instituto de Investigaciones y Control del Ejército (IDIC), en especial a Sergio Herrera, quien me ayudó con la realización de la tracción de probetas y finalmente a Rodrigo Espinoza por ayudarme a intentar la realización de TEM.

Agradezco a Maricarmen y a la Kenita por estar siempre dispuestas a ayudarme para lo que necesitase, a lo largo de estos 6 años que he estado en el departamento. Muchas gracias por su buena disposición y buena onda que siempre nos alegra a todos los que deambulamos por el departamento. Gracias al resto de funcionarios del departamento con todos los cuales tuve la oportunidad de conocer y realizar diferentes actividades a lo largo de este tiempo. Gracias también a los del taller Molina, ya que siempre tuvieron la mejor disposición para ayudar en lo que necesitase, tanto para cosas académicas como para recreación.

Gracias a mis primeros amigos de la u en plan común, como cheketere, pepe, emilio, la pollo, cami, tania, verbo, manu y lais, quienes fueron los responsables de hacer muy feliz mi paso por este proceso, en especial al Alf que siempre ha sido un gran amigo y un apoyo hasta el día de hoy.

Gracias a mis amigos de mecánica, nati, pipe, vale, lore, benja, richard, kenneth, tomás, entre otros, por ser parte de mis mejores momentos en la universidad, han sido y siguen siendo un gran grupo de amigos y espero que no nos distanciamos en el futuro.

Agradecimientos especiales para la nati, que fue mi compañera, amiga y polola a lo largo de todo este recorrido en el departamento de mecánica. Muchas gracias por el apoyo y la ayuda a lo largo de todo este camino. Te estaré siempre agradecido por todos los momentos que hemos pasado juntos.

TABLA DE CONTENIDO

Resumen	i
Dedicatoria.....	ii
Agradecimientos.....	iii
Tabla de contenido.....	iv
Índice de tablas	vi
Índice de Figuras	vii
Simbología.....	xii
1. Introducción	1
1.1. Objetivos.....	2
1.1.1. Objetivo general	2
1.1.2. Objetivos específicos.....	2
2. Antecedentes	3
2.1. Aleaciones con memoria de forma	3
2.1.1. Nivel microscópico.....	6
2.1.2. Nivel macroscópico	9
2.1.3. Martensita inducida por esfuerzos, Superelasticidad	11
2.1.4. Temperatura en un gráfico tensión-deformación.....	11
2.1.5. Consideraciones de composición de la aleación CuAlBe	13
2.1.6. Descripción tensión-deformación.....	14
2.2. Parámetros de las curvas de tracción	16
2.3. Amortiguación	18
2.4. Estructura cristalina	18
2.4.1. Estructura austenita.....	21
2.4.2. Estructura martensita	23
2.5. Defectos estructurales	23
2.5.1. Defectos puntuales.....	24
2.5.2. Defectos bidimensionales	24
2.5.3. Defectos superficiales.....	26
2.6. Aleación Cu-Al-Be	27
2.6.1. Características microestructurales de algunas aleaciones de Cu-Al-Be.....	27
2.6.2. Propiedades microestructurales de algunas aleaciones de Cu	30
2.7. Efecto de la velocidad de deformación en aleaciones superelásticas	31
2.8. Técnicas experimentales	33
2.8.1. SEM.....	33

2.8.2.	Tratamiento térmico	36
2.8.3.	Nanoindentación.....	36
3.	Metodología	43
3.1.	Materiales disponibles	43
3.2.	Plan de trabajo	45
3.3.	Preparación de probetas	46
3.3.1.	Probetas planas	46
3.3.2.	Probetas cilíndricas.....	48
3.4.	Microscopía óptica.....	52
3.5.	Ensayos de tracción con microscopía in-situ.....	53
3.6.	Ensayos de tracción de probetas cilíndricas con medición de temperatura in-situ.....	54
3.7.	Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	56
3.8.	Tratamientos Térmicos	57
3.9.	Nanoindentación	58
4.	Resultados y discusiones.....	61
4.1.	Ensayos de tracción	61
4.1.1.	Probetas planas	61
4.1.2.	Probetas cilíndricas.....	65
4.2.	Microscopía óptica.....	89
4.2.1.	Probetas planas	89
4.2.2.	Probetas cilíndricas.....	110
4.3.	Tratamientos térmicos.....	110
4.4.	Nanoindentación	116
4.4.1.	Muestras de 0%	116
4.4.2.	Muestras de 10,5%	120
4.4.3.	Comparación de ambas.....	123
4.5.	SEM	124
5.	Conclusiones	131
6.	Trabajos futuros.....	133
7.	Bibliografía.....	134
	Anexo A – Programa Matlab.....	136
	Anexo B – Datasheet DataLogger	141

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1: Descripción de fases de interés en la aleación Cu-11,8%p.Al.....	28
Tabla 2-2: Designación de estructuras cristalinas Strukturbericht	29
Tabla 2-3: Valores de parámetros para algunos nanoindentadores.	38
Tabla 3-1: Pedazos disponibles de la Tesis de A. Durán.....	44
Tabla 3-2: Programa planificado para nanoindentación.....	59
Tabla 4-1: Parámetros mecánicos de las probetas.....	71
Tabla 4-2: Parámetros de recuperación, de límite superelástico y pendientes del RSE y RPSE (M1 y M2 respectivamente).	72
Tabla 4-3: Valores de temperatura para distintos puntos representativos.	81
Tabla 4-4: Valores de esfuerzo y deformación para cada una de las detenciones en A1.....	90
Tabla 4-5: Valores de esfuerzo y deformación para cada una de las detenciones en A2.....	93
Tabla 4-6: Valores de esfuerzo y deformación para cada una de las detenciones en B1, primera parte.	97
Tabla 4-7: Valores de esfuerzo y deformación para cada una de las detenciones en B1, segunda parte.	101
Tabla 4-8: Valores de esfuerzo y deformación para cada una de las detenciones en B2.....	106
Tabla 4-9: Resultados del tratamiento térmico.....	111

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2-1: Transformación de fase (a) por enfriamiento rápido desde β estable y (b) por calentamiento rápido desde martensita.	3
Figura 2-2: Transformación de fase martensítica en ausencia de tensiones. [2]	4
Figura 2-3: Comportamiento superelástico. En el rango post-superelástico la aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be presenta una histéresis importante.	4
Figura 2-4: Diagrama de comportamiento del efecto memoria de forma (EMF).	5
Figura 2-5: Esquema de las AMF.	6
Figura 2-6: Esquema de la transformación martensítica.	7
Figura 2-7: Evolución esquemática en dos dimensiones, de la transformación de austenita a martensita.	7
Figura 2-8: Mecanismos de desplazamiento a la forma Martensítica. En deslizamiento (medio), la microestructura es dañada irreversiblemente. En el caso de maclado (derecha) la acomodación es reversible, pero no se pueden alcanzar cambios de volumen sustanciales. [1]	8
Figura 2-9: Energía libre de gibbs según la temperatura.	9
Figura 2-10: Resistencia Eléctrica, Cambio en la Longitud y Cambio en el Volumen en función de la Temperatura para la Martensita y Austenita. La fase madre (austenita) se representa por un retículo cuadrado, y la martensita por un rombo.	10
Figura 2-11: Diferentes consideraciones para el diagrama crítico tensión-temperatura para la variación de las temperaturas de transformación con la tensión.	12
Figura 2-12: curvas de esfuerzo-deformación de un material superelástico a diferentes temperaturas.....	13
Figura 2-13: Sistema ternario Cu-Al-Be.	14
Figura 2-14: Ciclo de histéresis de un material con ES.....	15
Figura 2-15: Curva Esfuerzo-Deformación ideal de un material superelástico.	15
Figura 2-16: Parámetros de una curva monotónica.	16
Figura 2-17: Parámetros de curva cíclica.	17
Figura 2-18: Áreas representativas del ciclo.	18
Figura 2-19: Celda primitiva de una cúbica centrada en las caras.	19
Figura 2-20: Celdas unitarias de las redes de bravais.....	20
Figura 2-21: Estructura DO3.	22
Figura 2-22: Estructura cristalina de la fase austenita de la aleación CuAlBe.....	22
Figura 2-23: Variantes de la estructura martensita 18R.	23
Figura 2-24: Defectos puntuales.....	24
Figura 2-25: Defectos bidimensionales, a) dislocación de tornillo, b) Dislocación de borde y c) Dislocación de acoplo.....	25
Figura 2-26: Defectos de apilamiento.	25
Figura 2-27: Esquema twins.	26
Figura 2-28: Defecto de deslizamiento.....	26
Figura 2-29: Diagrama de fases CuAl, en el rango de inter es. ASM International (1978)	27
Figura 2-30: Diagrama de fases del CuBe. ASM International (1978)	28
Figura 2-31: Diferentes orígenes para las heterogeneidades observadas en aleación con memoria de forma. (a) Heterogeneidades extrínsecas generadas por condiciones de borde térmicas y factores geométricos. (b) Heterogeneidades intrínsecas originadas por el calor latente de las transformaciones. ENTEMEYER et al. (2000).....	31
Figura 2-32: El efecto exotérmico de la transformación martensítica en aleaciones con memoria de forma durante la carga a temperatura <i>Text</i> . incrementa la temperatura del material y por lo	

tanto se requiere un esfuerzo mayor para finalizar la transformación. Las curvas esfuerzo-deformación en condiciones (a) isotérmica y (b) adiabática son los límites mínimos y máximos para la curva real. ENTEMEYER et al. (2000).	32
Figura 2-33: Sección transversal esquemática de un microscopio electrónico de barrido.	34
Figura 2-34: Origen y detección de señales de datos (Handbook Metals).	35
Figura 2-35: Esquema de proceso de medición de dureza.	36
Figura 2-36: Tipos de punta para nanoindentadores.	37
Figura 2-37: Esquema de curvas para un material elástico y otro plástico.	38
Figura 2-38: Curva típica para un material elasto-plástico.	39
Figura 2-39: Esquema de la superficie en distintos puntos del ensayo.	40
Figura 2-40: Parámetros de una curva de nanoindentación.	41
Figura 3-1: Denominación de las probetas planas.	43
Figura 3-2: Esquema de las probetas planas.	44
Figura 3-3: Lijas utilizadas en el proceso de pulido.	46
Figura 3-4: Máquina para pulir con discos de lija al agua.	46
Figura 3-5: Polvos de alúmina utilizados.	47
Figura 3-6: Máquina para pulir con paños y polvos de alúmina.	47
Figura 3-7: Microscopio ubicado en el taller de Molina.	48
Figura 3-8: Máquina de corte por disco.	48
Figura 3-9: Proceso de pulido para TEM.	49
Figura 3-10: Servo-Met.	49
Figura 3-11: Variación del espesor en una cuña (a) lámina delgada (b) lámina.	50
Figura 3-12: Variación de la zona delgada con respecto al espesor.	50
Figura 3-13: Montaje de láminas al porta muestra.	51
Figura 3-14: Equipo de electropulido TenuPol-5.	51
Figura 3-15: Métodos para la medición del tamaño de grano.	53
Figura 3-16: Método de análisis puntual para la fracción de fase.	53
Figura 3-17: Equipo de tracción con microscopía in-situ.	54
Figura 3-18: Posicionamiento de la probeta con las termocuplas y el extensómetro correspondiente en la máquina de tracción Instron del IDIC.	55
Figura 3-19: Cable RJ11-RS232-USB.	55
Figura 3-20: Datalogger cole-parmer de 12 canales.	55
Figura 3-21: Disposición final de todos los equipos para el ensayo.	56
Figura 3-22: C. Nievas utilizando el SEM.	57
Figura 3-23: Horno Nabertherm 30-3000°C.	58
Figura 3-24: Porta muestras con los trozos a tratar y control de temperatura interna del horno con una termocupla externa.	58
Figura 3-25: nanoindentador Triboscope Hysitron Nanomechanical test Instrument.	59
Figura 3-26: Visualización de un "Test 1" en la computadora.	60
Figura 4-1: Curva de esfuerzo-deformación para la probeta A1.	62
Figura 4-2: Curva de esfuerzo-deformación para la probeta A2.	62
Figura 4-3: Curva de esfuerzo-deformación para la probeta B1.	63
Figura 4-4: Curva de esfuerzo-deformación para la probeta B2.	63
Figura 4-5: Curva de esfuerzo-deformación para la probeta C1.	64
Figura 4-6: Curvas de esfuerzo-deformación para todas las probetas planas.	64
Figura 4-7: Curva de esfuerzo-deformación hasta un 4% sin medición de temperatura.	65
Figura 4-8: Curva de esfuerzo-deformación hasta un 4% con medición de temperatura.	65
Figura 4-9: Curva de esfuerzo-deformación hasta un 9,5% con medición de temperatura.	66

Figura 4-10: Curva de esfuerzo-deformación hasta un 13,7% con medición de temperatura.....	66
Figura 4-11: Curva de esfuerzo-deformación hasta un 13,9% con medición de temperatura.....	66
Figura 4-12: Curvas de esfuerzo-deformación para todas las probetas cilíndricas.	67
Figura 4-13: Curvas de esfuerzo-deformación de varias probetas realizadas en la tesis de A. Durán, R. Araya y esta (L.V.).	67
Figura 4-14: Parametros mecánicos para una probeta de 4% de deformación impuesta.	68
Figura 4-15: Parametros mecánicos para una probeta de 4% de deformación impuesta.	69
Figura 4-16: Parametros mecánicos para una probeta de 9,5% de deformación impuesta.	69
Figura 4-17: Parametros mecánicos para una probeta de 13,7% de deformación impuesta.	70
Figura 4-18: Parametros mecánicos para una probeta de 13,9% de deformación impuesta.	70
Figura 4-19: Deformación remanente en función de la deformación máxima impuesta.	71
Figura 4-20: Módulo de young para carga (E(A)) y descarga (E(d)) para diferentes deformaciones máximas impuestas.....	72
Figura 4-21: Niveles de recuperación de la deformación para distintos niveles de elongación....	73
Figura 4-22: Predicción de descargas.....	74
Figura 4-23: Ensayo cíclico para el estudio del amortiguamiento interno de la aleación.	75
Figura 4-24: Amortiguamiento interno a distintas deformaciones impuestas.....	76
Figura 4-25: Amortiguamiento interno calculado para las probetas planas A2 y B1.....	76
Figura 4-26: Amortiguamiento interno calculado tanto en probetas cilíndricas como planas.	77
Figura 4-27: Esquema de la curva temperatura-tiempo en un ensayo monotónico. a) Sin fractura. B) con fractura.	78
Figura 4-28: Disposición de las termocuplas en la probeta.....	79
Figura 4-29: Curvas de temperatura vs tiempo para un ensayo monotónico a un 4% de deformación máxima impuesta.....	79
Figura 4-30: Curvas de temperatura vs tiempo para un ensayo monotónico a un 9,5% de deformación máxima impuesta.....	80
Figura 4-31: Curvas de temperatura vs tiempo para un ensayo monotónico a un 13,72% de deformación máxima impuesta.....	80
Figura 4-32: Curvas de temperatura vs tiempo para un ensayo monotónico a un 13,9% de deformación máxima impuesta.....	81
Figura 4-33: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 4% de deformación máxima impuesta, en función del tiempo.....	82
Figura 4-34: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 9,5% de deformación máxima impuesta, en función del tiempo.....	82
Figura 4-35: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 13,72% de deformación máxima impuesta, en función del tiempo.....	83
Figura 4-36: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 13,9% de deformación máxima impuesta, en función del tiempo.....	83
Figura 4-37: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 4% de deformación máxima impuesta, en función de la deformación.....	84
Figura 4-38: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 9,5% de deformación máxima impuesta, en función de la deformación.....	84
Figura 4-39: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 13,72% de deformación máxima impuesta, en función de la deformación.....	85
Figura 4-40: Valores de temperatura junto a los de esfuerzos para el ensayo de 13,9% de deformación máxima impuesta, en función de la deformación.....	85
Figura 4-41: Variación de la temperatura por deformación.	87

Figura 4-42: Esfuerzo y temperatura para un ciclo del 6,3% en ciclaje para medir amortiguamiento interno.....	88
Figura 4-43: Esfuerzo y temperatura en función del tiempo para un ciclo del 6,3%.....	88
Figura 4-44: Granulometría de probetas planas.....	89
Figura 4-45: Puntos desde los cuales se obtuvieron imágenes de la probeta A1.....	90
Figura 4-46: M.O. in-situ para distintas deformaciones en la probeta A1.....	91
Figura 4-47: M.O. in-situ después de la fractura en la probeta A1.....	92
Figura 4-48: Puntos desde los cuales se obtuvieron imágenes de la probeta A2.....	93
Figura 4-49: M.O. para los puntos 1, 2 y 3 de la probeta A2.....	94
Figura 4-50: M.O. para los puntos 4, 5 y 6 de la probeta A2.....	95
Figura 4-51: M.O. para los puntos 7, 8 y 9 de la probeta A2.....	96
Figura 4-52: Puntos desde los cuales se obtuvieron imágenes de la probeta B1, primera parte...	97
Figura 4-53: M.O. para los puntos 1, 2 y 3 de la primera parte de la probeta B1.....	98
Figura 4-54: M.O. para los puntos 4, 5 y 6 de la primera parte de la probeta B1.....	99
Figura 4-55: M.O. para los puntos 7, 8 y 9 de la primera parte de la probeta B1.....	100
Figura 4-56: Puntos desde los cuales se obtuvieron imágenes de la probeta B1, segunda parte.	101
Figura 4-57: M.O. para los puntos 1, 2 y 3 de la segunda parte de la probeta B1.....	102
Figura 4-58: M.O. para los puntos 4, 5 y 6 de la segunda parte de la probeta B1.....	103
Figura 4-59: M.O. para los puntos 7, 8 y 9 de la segunda parte de la probeta B1.....	104
Figura 4-60: M.O. para los puntos 10 y 11 de la segunda parte de la probeta B1.....	105
Figura 4-61: Imágenes de la probeta previas a ser ensayada (0% deformación).....	105
Figura 4-62: Puntos desde los cuales se obtuvieron imágenes de la probeta B2.....	106
Figura 4-63: M.O. para los puntos 1, 2, 3, 4, 5 y 6 de la probeta B2.....	107
Figura 4-64: M.O. para los puntos 7, 8, 9 y 10 de la probeta B2.....	108
Figura 4-65: M.O. para los puntos 11, 12, 13, 14, 15, 16 y 17 de la probeta B2, de la secuencia justo 10 segundos antes de la fractura.....	109
Figura 4-66: Granulometría de probetas cilíndricas.....	110
Figura 4-67: Esquema de las distancias medidas y calculadas para los TT.....	111
Figura 4-68: Imágenes para distintos estados de deformación y tratamientos térmicos. 1) Sin deformación, 2) A un 4% def., 3) A un 9,5% def., 4) A un 13,7% def., 5) 4% def. con TT, 6) 9,5% def. con TT, 7) 13,7% def. con TT.....	112
Figura 4-69: Porcentaje de recuperación de la muestra después de haberse sometido a TT.....	113
Figura 4-70: Tamaño de grano de las muestras. 1) Sin deformación, 2) A un 4% def., 3) A un 9,5% def., 4) A un 13,7% def., 5) 4% def. con TT, 6) 9,5% def. con TT, 7) 13,7% def. con TT.....	113
Figura 4-71: Fracción volumétrica de austenita para distintas deformaciones impuestas.....	114
Figura 4-72: Fracción volumétrica de austenita a medida que aumenta la deformación impuesta.....	114
Figura 4-73: Fracción volumétrica de austenita tanto en carga como en descarga para un ensayo cíclico.....	115
Figura 4-74: Comparación de resultados de fracción volumétrica anteriores con las observadas en probetas cargadas.....	115
Figura 4-75: Área de contacto a medida que se inserta la punta del indentador.....	116
Figura 4-76: Secuencia de la realización de la nanoindentación, para distintos niveles de fuerza. 1º) 400 μ N, 2º) 2000 μ N, 3º) 4000 μ N.....	116
Figura 4-77: Curvas típicas para un material superelástico.....	117
Figura 4-78: Todos los ensayos a 400 μ N.....	117
Figura 4-79: Todos los ensayos a 2000 μ N.....	118

Figura 4-80: Todos los ensayos a 4000 μN	118
Figura 4-81: Módulo elástico para muestras sin deformación.	119
Figura 4-82: Nanodureza en muestra sin deformación.....	119
Figura 4-83: Resumen del módulo de Young y nanodureza para una muestra sin deformación.	120
Figura 4-84: Distancia de recuperación de la probeta una vez que se suelta la carga.....	120
Figura 4-85: Microscopía óptica de muestras nanoindentadas a 2000 μN con un 10,5% de deformación.....	121
Figura 4-86: Todos los ensayos realizados a 2000 μN para una muestra previamente deformada hasta un 10,5%.....	121
Figura 4-87: Resultados del módulo elástico y dureza para una muestra deformada previamente hasta un 10,5%.....	122
Figura 4-88: Distancia que se recupera la muestra.....	122
Figura 4-89: Módulos elásticos y durezas para ambas muestras.....	123
Figura 4-90: Comparación de la distancia de recuperación para ambas muestras.	123
Figura 4-91: Comparación de ensayos representativos para ambas muestras.....	124
Figura 4-92: Superficie de fractura de una probeta plana, en la imagen de la derecha es posible apreciar hoyuelos que se mantienen unidos por bandas de martensita.....	125
Figura 4-93: Esquema de la formación de hoyuelos en la superficie de fractura de la aleación.	125
Figura 4-94: Superficie lateral de la muestra sobre atacada químicamente.	126
Figura 4-95: Esquema de creación de hoyuelos debido al sistema bifásico.....	127
Figura 4-96: Superficies planas con moderada curvatura, con líneas paralelas.	128
Figura 4-97: Esquema de la formación de las terrazas.....	128
Figura 4-98: Superficie de fractura en que se aprecian las placas paralelas fracturadas.....	129
Figura 4-99: Grietas secundarias formadas por clivaje.	129
Figura 4-100: Esquema de la fractura por clivaje entre placas de martensita paralelas.....	130
Figura 4-101: Superficie de fractura y fractura por borde de grano (FBG)	130

SIMBOLOGÍA

AMF:	Aleación con memoria de forma.
A_t :	Área bajo la curva de tracción del ciclo.
A_s :	Área bajo la recta secante del ciclo.
A_d :	Área del ciclo.
DSC	Calorimetría diferencial de barrido.
bcc:	Cúbica centrada en el cuerpo.
ccf:	Cúbica centrada en las caras.
ϵ_{UTS} :	Deformación a la fractura.
ϵ_T :	Deformación de transformación o de fluencia.
ϵ_{el} :	Deformación elástica que tiene la curva
ϵ_{ls} :	Deformación máxima del ciclo.
ϵ_i^m :	Deformación máxima impuesta.
ϵ_r :	Deformación remanente en la probeta una vez descargada.
ϵ_{total} :	Deformación total del ciclo desde el comienzo hasta la máxima def. impuesta.
S_{n-1} :	Desviación estándar del tamaño de grano promedio.
EMF:	Efecto de memoria de forma.
ES:	Efecto de superelasticidad.
G:	Energía libre de Gibbs.
σ_{LSE} :	Es el esfuerzo al cual se alcanza el límite superelástico.
ϵ_{LSE} :	Es la deformación a la cual se alcanza el límite superelástico.
ϵ_{app} :	Es la diferencia entre la deformación total y la elástica.
σ_{UTS} :	Esfuerzo a la fractura. (<i>o</i> S_{UTS})
σ_t :	Esfuerzo de transformación o de fluencia. (<i>o</i> S_T)
σ_s :	Esfuerzo donde comienza la transformación martensítica. (<i>o</i> S_S)
σ_{ls} :	Esfuerzo máximo del ciclo. (<i>o</i> S_{ls})
ξ_{Chopra} :	Factor de amortiguamiento de Chopra.
$\xi_{DesRoches}$:	Factor de amortiguamiento de DesRoches.
fvA	Fracción volumétrica de Austenita.
fvM	Fracción volumétrica de Martensita.
FBG	Fractura por borde de grano.
FIG	Fractura por dentro del grano.
C	Grietas por clivaje.
HA	Hoyuelos Alineados.
H	Hoyuelos.
I.C.:	Intervalo de confianza.
MIF:	Martensita inducida por esfuerzos.
SIM:	Martensita inducida por tensión.
MLI:	Método de la línea interceptada.
SEM	Microscopía electrónica de barrido.
TEM	Microscopía electrónica de transmisión.

M.O.	Microscopía óptica.
E:	Módulo de Young
E(A):	Módulo de Young o elástico para la zona de carga.
E(d):	Módulo de Young o elástico para la zona de descarga.
P:	Pendiente del Plateau.
M2	Pendiente del rango post-superelástico.
M1	Pendiente del rango superelástico.
PPF	Placas paralelas fracturadas.
RPSE	Rango post-superelástico.
RSE	Rango superelástico.
R:	Rigidez secante del ciclo.
SE	Superelástico.
S	Superficies planas.
\bar{d} :	Tamaño de grano promedio.
d :	Tamaño de grano.
A_s :	Temperatura a la cual comienza a formarse austenita.
M_s :	Temperatura a la cual comienza a formarse martensita.
A_f :	Temperatura a la cual termina la formación de austenita.
M_f :	Temperatura a la cual termina la formación de martensita.
M_d :	Temperatura máxima a la cual la transformación martensítica se puede inducir por aplicación de esfuerzos.
TM:	Transformación martensítica.

1. INTRODUCCIÓN

Una Aleación con Memoria de Forma (AMF) presenta dos tipos de efectos al aplicársele esfuerzos, en distintos rangos de temperatura: el efecto superelástico (ES), que es aquel de nuestro interés, y el efecto de memoria de forma (EMF). 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 β , de alta simetría, y una fase metaestable, martensita, de baja simetría.

La forma más conocida de inducir esta transformación es por cambio de temperatura; tal es el caso del temple martensítico de los aceros. Sin embargo, estrictamente, ella puede ser inducida por temperatura o por esfuerzos; justamente, en las aleaciones AMF dicha transformación es muy sensible a las dos variables mencionadas.

La transformación austenita-martensita se caracteriza por varias temperaturas de interés, las que dependen principalmente de la composición de la aleación. Al enfriar rápidamente, desde un rango de temperatura alta 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 suficientemente rápido 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, una fase siempre metaestable, el enfriamiento tiene que ser necesariamente rápido, para evitar la aparición de las fases de equilibrio.

De esta manera, a 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 (estrictamente, casi reversible) inducido por esfuerzo, para cargas mayores al límite elástico clásico y menores al límite superelástico, se nota que al retirar la carga, el material recupera su forma. Además, bajo condiciones superelásticas en el proceso de carga descarga se aprecia un ciclo de histéresis en la curva esfuerzo deformación, lo cual corresponde a un fenómeno de amortiguamiento interno (disipación de energía mecánica). Para deformaciones mayores a la del límite superelástico, ya se tiene deformaciones remanentes, lo cual corresponde al rango denominado post-superelástico.

Una de las aleaciones superelástica más conocidas y estudiada corresponde a la aleación NiTi (Nitinol). Otras aleaciones superelásticas estudiadas en las últimas décadas incluyen varias aleaciones base Cobre, como, por ejemplo, CuZnAl, CuAlNi y CuAlBe. Por la capacidad de las aleaciones que presentan el EMF de recuperar su forma inicial después de un proceso de carga-descarga, se han desarrollado numerosos dispositivos de aplicación en medicina e ingeniería, tales como monturas de gafas para niños, actuadores diversos y persianas inteligentes.

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 4%, aproximadamente. Ella ha sido considerada como potencialmente utilizable en disipadores de energía sísmica, por contar con histéresis apreciable y buenas propiedades mecánicas. Se busca no sólo evitar el colapso sino que también limitar el daño de las estructuras civiles.

Recientemente se ha observado que en estas aleaciones el efecto superelástico, en término de sus manifestaciones de altas deformaciones y disipación de energía en ciclos carga descarga, es muy significativo en el rango post-superelástico

1.1. OBJETIVOS

1.1.1. OBJETIVO GENERAL

El objetivo general de esta tesis es estudiar el mecanismo microestructural que controla el amortiguamiento interno en el rango post-superelástico de una aleación Cu-11,0%pAl-0,5%pBe, sometida a tracción cíclica a temperatura ambiente.

1.1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Desarrollar ensayos de tracción cíclica a temperatura ambiente hasta distintos valores de deformación impuesta, durante los cuales se obtendrán imágenes ópticas *in-situ* de la evolución de la microestructura con la deformación impuesta y valores de amortiguamiento interno.
- 2) Caracterizar microestructuralmente muestras de material con distintos valores de deformación impuesta por tracción cíclica, a través de diversas técnicas experimentales.
- 3) Analizar el conjunto de resultados obtenidos y la información disponible en la literatura especializada estableciendo relaciones entre la evolución microestructural con la deformación y el amortiguamiento interno.

2. ANTECEDENTES

2.1. ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA

Una Aleación con Memoria de Forma (AMF o SMA por su nombre en inglés, Shape Memory Alloy) presenta dos tipos de efectos al aplicársele esfuerzos, en distintos rangos de temperatura: el efecto superelástico (ES o SE, Superelastic Effect), que es aquel de nuestro interés, y el efecto de memoria de forma (EMF o SME, Shape Memory Effect) [1]. 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 β , de alta simetría, y una fase metaestable, martensita, de baja simetría.

La forma más conocida de inducir esta transformación es por cambio de temperatura; tal es el caso del temple martensítico de los aceros. Sin embargo, estrictamente, ella puede ser inducida por temperatura o por esfuerzos; justamente, en las aleaciones AMF dicha transformación es muy sensible a las dos variables mencionadas.

La transformación austenita-martensita se caracteriza por varias temperaturas de interés, ver Figura 2-1 y Figura 2-2, las que dependen principalmente de la composición de la aleación. Al enfriar rápidamente, desde un rango de temperatura alta 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 suficientemente rápido 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, una fase siempre metaestable, el enfriamiento tiene que ser necesariamente rápido, para evitar la aparición de las fases de equilibrio.

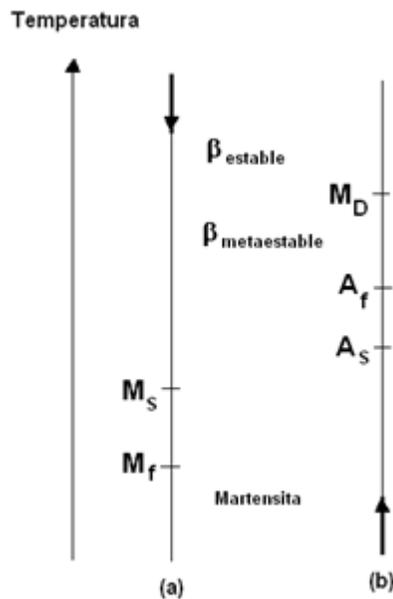


FIGURA 2-1: TRANSFORMACIÓN DE FASE (A) POR ENFRIAMIENTO RÁPIDO DESDE β ESTABLE Y (B) POR CALENTAMIENTO RÁPIDO DESDE MARTENSITA.

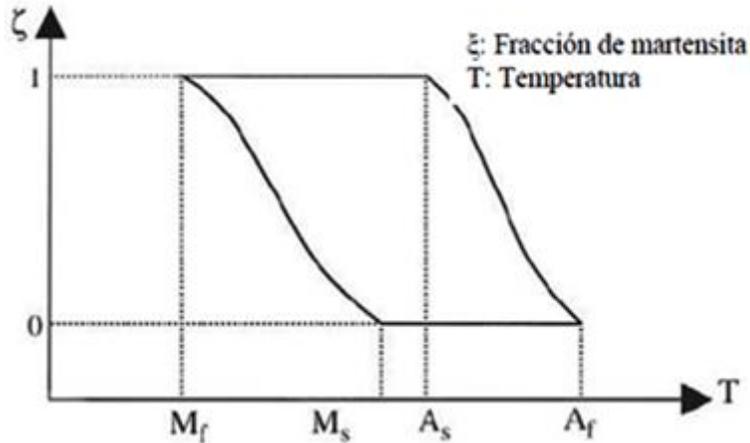


FIGURA 2-2: TRANSFORMACIÓN DE FASE MARTENSÍTICA EN AUSENCIA DE TENSIONES. [2]

De esta manera, a 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 (estrictamente, cuasi reversible) inducido por esfuerzo, ver el gráfico esfuerzo deformación de la Figura 2-3. En esa figura, el efecto superelástico está presente para las deformaciones comprendidas entre aquellas del punto A y el punto E; para una deformación intermedia, punto B, al retirar la carga, el material recupera su forma. Además, bajo condiciones superelásticas en el proceso de carga descarga se aprecia un ciclo de histéresis en la curva esfuerzo deformación, ver Figura 2-3, lo cual corresponde a un fenómeno de amortiguamiento interno (disipación de energía mecánica). Para deformaciones mayores a la del punto E (límite superelástico) en la Figura 2-3, ya se tiene deformaciones remanentes, lo cual corresponde al rango denominado post-superelástico.

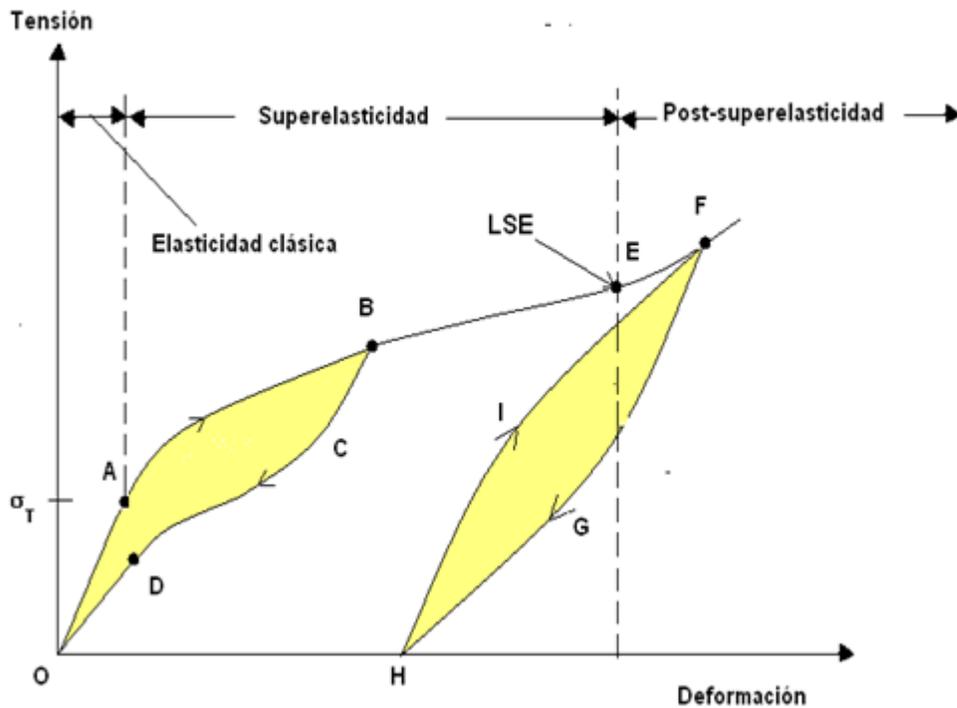


FIGURA 2-3: COMPORTAMIENTO SUPERELÁSTICO. EN EL RANGO POST-SUPERELÁSTICO LA ALEACIÓN CU-11,8%P.AL-0,5%P.BE PRESENTA UNA HISTÉRESIS IMPORTANTE.

Una de las aleaciones superelásticas más conocidas y estudiada corresponde a la aleación NiTi (Nitinol) [1]. Otras aleaciones superelásticas estudiadas en las últimas décadas incluyen varias aleaciones base Cobre, como, por ejemplo, CuZnAl, CuAlNi y CuAlBe [3].

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%, aproximadamente. Ella ha sido considerada como potencialmente utilizable en disipadores de energía sísmica, por contar con histéresis apreciable y buenas propiedades mecánicas. Se busca no sólo evitar el colapso sino que también limitar el daño de las estructuras civiles [4]. Recientemente se ha observado que en estas aleaciones el efecto superelástico, en término de sus manifestaciones de altas deformaciones y disipación de energía en ciclos carga descarga, es muy significativo en el rango post-superelástico [5],[6], tal como se ilustra esquemáticamente en la Figura 2-3.

El efecto de memoria de forma (EMF) puede describirse esquemáticamente considerando la Figura 2-4, 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 β es estable; así, la recuperación de la forma comienza en A_s y es completada en A_f .

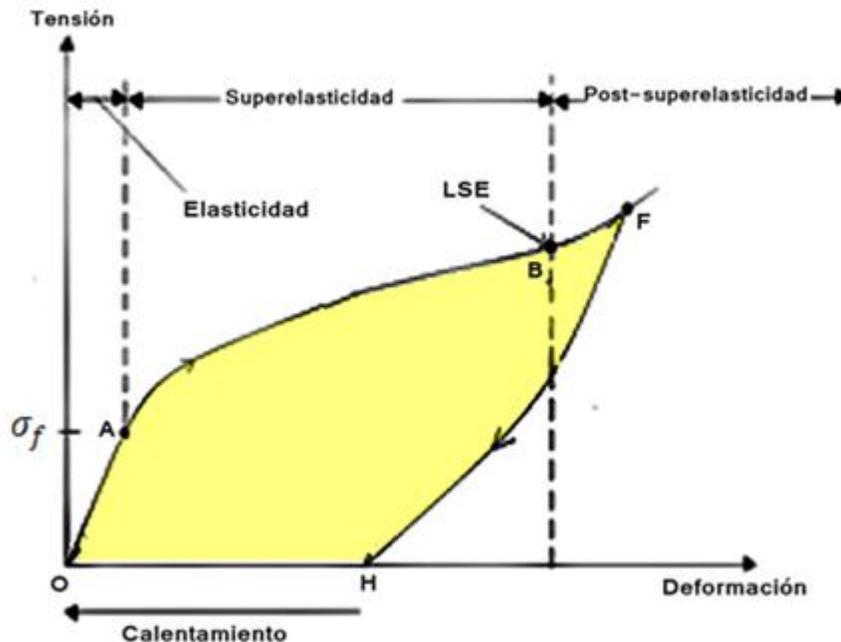


FIGURA 2-4: DIAGRAMA DE COMPORTAMIENTO DEL EFECTO MEMORIA DE FORMA (EMF).

Por la capacidad de las aleaciones que presentan el EMF de recuperar su forma inicial después de un proceso de carga-descarga, se han desarrollado numerosos dispositivos de aplicación en medicina e ingeniería, tales como monturas de gafas para niños, actuadores diversos y persianas inteligentes. Otras aleaciones superelásticas estudiadas en las últimas décadas incluyen varias aleaciones base cobre, por ejemplo: CuZnAl, CuAlNi y CuAlBe. En la Figura 2-5 se aprecia un esquema de ayuda para el concepto de AMF.



FIGURA 2-5: ESQUEMA DE LAS AMF.

Sin embargo en esta tesis solo interesa el ES, dejando de lado el EMF. Para dar un acercamiento y mejor entendimiento a la transformación martensítica, se analizarán dos visiones: microscópica y macroscópica.

2.1.1. NIVEL MICROSCÓPICO

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

- *Transformaciones por difusión* son aquellas en las que sólo se puede formar una nueva fase moviendo átomos aleatoriamente a distancias relativamente grandes. La fase resultante es de diferente composición química que la matriz de la forma original. Debido a la migración atómica, la evolución de este tipo depende en gran medida del tiempo de transformación y la temperatura.
- *Transformaciones por desplazamiento* (transformación martensítica) son aquellas en las que no se requiere un amplio rango de movimientos y en este caso los átomos se reordenan para llegar a una nueva estructura cristalina más estable pero sin cambiar la naturaleza química de la matriz. Dado que no es necesaria una migración atómica, estas transformaciones por desplazamiento generalmente son independientes del tiempo, de hecho el movimiento de la interfase entre las dos fases es muy rápido, estando limitado por la velocidad del sonido. Se suelen llamar transformaciones atérmicas, dado que la cantidad de nueva fase creada depende solo de la temperatura y no de la cantidad de tiempo a esta temperatura.

Las Transformaciones Martensíticas (TM) son generalmente de desplazamiento, y se forman enfriando desde una fase a alta temperatura, llamada Fase Madre o Austenita. Además, estas transformaciones son independientes de la difusión, que se produce de modo instantáneo y mantiene una relación de orientación entre la fase madre y la martensítica. En la Figura 2-6 se aprecia un esquema de ayuda para el concepto de transformación martensítica.

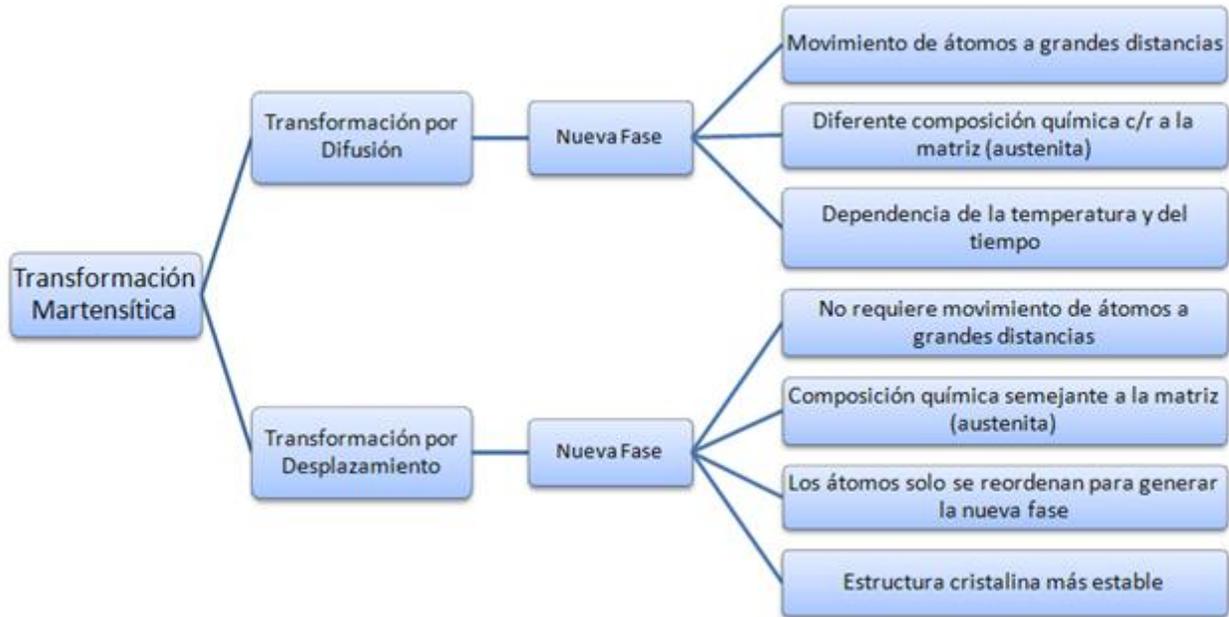


FIGURA 2-6: ESQUEMA DE LA TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA.

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

2.1.1.1. DEFORMACIÓN DE LA RED CRISTALINA

Consiste en un movimiento de todos los átomos necesarios para producir la nueva estructura a partir de la antigua. En la Figura 2-7 se muestra una estructura austenita y su progresión hacia una estructura totalmente martensítica.

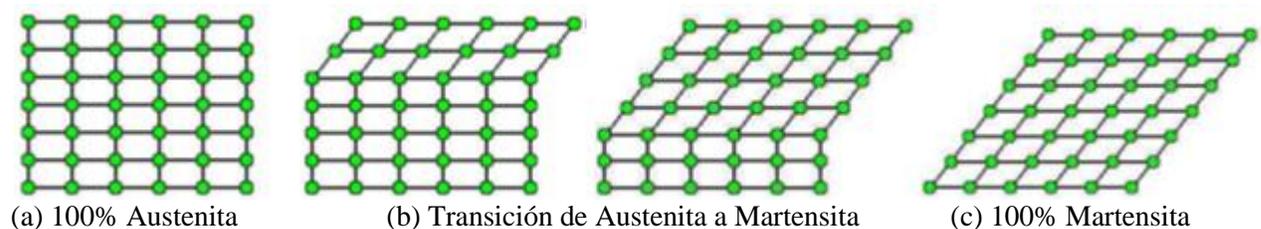


FIGURA 2-7: EVOLUCIÓN ESQUEMÁTICA EN DOS DIMENSIONES, DE LA TRANSFORMACIÓN DE AUSTENITA A MARTENSITA.

Como se puede observar, cada plano de átomos se desplaza una pequeña distancia, y el resultado final de estos pequeños movimientos coordinados es la nueva estructura martensítica.

2.1.1.2. CIZALLADURA INVARIANTE DE LA RED

Esta parte de la transformación martensítica es un paso de acomodación, pues la estructura martensítica formada en el paso anterior (Deformación de la red cristalina) es de forma y volumen diferente que la austenita circundante.

Dado lo anterior, tanto la forma resultante como la austenita circundante deben ser alteradas para acomodarse a una nueva estructura, por lo cual existen dos formas o mecanismos para hacerlo: *Deslizamiento o Maclado*, tal como se puede apreciar en la Figura 2-8.

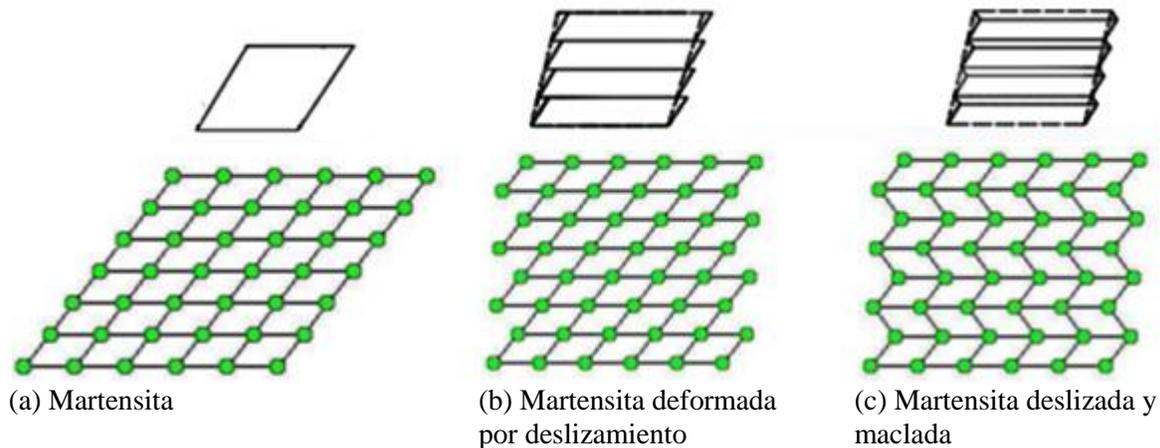


FIGURA 2-8: MECANISMOS DE DESPLAZAMIENTO A LA FORMA MARTENSÍTICA. EN DESLIZAMIENTO (MEDIO), LA MICROESTRUCTURA ES DAÑADA IRREVERSIBLEMENTE. EN EL CASO DE MACLADO (DERECHA) LA ACOMODACIÓN ES REVERSIBLE, PERO NO SE PUEDEN ALCANZAR CAMBIOS DE VOLUMEN SUSTANCIALES. [1]

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

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

En cuanto a la energía Libre de Gibbs, en la Figura 2-9 se puede observar que bajo T_0 la formación de martensita (M_s) es más estable, mientras que cuando la temperatura es mayor que T_0 la austenita es más estable (debido a que G^p es menor). T_0 es la temperatura en la cual, existe equilibrio termodinámico.

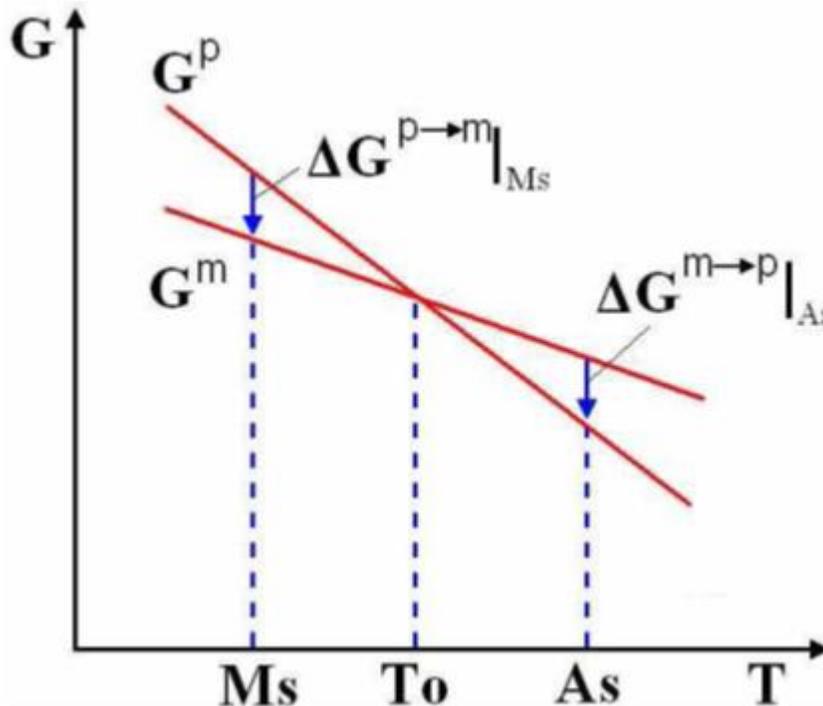


FIGURA 2-9: ENERGÍA LIBRE DE GIBBS SEGÚN LA TEMPERATURA.

2.1.2. NIVEL MACROSCÓPICO

Desde un punto de vista microscópico, prácticamente todas las propiedades físicas de la austenita y martensita son diferentes, y por ello a medida que se atraviesa el punto de transformación mediante una variación de la temperatura, aparecen una gran variedad de cambios en las propiedades significativas. Cualquiera de ellos puede usarse para seguir el progreso de la transformación. Las temperaturas M_s , M_f , A_s y A_f que se indican en la Figura 2-10 se refieren a las temperaturas a la cual la transformación martensítica comienza y acaba, y la temperatura a la cual la transformación austenítica empieza y termina. No existe una determinada temperatura sino un rango de temperaturas.

Existen muchas propiedades de las AMF que varían con la transformación martensítica, pero una de las que cambia de modo más significativo es el límite elástico. La estructura martensítica puede deformarse moviendo fronteras de maclado, que son bastante móviles. Por ello el límite elástico es mucho más bajo que el de la austenita que debe formarse por generación de dislocaciones y movimiento. Solo una cierta cantidad de deformación martensítica puede ser acomodada por este proceso de movimiento de maclado y, una vez excedido el material se deformara de nuevo elásticamente y, eventualmente, cederá por segunda vez de modo irreversible (movimiento de dislocación).

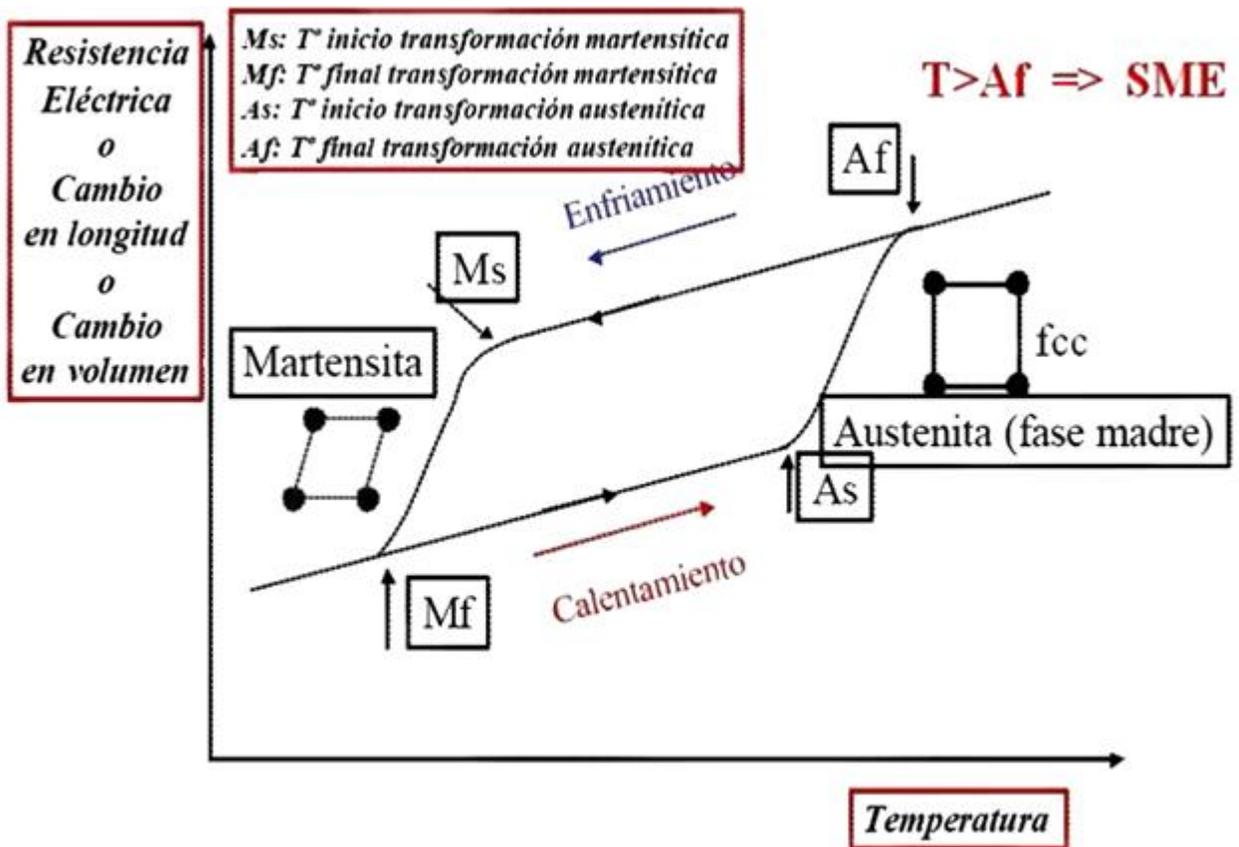


FIGURA 2-10: RESISTENCIA ELÉCTRICA, CAMBIO EN LA LONGITUD Y CAMBIO EN EL VOLUMEN EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA LA MARTENSITA Y AUSTENITA. LA FASE MADRE (AUSTENITA) SE REPRESENTA POR UN RETÍCULO CUADRADO, Y LA MARTENSITA POR UN ROMBO.

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

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

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

Además, de la Figura 2-10 se puede ver que ambos caminos de los procesos (enfriamiento y calentamiento) son distintos como consecuencia de la histéresis de transformación.

2.1.3. MARTENSITA INDUCIDA POR ESFUERZOS, SUPERELASTICIDAD

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

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

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

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

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

2.1.4. TEMPERATURA EN UN GRÁFICO TENSIÓN-DEFORMACIÓN

La variación lineal de la tensión para inducir martensita en función de la temperatura, obedece la ecuación de Clausius -Clapeyron, expresada usualmente como en la Ecuación 2.1.

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H}{\Delta V} \quad \text{ECUACIÓN 2.1}$$

Donde P es la presión. T la temperatura, H es el calor latente de transformación y V el cambio de volumen en la transformación. Otra forma de ésta se muestra en la Ecuación 2.2.

$$\frac{d\sigma}{dM_s} = -\frac{\Delta H}{\epsilon_0} \quad \text{ECUACIÓN 2.2}$$

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

Existe una temperatura llamada M_d , que es la temperatura máxima bajo la cual la TM se puede inducir por esfuerzos. A temperaturas por sobre M_d , al aplicar carga más allá del límite elástico convencional sólo se producirá deformación plástica. Este fenómeno se debe a que por sobre M_d la fase austenítica se torna estable. Se cumple que $M_f < M_s < A_f < M_d$ [7].

Para observar el ES se requiere que la aleación se encuentre en fase austenítica metaestable a la temperatura de trabajo y que esta temperatura sea ligeramente superior a A_f y menor que M_d .

En la Figura 2-11 se observa como las cuatro temperaturas de transformación cambian con el nivel de tensión, desplazándose hacia valores más altos en proporción lineal con la tensión.

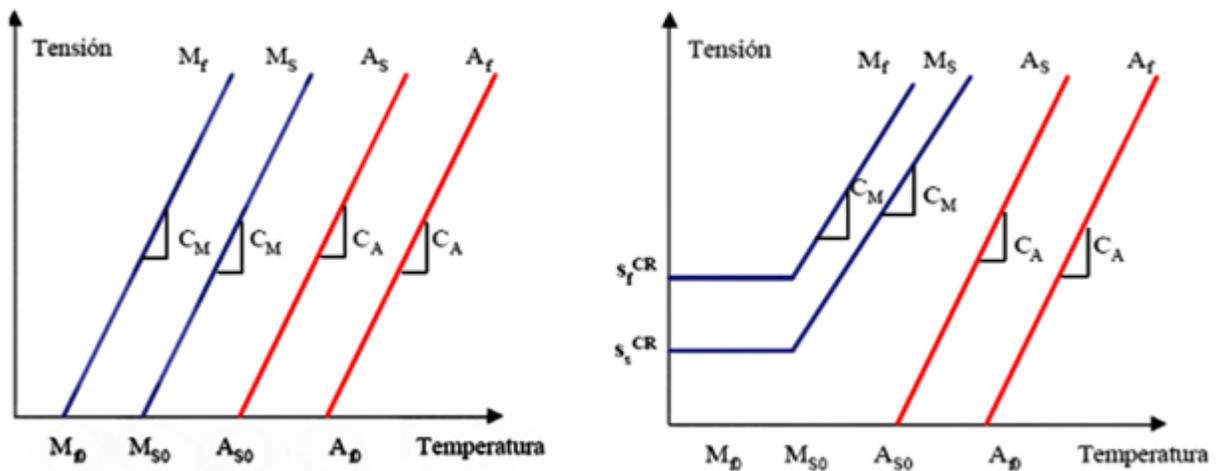


FIGURA 2-11: DIFERENTES CONSIDERACIONES PARA EL DIAGRAMA CRÍTICO TENSIÓN-TEMPERATURA PARA LA VARIACIÓN DE LAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN CON LA TENSIÓN.

El rango de temperatura en que normalmente funcionan las estructuras civiles es aproximadamente -10 a 50 °C, por cuanto el hecho de poder manejar las temperaturas críticas de forma que se ajusten a estos rangos es muy importante.

En el sistema binario Cu-Al las temperaturas críticas observadas son demasiado altas, por ejemplo M_s está alrededor de 480 °C [7]. Se ha observado que al adicionar Be en pequeñas cantidades, estas temperaturas bajan, de hecho, el principal efecto de adicionar Al y Be en la aleación ternaria Cu-Al-Be es bajar la temperatura M_s (el efecto del Be es mucho más fuerte), lo cual se ve reflejado en las ecuaciones obtenidas empíricamente por Belkhala (Ecuación 2.3) e Higuchi (Ecuación 2.4).

$$M_s = 1245 - 71(\%pAl) - 893(\%pBe) \quad \text{ECUACIÓN 2.3}$$

$$M_s = 638 - 43(\%pAl) - 302(\%pBe) \quad \text{ECUACIÓN 2.4}$$

Aunque el principal factor que controla el valor que presentan las temperaturas de transformación de fase es la composición, otros factores tales como el tratamiento térmico empleado, la velocidad de temple, los tiempos y temperaturas de envejecimiento y el tamaño de grano también las afectan.

Los valores de temperaturas informados por el fabricante, para la aleación Cu-11.8 %pAl-0.5%pBe son: $M_s = -18$ °C, $M_f = -47$ °C, $A_s = -20$ °C y $A_f = 2$ °C. Estas temperaturas fueron medidas por S. Montecinos [7] a través de DSC, encontrándose los siguientes valores: $M_s = -5$ °C, $A_s = -9$ °C y $A_f = -4$ °C, en alambres de 3 mm de diámetro y $A_s = -12.38$ °C, en alambres de 5.6 mm de diámetro. También Sepúlveda [8] ensayó por calorimetría tres muestras de esta aleación, encontrando: (1) $A_f = 1$ °C, $M_s = -15$ °C, (2) $A_f = 0$ °C, $M_s = -17$ °C y (3) $A_f = -2$ °C, $M_s = -16$ °C respectivamente. Hay que destacar que estas mediciones se realizaron sobre probetas de una barra distinta a la utilizada en esta tesis, pero todas provienen de la misma fundición.

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

Camino, en este caso, implica historia del elemento en temperatura, deformación y condición de carga. Como ejemplo, en la Figura 2-12 se pueden apreciar representados los comportamientos de un material superelástico en función de la temperatura.

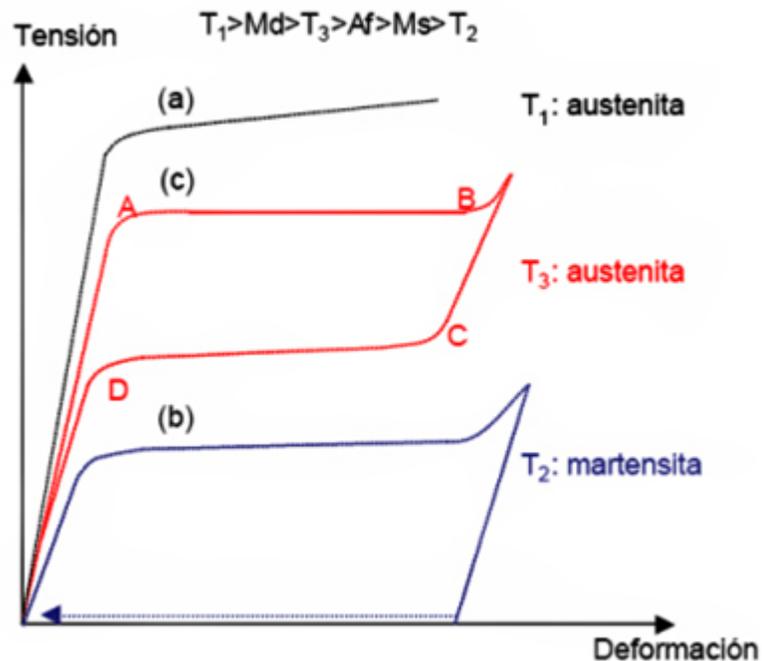


FIGURA 2-12: CURVAS DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN DE UN MATERIAL SUPERELÁSTICO A DIFERENTES TEMPERATURAS.

Para el caso del Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be, se tiene que a temperatura ambiente se comporta como un material superelástico ideal, similar al representado en la Figura 2-12 anterior curva c.

2.1.5. CONSIDERACIONES DE COMPOSICIÓN DE LA ALEACIÓN CUALBE

Para el sistema ternario Cu-Al-Be se establecen ciertos rangos de composición en los cuales se puede lograr que una aleación presente ES. En la Figura 2-13 se muestra el diagrama ternario de composiciones. Se tiene que para composiciones dentro del polígono ACEFA es observable el

ES, pero dentro de este rango se reconocen mejores resultados para aleaciones con composición dentro del polígono BCDGHB. La fijación de los límites de composición se explica de acuerdo a los siguientes puntos.

- Fuera del segmento AF es prácticamente imposible lograr un valor de M_s de $-200\text{ }^\circ\text{C}$ o menor.
- Fuera del segmento AC y EF, la aleación no presenta una fase única de tipo austenita.
- Fuera del segmento CE el efecto de memoria de forma no se produce.

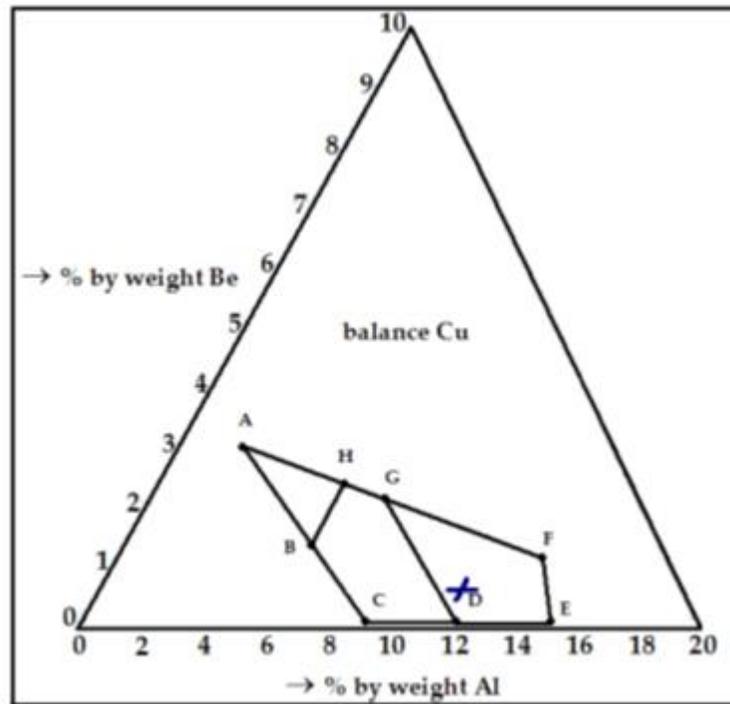


FIGURA 2-13: SISTEMA TERNARIO CU-AL-BE.

2.1.6. DESCRIPCIÓN TENSIÓN-DEFORMACIÓN

Las aleaciones superelásticas disipan energía en ciclos de carga y descarga, lo cual está asociado al fenómeno de fricción interna, que a su vez está relacionado con la histéresis del material. Este fenómeno de fricción interna no es aún bien comprendido, pero se acepta generalmente que el amortiguamiento no lineal observado se relaciona con el movimiento reversible de las interfaces entre las diferentes variantes de martensita. El amortiguamiento de una aleación SE se ve reflejado en la Figura 2-14, donde se presenta una curva esfuerzo-deformación típica en un ciclo de carga y descarga de una probeta sometida a tracción.

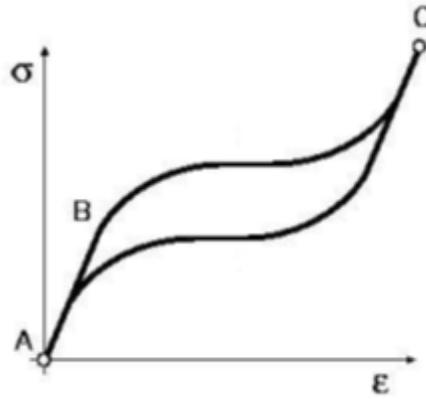


FIGURA 2-14: CICLO DE HISTÉRESIS DE UN MATERIAL CON ES.

El cambio de fase comienza con la formación del plateau (punto B) y se mantiene hasta que toda la austenita presente se transforma en martensita (punto C). Al descargar, la martensita se torna inestable y ocurre la transformación inversa (curva inferior C-A). Al completarse esta transformación, el material retoma las características elásticas de la austenita. Al llegar a un nivel de esfuerzo nulo (punto A) el material queda sin deformación remanente.

Como resultado, hay disipación de energía asociada al ciclo de carga y descarga (ciclo de histéresis). La energía disipada está relacionada con el área encerrada por el ciclo. Es esta energía que se disipa en ciclos de carga y descarga la que permite vislumbrar la aplicación de aleaciones con ES como disipadores en estructuras civiles. Para ello, es de vital importancia verificar el buen comportamiento mecánico de la aleación.

En la Figura 2-15 se muestra una curva de esfuerzo versus deformación ideal para un material superelástico.

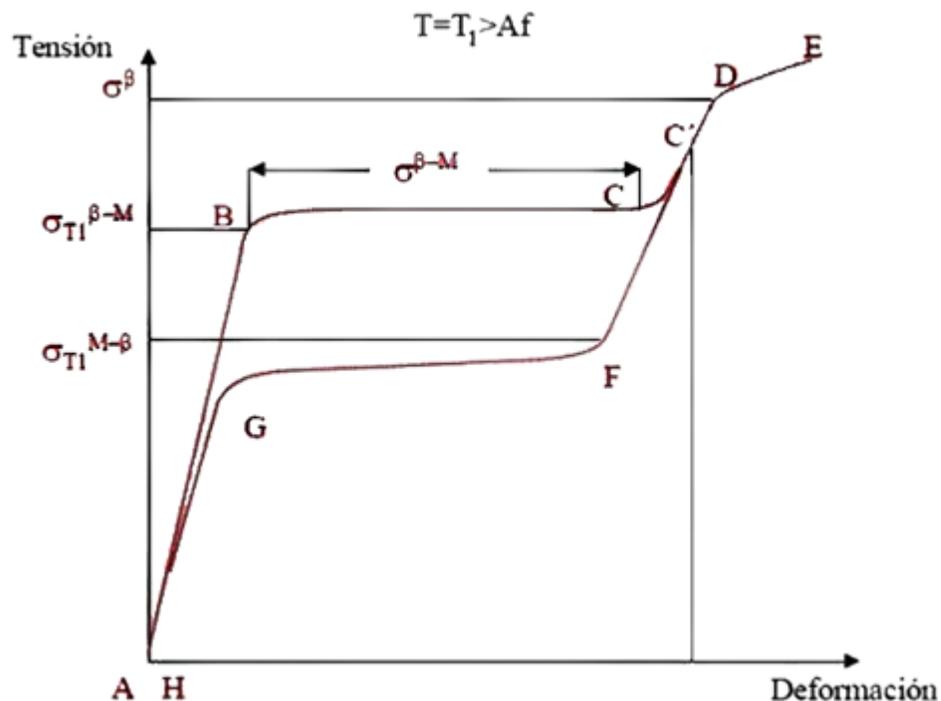


FIGURA 2-15: CURVA ESFUERZO-DEFORMACIÓN IDEAL DE UN MATERIAL SUPERELÁSTICO.

Donde, para $T = T_1$, $\sigma_{T_1}^{\beta \rightarrow M}$ corresponde al valor del esfuerzo donde comienza la transformación de austenita a martensítica, $\sigma_{T_1}^{M \rightarrow \beta}$ corresponde al valor del esfuerzo donde comienza la transformación de martensita a austenita, σ^β corresponde al valor del esfuerzo donde comienza el rango plástico del material de composición 100 % martensita.

El ciclo de carga y descarga representado en la Figura 2-15 se describe a continuación:

A-B: Deformación elástica de la fase original.

B-C: Transformación Austenita a Martensita.

C-D: Deformación elástica con 100% Martensita.

D: Límite elástico de la Martensita.

C'-F: Recuperación elástica.

F-G: Transformación Martensita a Austenita.

G-H: Recuperación elástica.

2.2. PARÁMETROS DE LAS CURVAS DE TRACCIÓN

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

Las siguientes figuras esquematizan la forma de las curvas monotónicas y cíclicas que se pueden obtener para la aleación estudiada y se definen algunos de los parámetros que se pueden obtener de ellas. En las Figura 2-16 y Figura 2-17 se aprecian los parámetros mecánicos más importantes y característicos de las aleaciones superelásticas. Dentro de parámetros usuales están: módulo elástico, límite de fluencia, el esfuerzo máximo de tracción (UTS) y el % de elongación a la fractura, etc. Entre los que se asocian a las aleaciones superelásticas están: el esfuerzo de transformación, el límite superelástico, plateau (pendiente pseudoelástica), elongación real, amortiguamiento, etc.

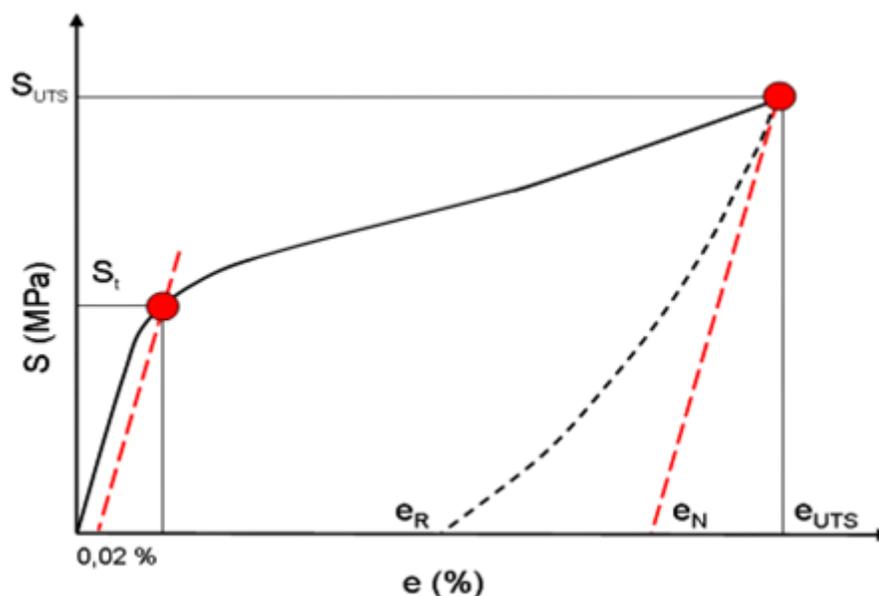


FIGURA 2-16: PARÁMETROS DE UNA CURVA MONOTÓNICA.

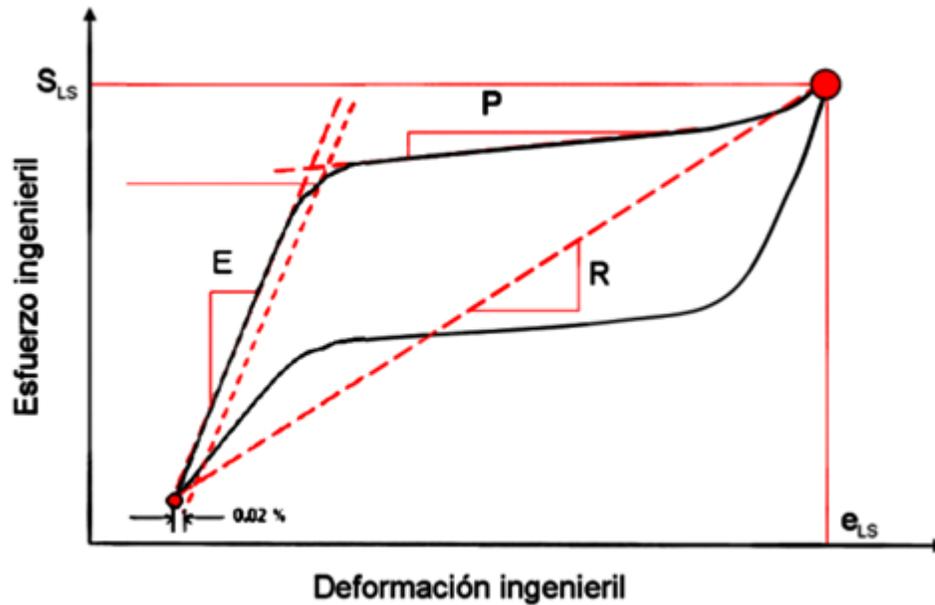


FIGURA 2-17: PARÁMETROS DE CURVA CÍCLICA.

- *Módulo de elasticidad austenítico E* : Corresponde a la pendiente del tramo lineal inicial del ciclo, en el cual la austenita se está deformando elásticamente. Se determina en la misma forma que en las curvas de tracción.
- *Esfuerzo de Transformación S_t* : Corresponde al punto en que se inicia la transformación de austenita a martensita inducida por deformación.
- *Pendiente del Plateau P* : Corresponde al segundo tramo lineal del ciclo, en el cual se mantiene la transformación desde austenita a martensita, por lo que en este tramo el material presenta una estructura bifásica.
- *Rigidez Secante R* : Corresponde a la pendiente de la línea que va desde el punto del ciclo de mínimo esfuerzo y deformación hasta el punto de máximo esfuerzo y deformación.
- *Esfuerzo del Límite superelástico S_{LS}* : Es el valor de esfuerzo máximo efectivo alcanzado en cada ciclo.
- *Deformación del Límite superelástico e_{LS}* : Es el valor de deformación máxima efectivo alcanzado en cada ciclo.
- *Elongación real e_R* : Corresponde a la deformación permanente del material una vez que es descargado hasta un esfuerzo nulo. Esta nomenclatura se asociaría solamente a las curvas monotónicas, a pesar de que en los ensayos cíclicos también se presenta una elongación similar, la que será tratada en detalle mediante otra nomenclatura específica.
- *Elongación normal o estándar e_N* : Corresponde a la deformación calculada mediante la intersección de una recta con pendiente E y que pasa por el punto de fractura (e_{UTS}, S_{UTS}) con el eje horizontal. Esta elongación se obtiene en materiales que presentan un comportamiento clásico.
- *Esfuerzo máximo de tracción S_{UTS}* : Este parámetro se asociaría sólo a las curvas monotónicas y corresponde al esfuerzo máximo que alcanza esta aleación que es igual al esfuerzo de fractura. En la aleación estudiada este valor es igual al esfuerzo de fractura (S_f), por lo tanto se puede hablar indistintamente de uno u otro.
- *Deformación máxima e_{UTS}* : Corresponde a la deformación instantánea máxima que alcanza a deformarse esta aleación al momento de fracturarse.

2.3. AMORTIGUACIÓN

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

Un valor importante de calcular en las curvas cíclicas es el Factor de Amortiguamiento presentado por el material, el cual se calcula en base a las áreas representativas del ciclo, las cuales son mostradas en la Figura 2-18.

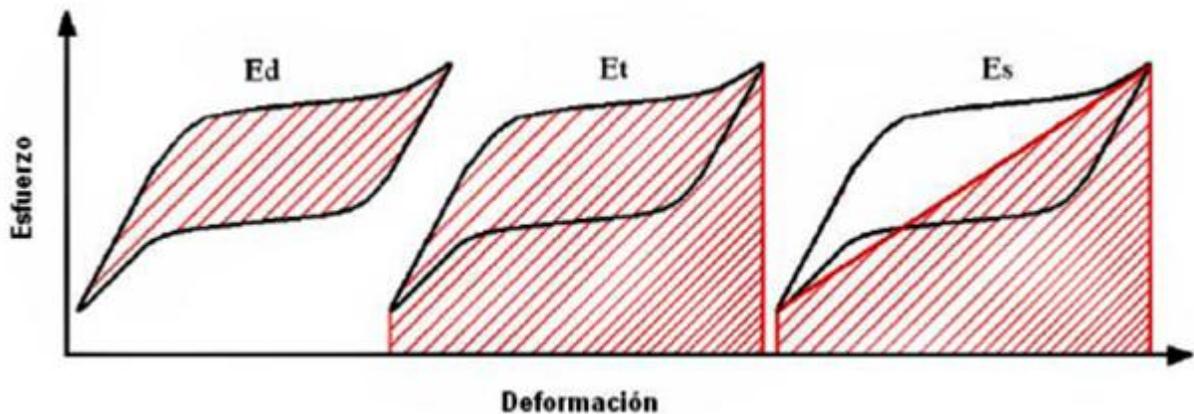


FIGURA 2-18: ÁREAS REPRESENTATIVAS DEL CICLO.

Una manera de calcularlo es utilizando la Ecuación 2.5, definida por Chopra. [9]

$$\xi_{Chopra} = \frac{E_d}{4 \cdot \pi \cdot E_s} \quad \text{ECUACIÓN 2.5}$$

Otra manera de calcularlo es utilizando la Ecuación 2.6, definida por Liu y Van Humbeeck.

$$\xi_{Liu} = \frac{E_d}{2 \cdot \pi \cdot E_t} \quad \text{ECUACIÓN 2.6}$$

Las áreas utilizadas en las ecuaciones anteriores son las que se muestran en la Figura 2-18.

2.4. ESTRUCTURA CRISTALINA

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

- *Red unitaria, celda unitaria:* La celda unitaria es una región de la red definida por medio de los tres vectores de translación, a , b y c , por lo que queda definido por un paralelogramo, que al ser repetido indefinidamente en sus tres dimensiones a través de sus vectores forman una red.
- *Vectores base ó vectores unitarios:* El conjunto de vectores de translación linealmente independientes, a , b y c que se pueden usar para definir una red unitaria, la cual contiene todos los elementos de simetría de la red.
- *Celda unitaria primitiva:* Una celda unitaria se dice que es primitiva cuando tiene el volumen más pequeño ó bien cuando contiene únicamente puntos en cada vértice de la celda, ó un solo punto equivalente, tomando en cuenta que cada punto se comparte entre 8 celdas vecinas. Por lo tanto una red unitaria puede ser primitiva pero no todas las celdas son primitivas. Un ejemplo de celda primitiva se puede apreciar en la Figura 2-19.

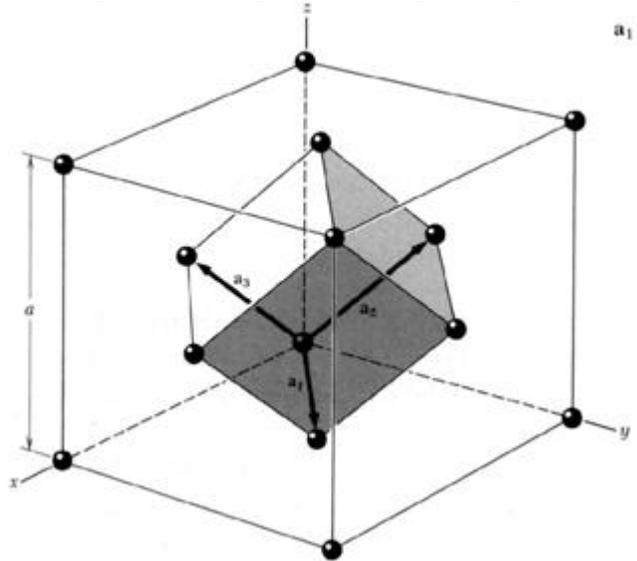


FIGURA 2-19: CELDA PRIMITIVA DE UNA CÚBICA CENTRADA EN LAS CARAS.

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

El número de redes espaciales posibles no es infinito, puesto que su geometría debe ser capaz de llenar todo el espacio sin dejar huecos. En tres dimensiones, se puede demostrar que solo existen siete sistemas cristalinos independientes posibles: redes triclinicas, monoclinicas, rómbicas, tetragonales, hexagonales, romboédricas y cúbicas. Estos sistemas dan lugar a catorce redes, denominadas redes de Bravais. En la Figura 2-20 se muestran las celdas unitarias correspondientes a las redes de Bravais, es decir las entidades que, siendo la menor sub-división de la red, retienen las características generales de la misma.

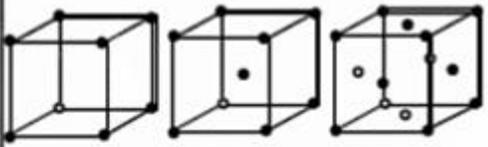
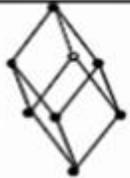
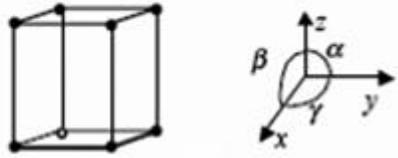
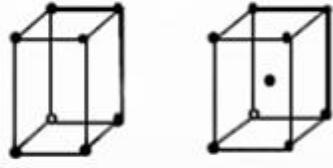
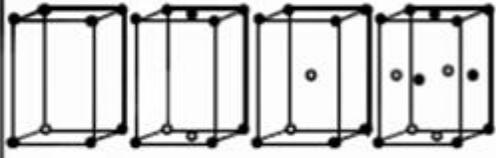
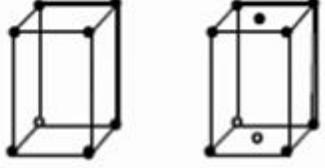
Sistema	Redes	Malla	Redes de Bravais
Cúbico	Simple Centrado en cuerpo Centrado en caras	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Trigonal	Romboédrico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	
Hexagonal	Simple	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	
Tetragonal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

FIGURA 2-20: CELDAS UNITARIAS DE LAS REDES DE BRAVAIS.

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

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

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

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

$$H \cdot K \cdot L = N \quad \text{ECUACIÓN 2.7}$$

$$\frac{N}{H} = h ; \frac{N}{K} = k ; \frac{N}{L} = l \quad \text{ECUACIÓN 2.8}$$

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

2.4.1. ESTRUCTURA AUSTENITA

La austenita presenta una estructura DO3 a temperatura ambiente [10]. Se basa en la estructura BCC, pero como se muestra en la Figura 2-21, ocho celdas simples son necesarias para describir completamente el ordenamiento.

En la Figura 2-21 se muestra el prototipo Fe3Al, la fase Cu3Al es otro ejemplo de esta estructura.

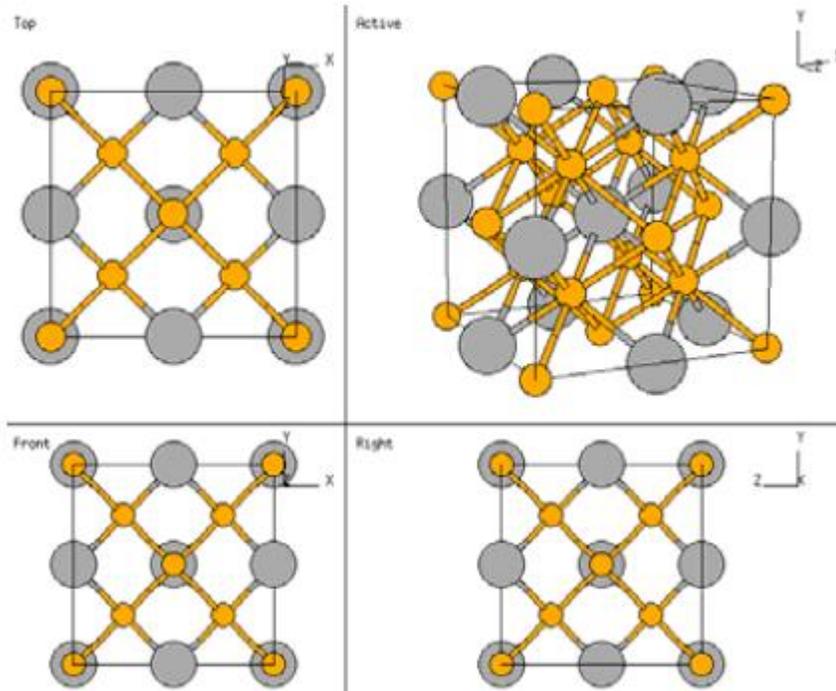


FIGURA 2-21: ESTRUCTURA DO3.

Con los siguientes parámetros de la red:

$$a = 5,88 \text{ \AA}$$

Vectores primitivos DO3

$$\mathbf{A}_1 = 1/2 a \mathbf{Y} + 1/2 a \mathbf{Z}$$

$$\mathbf{A}_2 = 1/2 a \mathbf{X} + 1/2 a \mathbf{Z}$$

$$\mathbf{A}_3 = 1/2 a \mathbf{X} + 1/2 a \mathbf{Y}$$

Vectores base DO3

$$\mathbf{B}_1 = 0$$

$$\mathbf{B}_2 = -1/2 \mathbf{A}_1 + 1/2 \mathbf{A}_2 + 1/2 \mathbf{A}_3 = 1/2 a \mathbf{X}$$

$$\mathbf{B}_3 = -1/4 \mathbf{A}_1 - 1/4 \mathbf{A}_2 - 1/4 \mathbf{A}_3 = -1/4 a \mathbf{X} - 1/4 a \mathbf{Y} - 1/4 a \mathbf{Z}$$

$$\mathbf{B}_4 = 1/4 \mathbf{A}_1 + 1/4 \mathbf{A}_2 + 1/4 \mathbf{A}_3 = 1/4 a \mathbf{X} + 1/4 a \mathbf{Y} + 1/4 a \mathbf{Z}$$

Para el caso específico de la aleación CuAlBe utilizada en esta Tesis ver la Figura 2-22.

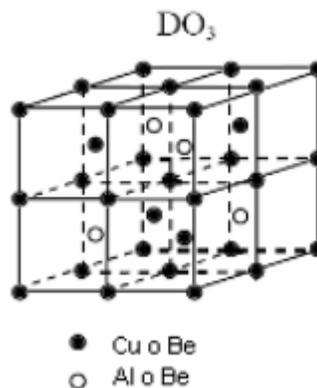


FIGURA 2-22: ESTRUCTURA CRISTALINA DE LA FASE AUSTENITA DE LA ALEACIÓN CUALBE.

2.4.2. ESTRUCTURA MARTENSITA

En el caso de la martensita se ha determinado que su estructura cristalina es de menor orden que la austenita, con un arreglo denominado 18R el cual posee variantes. [11].

En la Figura 2-23 se presentan las distintas configuraciones del orden 18R.

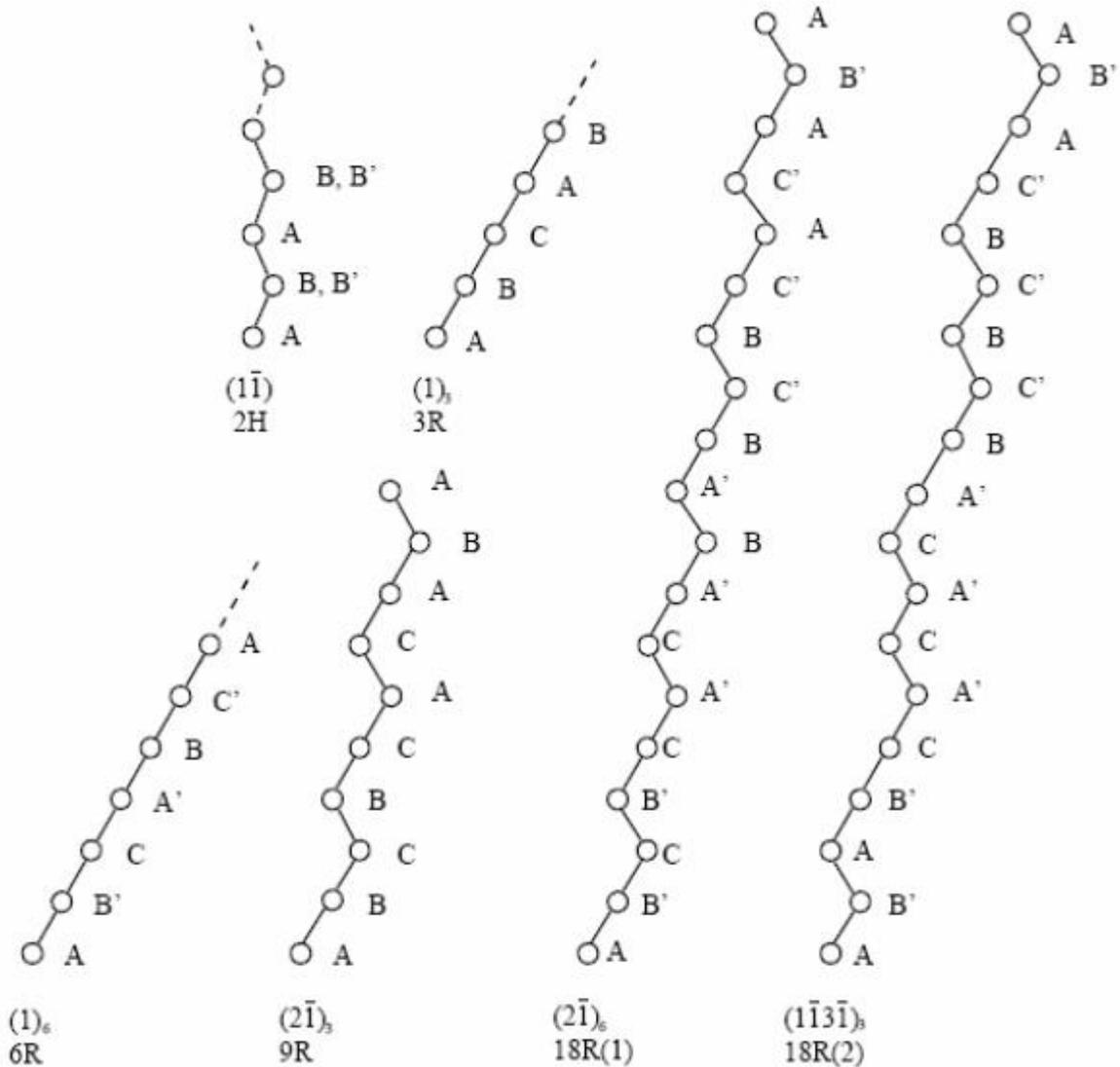


FIGURA 2-23: VARIANTES DE LA ESTRUCTURA MARTENSITA 18R.

2.5. DEFECTOS ESTRUCTURALES

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

2.5.1. DEFECTOS PUNTUALES

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

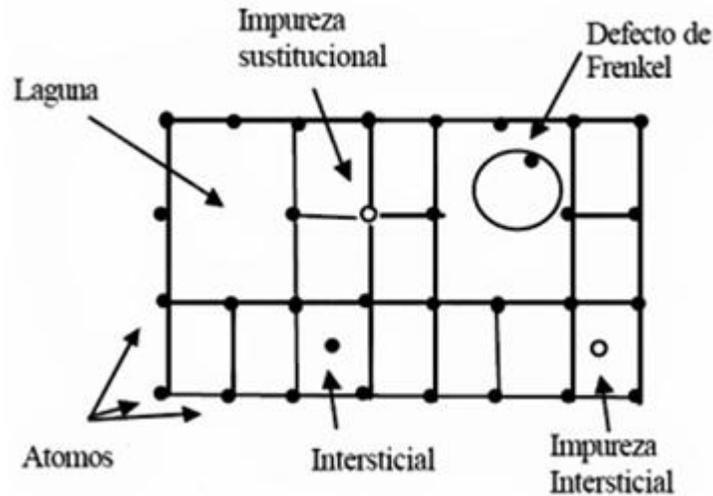


FIGURA 2-24: DEFECTOS PUNTUALES.

2.5.2. DEFECTOS BIDIMENSIONALES

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

Las dislocaciones son defectos asociados a la presencia de planos reticulares anómalos en el cristal, tanto por su ubicación como por su orientación. En la Figura 2-25 se representan las dislocaciones de tornillo, de borde y de acoplo. En el primer caso se ha producido un desplazamiento progresivo de parte del cristal. En el segundo un nuevo plano cristalino se ha insertado a partir de una determinada posición. Las dislocaciones de acoplo se producen en heteroestructuras cuando se realiza la unión de dos materiales diferentes en los que los parámetros reticulares no coinciden.

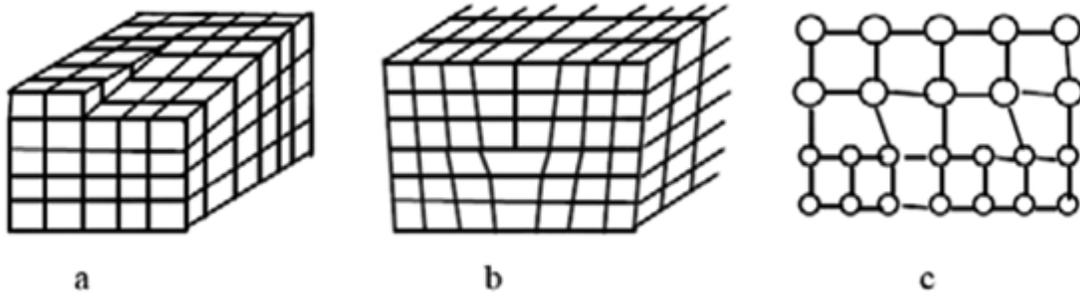


FIGURA 2-25: DEFECTOS BIDIMENSIONALES, A) DISLOCACIÓN DE TORNILLO, B) DISLOCACIÓN DE BORDE Y C) DISLOCACIÓN DE ACOPLO.

También existen, asociados a planos reticulares, defectos de apilamiento (*stacking faults*). En la Figura 2-26a se muestra un corte (110) de capas apiladas en la dirección $\langle 111 \rangle$. Hay seis (tres dobles) capas atómicas de diferente configuración; luego, el cristal se repite. En una región localizada del cristal existe un error de apilamiento cuando desaparece un plano atómico de una doble cara junto con el adyacente de otra (por ejemplo los planos marcados con Aa, Bb o Cc), como se ve en la Figura 2-26b: Se genera una doble capa que es diferente de las otras del cristal.

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

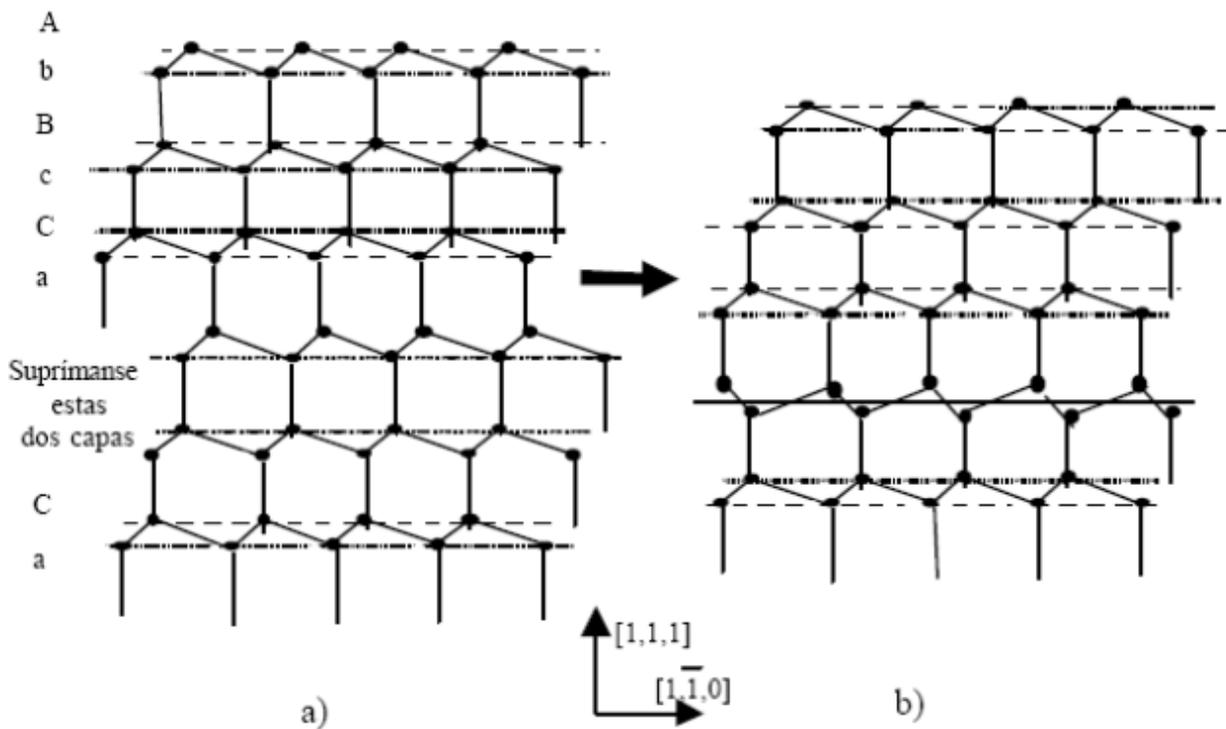


FIGURA 2-26: DEFECTOS DE APILAMIENTO.

Los "twins" o planos de simetría (también, *planos de composición*) se generan por el cambio de orientación del cristal a partir de ellos. En la Figura 2-27 se muestra esquemáticamente esta situación, que puede producirse por un simple desplazamiento de los átomos del cristal, en la que se puede ver que parte del cristal resulta simétrico con relación al anterior.

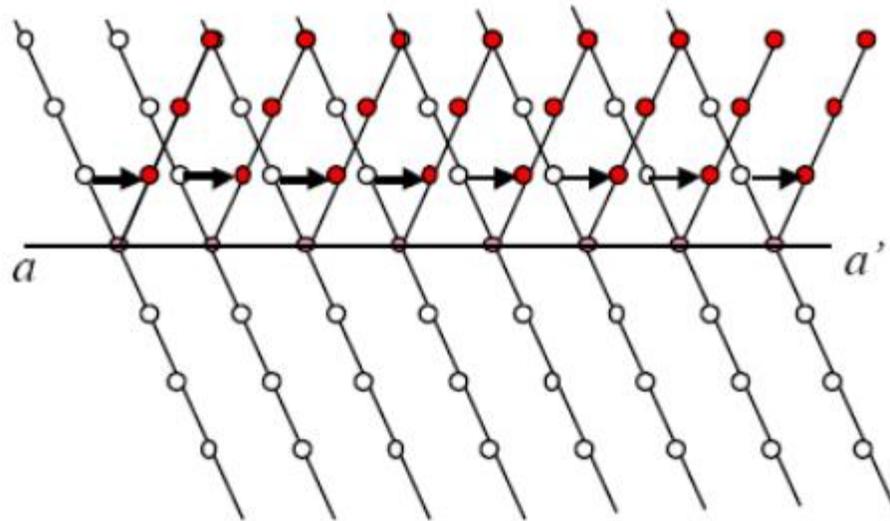


FIGURA 2-27: ESQUEMA TWINS.

En la Figura 2-28 el caso ideal, una parte del cristal desliza sobre otra a lo largo del plano de deslizamiento y no aparecen otros defectos. Pero con bastante frecuencia no toda una parte desliza, sino solo una fracción de ella, lo que produce tensiones y finalmente dislocaciones y otros defectos. A veces aparecen microdefectos que pueden considerarse como lazos de dislocaciones de tamaño muy pequeño (entre 500\AA y 3mm).

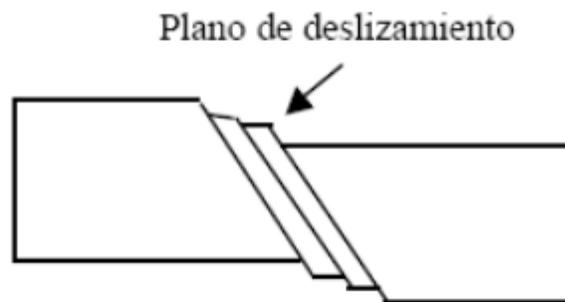


FIGURA 2-28: DEFECTO DE DESLIZAMIENTO.

2.5.3. DEFECTOS SUPERFICIALES

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

Las segundas son las superficies que limitan el cristal finito y que presentan, en el mejor de los casos, enlaces atómicos rotos y una ruptura de la periodicidad del cristal. En los capítulos que Todos los defectos, de una forma o de otra, rompen la periodicidad del cristal y, muy principalmente, las superficies laterales (un cristal perfectamente periódico debería ser infinito).

En esta sección se mostraran algunas propiedades de la aleación utilizada en esta tesis.

2.6.1. CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE ALGUNAS ALEACIONES DE CU-AL-BE

La aleación estudiada en esta tesis posee una composición nominal de Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be, que es un sistema ternario, sin embargo es posible realizar conjeturas de su microestructura a partir de los diagramas de fase binarios CuAl y CuBe. En la Figura 2-29 se aprecia el diagrama de fase binario CuAl. Mientras que en la Figura 2-30 se muestra el de la CuBe.

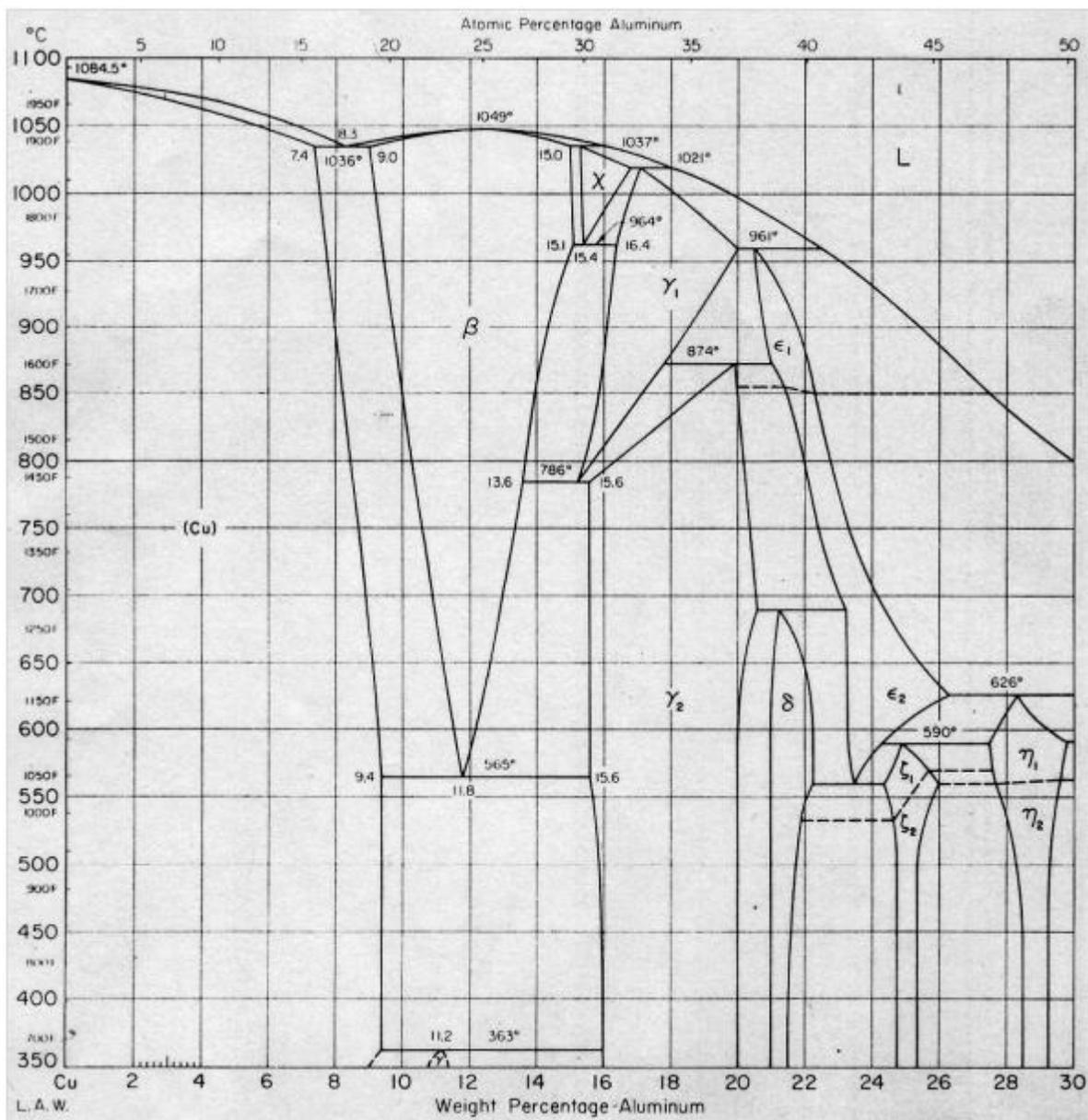
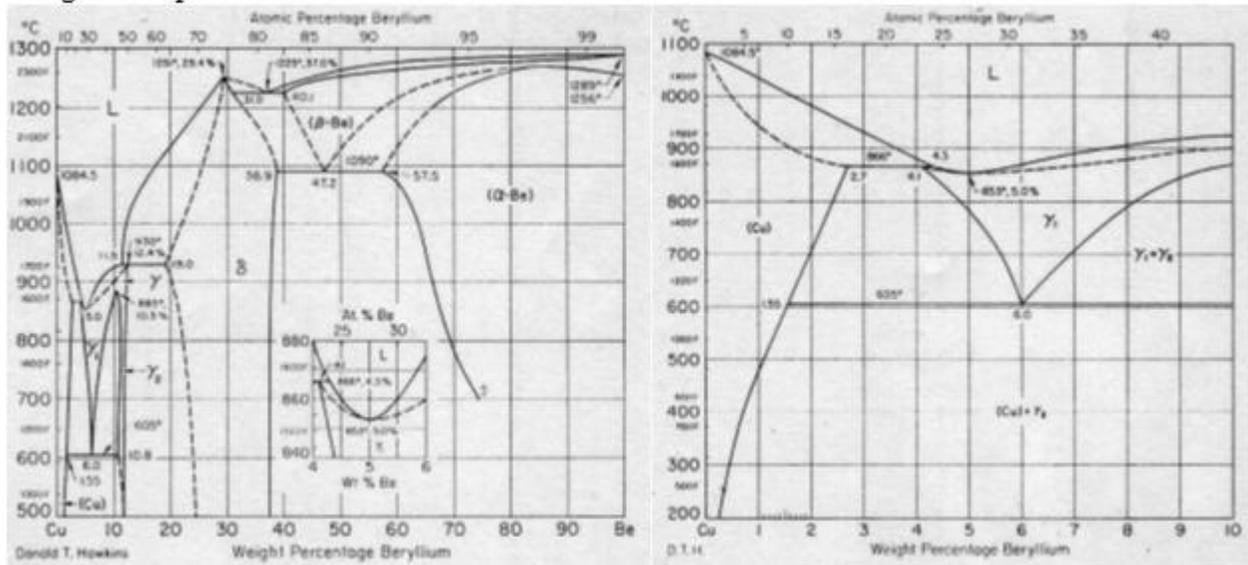


FIGURA 2-29: DIAGRAMA DE FASES CUAL, EN EL RANGO DE INTER ES. ASM INTERNATIONAL (1978)

Del diagrama de fases binario CuAl se aprecia que en 11,8 %p.Al y a 565°C se encuentra un punto de reacción eutectoide y a 11,2 %p.Al y a 363°C hay una reacción peritectoide. Luego si una aleación Cu-11,8 %p.Al es calentada sobre los 565°C durante un tiempo suficiente para alcanzar la homogenización y se enfría suficientemente lento, entonces se cumplirá lo que indica el diagrama de fase. Sobre 565°C se encuentra la fase β , bajo 565°C aparece la mezcla eutectoide de Cu y γ_2 , bajo 363°C se tiene una mezcla de γ (peritectoide) y γ_2 en las cantidades que indica la regla de la palanca.



(a) Diagrama Completo (b) Rango de interés del diagrama
 FIGURA 2-30: DIAGRAMA DE FASES DEL CUBE. ASM INTERNATIONAL (1978)

Del mismo modo anterior, si la aleación Cu-0,5 %p.Be es enfriada suficientemente lento desde los 800°C, entonces a temperatura ambiente habrán precipitados de γ_2 en una pequeña cantidad dada por la regla de la palanca.

A partir de ambos diagramas de fase se entiende la microestructura que se obtiene en la aleación ternaria de estudio. A alta temperatura la aleación del Cu-11,8 %p.Al posee la fase β estable y si es enfriada rápidamente (templada desde el recocido), entonces se obtiene a temperatura ambiente una fase β metaestable, donde los átomos de Berilio se encuentran sustitucional o intersticialmente.

Las fases presentes en los diagramas de fase, que se podrían presentar en este material ternario de acuerdo a su composición, se describen a continuación. Para las aleaciones binarias Cu-11,8 %p.Al y Cu-0,5 %p.Be, en la Tabla 2-1, se nombran las fases, fórmula, simetría, la designación de la estructura cristalina mediante un método de símbolos y se muestra el prototipo, que corresponde a un ejemplo de la estructura cristalina.

TABLA 2-1: DESCRIPCIÓN DE FASES DE INTERÉS EN LA ALEACIÓN CU-11,8%P.AL

Aleación	Fase	Fórmula	Simetría	Símbolo	Prototipo
CuAl	β	$\beta AlCu_3$	BCC	A2	W
	γ	—	FCC	A1 o A13	Cu o β -Mn
	γ_2	Al_4Cu_9	C	$D8_3$	Al_4Cu_9
CuBe	γ, γ_1	$\beta BeCu_2$	BCC	A2	W
	γ_2	$\gamma BeCu$	Ord BCC	B2 o $L2_0$	CsCl

Cuando la aleación es sustitucional (y también intersticial) se pueden presentar dos tipos de soluciones, ordenada en la que los átomos A y B están ordenados en un patrón regular, o desordenada en la que los átomos A y B están en posiciones aleatorias.

El cobre posee una red cristalina cúbica centrada en las caras (FCC) al igual que el aluminio y la del berilio es hexagonal compacta (HC). Sin embargo cuando estos elementos se unen como en la aleación en estudio se generan varios ordenamientos que difieren del particular que presentan cada uno de los elementos puros. Estos diferentes ordenamientos han sido encontrados para varias aleaciones y en particular para las dos fases binarias de la Tabla 2-1, donde son diferenciadas por un símbolo particular.

Los símbolos que se presentan en la tabla anterior corresponden a una forma de identificar la estructura de la red cristalina que se pueden presentar en las aleaciones y esta forma particular es la designación Strukturbericht. También otra forma de designación corresponde al método Pearson.

El método de Strukturbericht permite especificar la estructura de un cristal. La designación de cada estructura está dada por letras, la estructura A corresponde a un ordenamiento monoatómico, la B son diatómicos con igual número de átomos de cada tipo y así sigue la secuencia para estructuras más complicadas. La Tabla 2-2 muestra la correspondencia entre la designación Strukturbericht y el tipo de cristal que se puede generar para dos elementos A y B.

TABLA 2-2: DESIGNACIÓN DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS STRUKTURBERICHT

Designación de Strukturbericht	Tipo de cristal
A	Elemento
B	Compuesto AB
C	Compuesto AB_2
D	Compuesto A_mB_n
E, F, G, H, ... , K	Compuestos más complejos
L	Aleación
O	Compuestos orgánicos
S	Silicatos

Para la aleación ternaria en estudio, y en otras de composición similar, se han encontrado por microscopía electrónica de transmisión varios ordenamientos que puede presentar la austenita dependiendo de la composición, la temperatura y el tratamiento térmico. La literatura indica que estas aleaciones ternarias están caracterizadas por una fase β estable a alta temperatura con una celda unitaria BCC (cúbica centrada en el cuerpo) desordenada, denominada A2. Esta designación está en contradicción con la definición dada en la Tabla 2-2, ya que se está hablando de una aleación ternaria y además una estructura tipo A no puede ser desordenada. Es probable que esta designación se deba a cuestiones históricas solamente.

Bajo la temperatura eutectoide (alrededor de 450°C) la estructura evoluciona a una tipo BCC ordenada B2 (de prototipo CsCl) y a más baja temperatura se alcanza la estructura ordenada D03 (fase β_1). HERNÁNDEZ et al. (2006) determinó para la aleación Cu-22 %p.Al-0,5 %Be, que la estructura D03 es la más representativa, ya que los átomos de Be substituyen una pequeña porción de átomos de Cu.

2.6.2. PROPIEDADES MICROESTRUCTURALES DE ALGUNAS ALEACIONES DE CU

En el estudio desarrollado por MONTECINOS et al. (2008), se trabajó con una probeta de composición nominal Cu-11,4 %p.Al-0,5 %p.Be aproximadamente a 20°C, de sección útil de 3mm de diámetro y distintos tamaños de grano, encontrándose que el esfuerzo de transformación sigue la relación tipo Hall-Petch.

$$\sigma_S = 26,8 + 24,5 \left(\frac{d}{t} \right)^{-0,5} \quad \text{ECUACIÓN 2.9}$$

- d: Tamaño de grano.
- σ_S : Esfuerzo donde comienza la transformación martensítica.
- t: Grosor.
- d/t: Relación del tamaño de grano/grosor.

La razón de este comportamiento radica en que los bordes de grano actúan como una barrera para la propagación del esfuerzo de corte entre grano y grano, por lo tanto a menor tamaño de grano, mayor es la cantidad de esta barrera, luego el esfuerzo para inducir la transformación necesariamente debe ser mayor. Este mismo tipo de relación ha sido reportado para otras aleaciones, SURE & BROWN (1984) encontró una pendiente de 19,64 para el CuAlNi y ADNYANA (1986) encontró una pendiente de 7,75 para el CuZnAl.

También se ha estudiado la pendiente pseudoelástica. MONTECINOS et al. (2008) encontró una pendiente de 0,25 GPa para la aleación CuAlBe, SURE & BROWN (1984) encontró un valor de 1,29 GPa para el CuAlNi y SOMERDAY et al. (1997) encontró un valor de 4,6 GPa para el CuZnAl.

Los trabajos más extensos acerca de las propiedades mecánicas en la aleación Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be que se encontraron, fueron desarrollados por MIR (2006) y MARIVIL (2007). En ellos se estudió alambres de 0,5mm de diámetro y comprobaron que el comportamiento superelástico depende del tamaño de grano. El esfuerzo de transformación aumenta con un menor tamaño de grano, aunque las propiedades mecánicas son afectadas negativamente cuando el tamaño del grano es demasiado grande, pero el fenómeno de fractura para ninguno de los casos es intergranular, lo que es positivo.

Dado que estos estudios se llevaron a cabo con alambres de diámetro tan pequeño, es probable que el alambre no se comporte isotrópicamente, lo que podría explicar en parte la gran dispersión encontrada en el módulo de Young. En un monocristal cualquiera, los parámetros mecánicos de módulo de Young, límite de fluencia, esfuerzo UTS y esfuerzo de fractura dependen de la orientación con respecto al eje de aplicación del esfuerzo, luego en un alambre de 500 μ m de diámetro y con los tamaños de granos considerados en estos dos estudios (entre 80 y 260 μ m), se tienen muy pocos granos en cada sección transversal, pero debería existir un factor adicional de compensación, tendiendo a la isotropía, en las secciones transversales sucesivas a lo largo del alambre, sin embargo no se puede asegurar que el alambre se comporte totalmente de forma isotrópica.

En un estudio sobre un monocristal de la aleación superelástico Cu-14,1p.Al-3,9 %p.Ni se comprobó que los parámetros mecánicos dependen de su orientación con respecto al eje de

aplicación del esfuerzo. HORIKAWA et al. (1988) encontró que tanto el módulo de Young como la deformación de transformación (límite superelástico) cambian con esta orientación.

2.7. EFECTO DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN ALEACIONES SUPERELÁSTICAS

La transformación martensítica tiene asociado un calor latente que influye en el comportamiento superelástico de estas aleaciones. Este efecto es estudiado y modelado matemáticamente sobre aleaciones base Cobre en el trabajo desarrollado por ENTEMEYER et al. (2000).

Desde un punto de vista metalúrgico, la transformación martensítica es una transformación independiente del tiempo. Placas individuales crecen o se encogen a la velocidad del sonido. La morfología de la fase martensítica está directamente relacionada con la naturaleza de los parámetros de control. Placas auto acomodadas crecen cuando la transformación es puramente inducida térmicamente y una microestructura orientada es producida cuando se imponen grandes esfuerzos. Las variaciones en el campo de esfuerzo generado en el material son producidas por heterogeneidades internas como son las condiciones de carga (torsión tracción, etc.). Las variaciones, que se pueden denominar como intrínsecas, se originan a partir de incompatibilidades producidas en la transformación martensítica. La estructura de granos en materiales policristalinos e interacciones entre las placas de martensita son responsables de esas incompatibilidades.

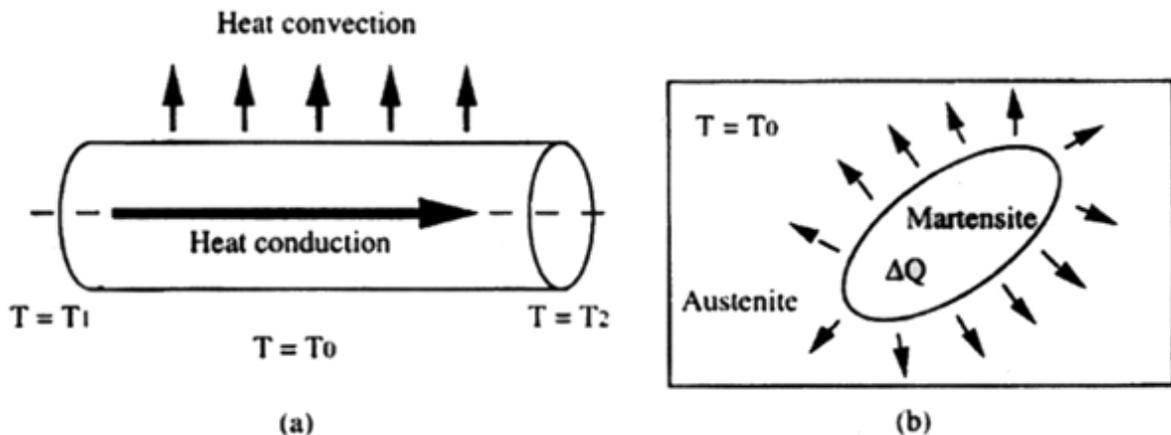


FIGURA 2-31: DIFERENTES ORÍGENES PARA LAS HETEROGENEIDADES OBSERVADAS EN ALEACIÓN CON MEMORIA DE FORMA. (A) HETEROGENEIDADES EXTRÍNSECAS GENERADAS POR CONDICIONES DE BORDE TÉRMICAS Y FACTORES GEOMÉTRICOS. (B) HETEROGENEIDADES INTRÍNSECAS ORIGINADAS POR EL CALOR LATENTE DE LAS TRANSFORMACIONES. ENTEMEYER ET AL. (2000)

Asimismo, también se presentan heterogeneidades en el campo de temperatura que tienen un origen tanto extrínseco como intrínseco.

Las variaciones extrínsecas son originadas por condiciones de borde térmicas heterogéneas o por las particularidades de la Figura 2-31. Heterogeneidades intrínsecas están directamente relacionadas con las características de la transformación martensítica, grandes producciones de calor están asociadas a la transformación desde austenita a martensita, así como también a un efecto endotérmico equivalente, está asociado con la transformación inversa.

Este calor latente afecta enormemente el campo de temperatura dentro del material y es capaz de producir una muy sensible influencia en el comportamiento superelástico. La importancia relativa de la evolución de la temperatura generada de esa manera está directamente relacionada con la transferencia de calor entre el espécimen, donde ocurre la transformación, y el medio ambiente que lo rodea.

La transferencia de calor depende de varios factores: naturaleza del medio ambiente (líquido o gas), convección forzada o natural, forma geométrica y razón de aspecto del espécimen. Todos estos factores están íntimamente relacionados en la resolución de la ecuación de transferencia de calor asociada con el problema considerado. Debido a la dependencia temporal de esta ecuación, la velocidad de deformación se convierte en un parámetro importante en términos de determinar el comportamiento macroscópico resultante.

La Figura 2-32, muestra esquemáticamente, la influencia de la tasa de deformación en la curva esfuerzo-deformación y la evolución de las temperaturas M_f y M_s en función del esfuerzo, según una pendiente $d\sigma = dT$ de la relación Clausius-Clapeyron. En el caso isotérmico, la carga aumenta sin inducir aumento de la temperatura en el espécimen y por lo tanto la transformación martensítica finaliza cuando $M_f = T_{ext}$, en cambio, cuando la velocidad de deformación y/o las condiciones de transferencia de calor se aplican, el calor latente contribuido por la transformación influencia la temperatura de la probeta. Cualitativamente, la influencia de la velocidad de deformación se incrementa cuando la pendiente $d\sigma = dT$ o el intervalo $M_f - M_s$ se incrementan.

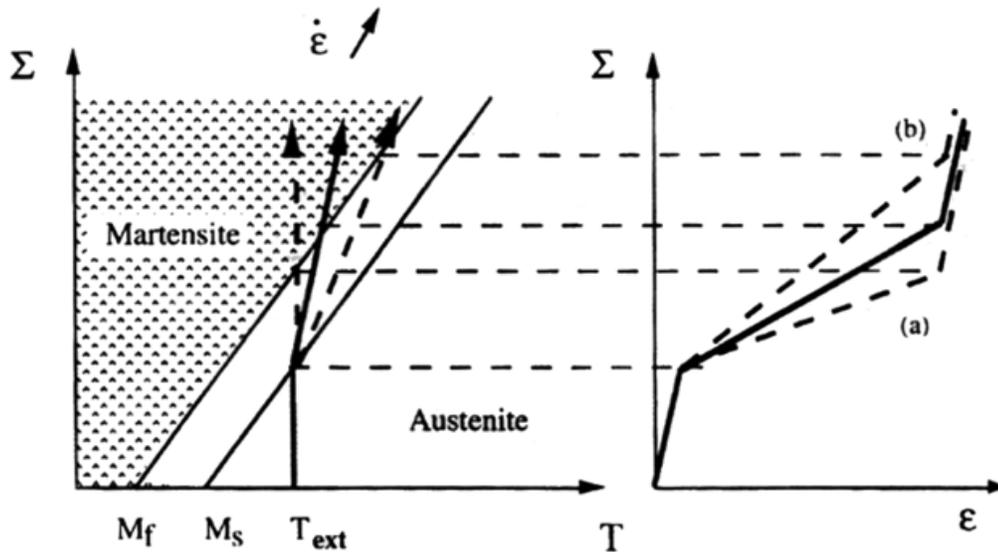


FIGURA 2-32: EL EFECTO EXOTÉRMICO DE LA TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA EN ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA DURANTE LA CARGA A TEMPERATURA T_{ext} . INCREMENTA LA TEMPERATURA DEL MATERIAL Y POR LO TANTO SE REQUIERE UN ESFUERZO MAYOR PARA FINALIZAR LA TRANSFORMACIÓN. LAS CURVAS ESFUERZO-DEFORMACIÓN EN CONDICIONES (A) ISOTÉRMICA Y (B) ADIABÁTICA SON LOS LÍMITES MÍNIMOS Y MÁXIMOS PARA LA CURVA REAL. ENTEMEYER ET AL. (2000).

El análisis matemático desarrollado en ENTEMEYER et al. (2000) permite derivar la cinética de la transformación martensítica respecto a la evolución de la temperatura y el esfuerzo aplicado. Sin embargo, en ese trabajo se supuso que la temperatura evoluciona homogéneamente en todo el volumen del material, lo cual es cierto solamente para velocidades de deformación pequeñas, menores a $1,4 \times 10^{-2} Hz$.

A continuación se dará una descripción de los fundamentos y características de las técnicas experimentales utilizadas durante la realización de esta Tesis.

2.8.1. 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 micro estructura 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 porta muestra tiene controles para desplazar y rotar la muestra, de modo de ubicarla apropiadamente frente al haz de electrones.

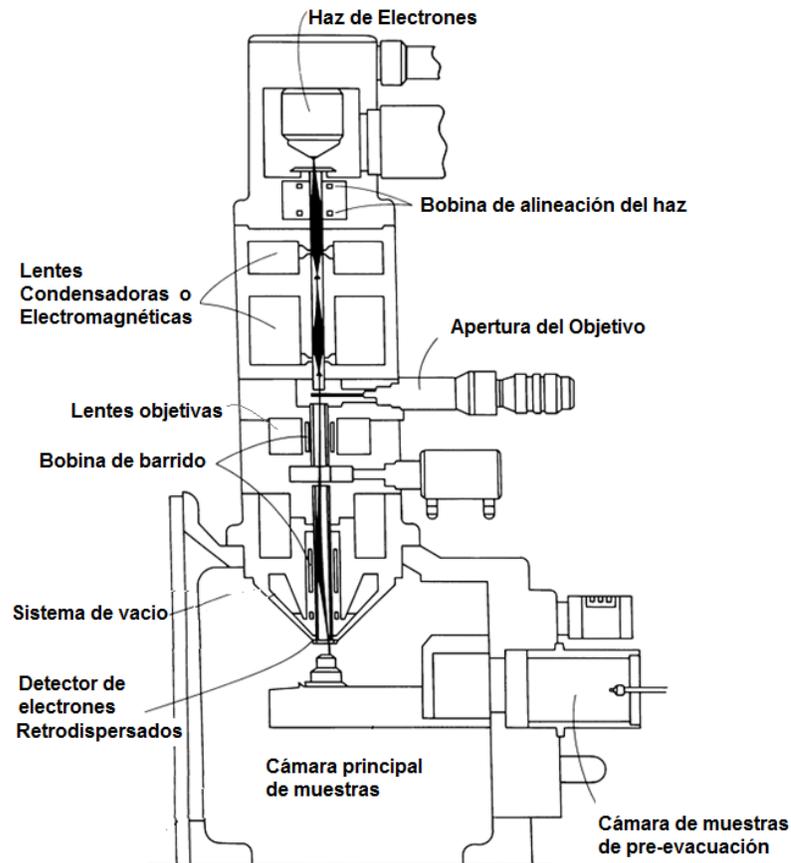


FIGURA 2-33: SECCIÓN TRANSVERSAL ESQUEMÁTICA DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO.

En la Figura 2-33 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 electromagnéticos del microscopio. En seguida, al pasar a través de los lentes condensadores 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 los lentes condensadores 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 2-34). 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).

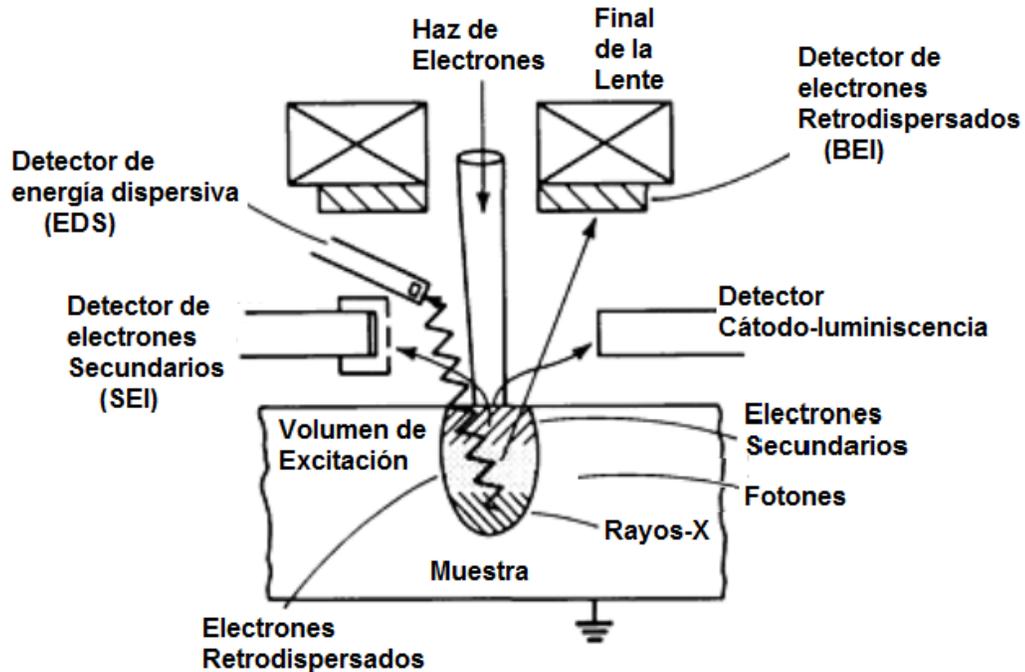


FIGURA 2-34: ORIGEN Y DETECCIÓN DE SEÑALES DE DATOS (HANDBOOK METALS).

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 μm . 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. [12]

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 colectar los Rayos X generados por la muestra y realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra, ver Figura 2-34.
- Detector por Cátodo-luminiscencia es de especial valor para los materiales semiconductores.

2.8.2. TRATAMIENTO TÉRMICO

Se conoce como tratamiento térmico al conjunto de operaciones de calentamiento y enfriamiento, bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo de permanencia, velocidad, presión, de los metales o las aleaciones en estado sólido, con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas, especialmente la dureza, la resistencia y la elasticidad.

El tratamiento térmico tiene el fin en esta tesis de inducir el efecto de memoria de forma en la aleación. Para recuperar la martensita remanente en la aleación y poder analizar distintos factores como la recuperación o la fracción volumétrica de las fases en volumen.

2.8.3. NANOINDENTACIÓN

Los métodos convencionales de obtención del valor de dureza de un material se basan en la medida óptica de la huella residual que queda sobre la muestra después de aplicar sobre ella una carga normal. Dicha carga se aplica por medio de un indentador de diamante con una geometría piramidal (Vickers o Knoop), según se indica en la Figura 2-35. El valor de dureza para dicho material se calcula dividiendo la carga aplicada por el área de la huella residual.

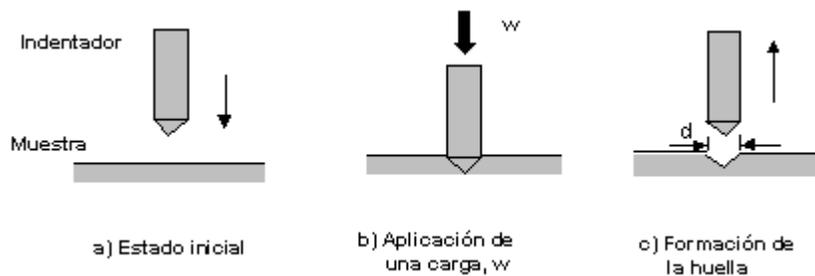


FIGURA 2-35: ESQUEMA DE PROCESO DE MEDICIÓN DE DUREZA.

Una medida de indentación se convierte en nanoindentación cuando el tamaño de la huella residual es demasiado pequeña para ser resuelta con precisión mediante microscopía óptica. Esto sucede habitualmente en medidas de dureza de capas finas donde es necesario usar cargas muy bajas (décimas de mN) para evitar la influencia de sustrato. Generalmente, se acepta el criterio de que el indentador no debe penetrar más de un 10% en el espesor de la capa para evitar la influencia del sustrato en el valor de dureza de la propia capa. La medida de nanoindentación implica un registro continuo del desplazamiento del indentador (profundidad) y de la carga aplicada.

La nanoindentación es la prueba de dureza llevada a cabo en la escala de longitudes nanométricas. Se utiliza una punta pequeña para indentar el material de interés. La carga impuesta y el desplazamiento se miden de manera continua con una resolución de micronewtons y subnanómetros, respectivamente. La carga y el desplazamiento se miden a través del proceso de indentación. Las técnicas de nanoindentación son importantes para la medición de las propiedades mecánicas en aplicaciones microelectrónicas y para la deformación de estructuras a micro y nanoescala. Los nanoindentadores incorporan microscopios ópticos. La dureza y el módulo de elasticidad se miden utilizando la nanoindentación.

Las puntas de los nanopenetradores vienen en una variedad de formas. A una forma común se le conoce como penetrador de Berkovich, el cual es una pirámide con 3 lados. A continuación, en la Figura 2-36 se ven distintos tipos de puntas indentadoras.

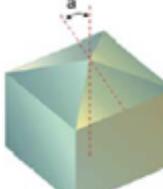
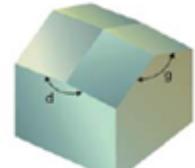
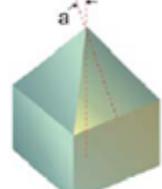
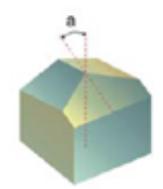
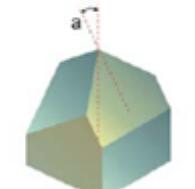
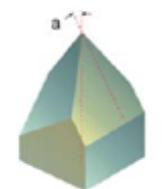
<p>VICKERS FV</p> 	<p>KNOOP INDENTER FK</p> 	<p>4-SIDED CUSTOM FD</p> 	<p>END LINE TEM micrograph</p> 
<p>Indentador Vickers estándar: $a=68,00^\circ$</p>	<p>Indentador Knoop estándar, definido por 2 ángulos: $d=172,5^\circ$ y $g=130^\circ$</p>	<p>Indentador de 4 lados personalizado: $80^\circ > a > 20^\circ$</p>	<p>Indentadores Micro Star, línea máxima de conjunción: 400nm</p>
<p>BERKOVICH TB</p> 	<p>CUBE CORNER TC</p> 	<p>3-SIDED CUSTOM TD</p> 	<p>SHARPNESS TEM micrograph</p> 
<p>Berkovich: $a = 65,03^\circ$ Mod. Berkovich: $a=65,27^\circ$</p>	<p>Cube corner: $a = 35,26^\circ$</p>	<p>Indentador de 3 lados personalizado: $80^\circ > a > 20^\circ$</p>	<p>Indentadores agudos Micro Star de 3 lados, radio de punta < 50nm</p>
<p>CONE TIP VS</p> 	<p>POINT SHARPNESS TEM micrograph</p> 	<p>FLAT END CONE VP</p> 	<p>ROUND END CONE VR</p> 
<p>Ángulo cónico: $20^\circ > c > 140^\circ$</p>	<p>Indentador agudo Micro Star, radio del cono < 300nm</p>	<p>Punta plana desde 500nm de diámetro a mayores compatibles</p>	<p>Punta esférica desde 500nm a mayores compatibles</p>

FIGURA 2-36: TIPOS DE PUNTA PARA NANOIDENTADORES.

Cada una de estas puntas tienen distintos valores típicos para el ángulo de la punta y factores que se utilizan en expresiones para calcular distintas cosas que se dirán más adelante, en la Tabla 2-3 se muestran los valores de algunos parámetros para distintos tipos de nanoindentadores.

TABLA 2-3: VALORES DE PARÁMETROS PARA ALGUNOS NANOINDENTADORES.

Tipo de indentador	Área proyectada	Semi ángulo (θ)	Ángulo efectivo del cono (α)	Factor de intersección	Factor de corrección geométrica (β)
Sphere	$A \approx \pi 2Rh_p$	N/A	N/A	0,75	1
Berkovich	$A = 3h_p^2 \tan^2 \theta$	65,3 °	70,2996 °	0,75	1,034
Vickers	$A = 4h_p^2 \tan^2 \theta$	68 °	70,32 °	0,75	1,012
Knoop	$A = 2h_p^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1=86,25^\circ$ $\theta_2=65^\circ$	77,64 °	0,75	1,012
Cube Corner	$A = 3h_p^2 \tan^2 \theta$	35,26 °	42,28 °	0,75	1,034
Cone	$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha$	α	α	0,72	1

Al realizar un ensayo, uno obtiene una curva de fuerza versus profundidad del indentador, con la cual se pueden obtener muchos datos importantes sobre el material ensayado. Algunos tipos de resultados de ensayos son mostrados en la Figura 2-37.

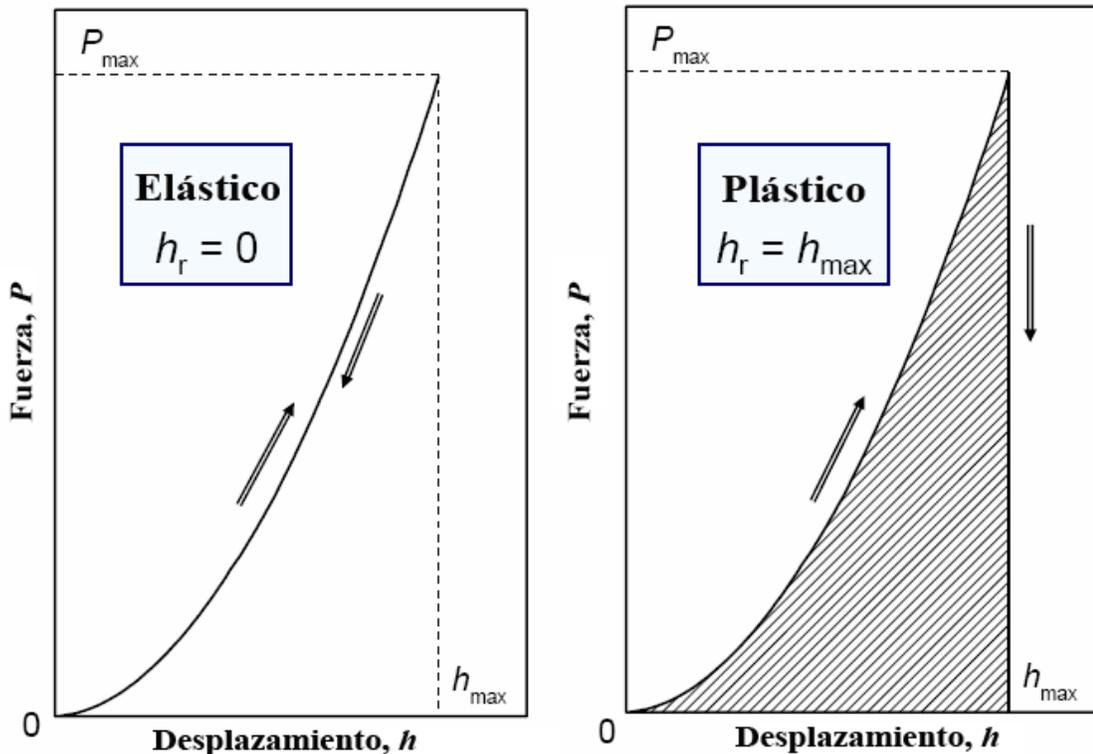


FIGURA 2-37: ESQUEMA DE CURVAS PARA UN MATERIAL ELÁSTICO Y OTRO PLÁSTICO.

En la curva anterior h_r o también conocida como h_f es la profundidad que se alcanza al descargar completamente la fuerza, llamada profundidad final, a partir de ésta y la profundidad máxima alcanzada se puede obtener la profundidad de recuperación h_{rec} , esta se obtiene mediante la Ecuación 2.10.

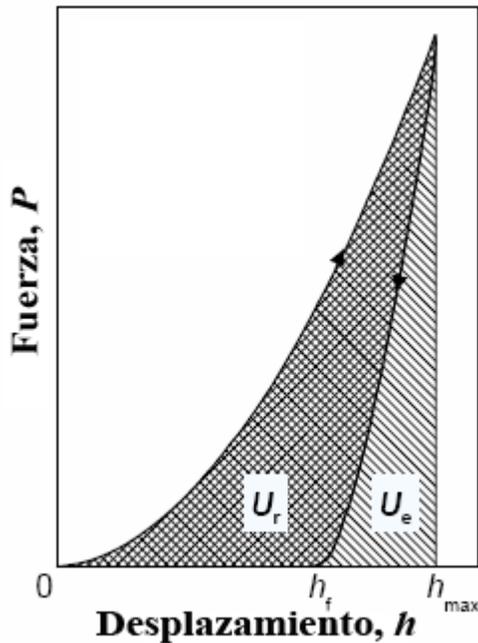
$$h_{rec} = h_{max} - h_f$$

ECUACIÓN 2.10

Donde:

- h_{max} : Profundidad máxima.

Para el caso de los materiales elásticos $h_{rec} = h_{max}$ y por el contrario para los perfectamente plásticos será $h_{rec} = 0$. Sin embargo, la gran mayoría de los materiales tienen un comportamiento elasto-plástico. Una curva típica asociada a este tipo de comportamiento se muestra en la Figura 2-37.



Donde:

- $h_r = h_f$ = Residual / Profundidad final.
- U_e = Energía elástica.
- U_r = Energía disipada (elasto-plástica / inelástica).
- U_{total} = Trabajo total de deformación = $U_e + U_r$.

FIGURA 2-38: CURVA TÍPICA PARA UN MATERIAL ELASTO-PLÁSTICO.

A partir de esta profundidad de recuperación es posible obtener la tasa de recuperación del material η_h , la cual se define de acuerdo a la Ecuación 2.11.

$$\eta_h = \frac{h_{rec}}{h_{max}}$$

ECUACIÓN 2.11

Para seguir con la explicación de los parámetros que es posible obtener a partir de un ensayo de nanoindentación, es necesario comprender qué sucede a medida que se realiza el ensayo y a partir de esto definir nuevas variables para el manejo de los datos. En la Figura 2-39 se puede apreciar que sucede sobre la superficie de la muestra al ser ensayada.

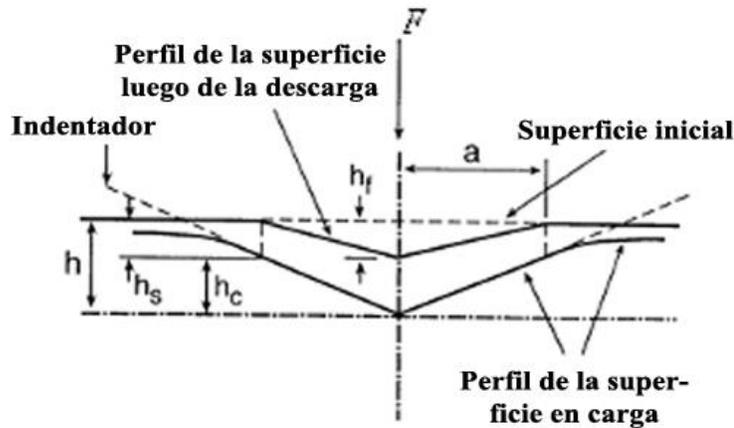


FIGURA 2-39: ESQUEMA DE LA SUPERFICIE EN DISTINTOS PUNTOS DEL ENSAYO.

Donde:

- F o P : Es la carga aplicada.
- P_{max} : Carga máxima aplicada.
- a : Radio del círculo de contacto.
- h : Profundidad de indentación (a P_{max} ; $h = h_{max}$)
- h_c : Profundidad de contacto, distancia vertical a lo largo del lugar de contacto entre la muestra y la punta.
- h_s : Desplazamiento de la superficie en el perímetro de contacto.

También existe la posibilidad de calcular el módulo elástico de la muestra (E), esto sea realiza a partir del módulo reducido (E_r), el cual se calcula a partir de la Ecuación 2.12.

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{a_c}} \quad \text{ECUACIÓN 2.12}$$

Donde:

- S : Es la rigidez de contacto de la parte inicial de la descarga (típicamente evaluada entre un 20% y 95% de la carga máxima P_{max})
- a_c : Área proyectada de contacto a una profundidad h_c .

Luego el módulo elástico (E) queda definido despejando la Ecuación 2.13.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad \text{despejando } E, \quad E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad \text{ECUACIÓN 2.13}$$

Donde:

- ν : Coeficiente de Poisson para el material ensayado.
- ν_i : Coeficiente de Poisson para el material del indentador, usualmente diamante con un valor de 0,07.
- E_i : Módulo elástico del material indentador, usualmente diamante con un valor de 1141 GPa.

La rigidez de contacto S se determina como se muestra en la Ecuación 2.14. Además, para una mayor comprensión de la variable, en la Figura 2-40 se puede visualizar la rigidez en una curva típica de nanoindentación.

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P_{max}} \quad \text{ECUACIÓN 2.14}$$

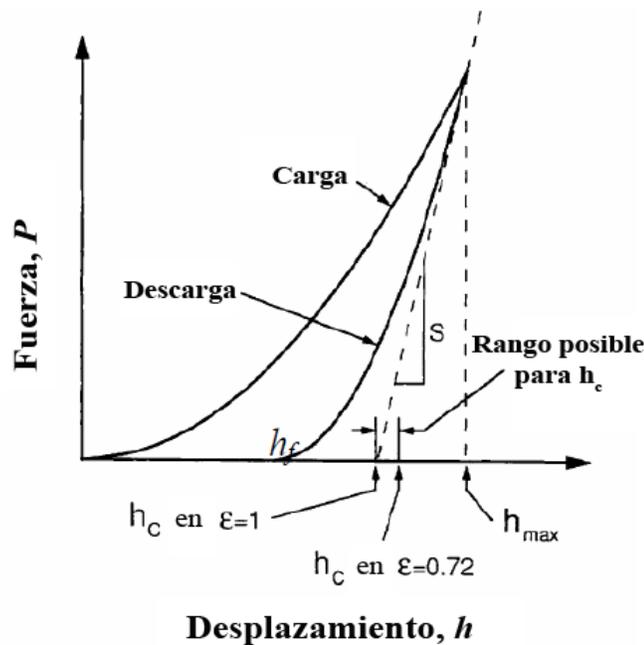


FIGURA 2-40: PARÁMETROS DE UNA CURVA DE NANOINDENTACIÓN.

También es posible determinar una *Presión promedio de contacto* (ACP, por su sigla en inglés *Average Contact Pressure*), como todas las presiones, esta se obtiene dividiendo la carga aplicada P por el área de contacto a_c , tal como se muestra en la Ecuación 2.15.

$$ACP = \frac{P}{a_c} \quad \text{ECUACIÓN 2.15}$$

La carga aplicada P se obtiene directamente de los resultados de la nanoindentación, pero el área de contacto a_c es más complicada ya que depende de la forma de la punta y del nivel de profundidad que se encuentre el indentador en la probeta. Existe un modelo para parametrizar esta área, la cual queda determinada por una ecuación de sexto grado, en cual los parámetros dependen enteramente de la geometría de la punta. Esta relación se muestra en la Ecuación 2.16.

$$a_c = C_0 \cdot h_c^2 + C_1 \cdot h_c + C_2 \cdot h_c^{1/2} + C_3 \cdot h_c^{1/4} + C_4 \cdot h_c^{1/8} + C_5 \cdot h_c^{1/16} \quad \text{ECUACIÓN 2.16}$$

En esta tesis estos parámetros toman los siguientes valores, ya que se utilize una punta de tipo Cube Corner: $C_0 = 2,1461$; $C_1 = 1,4125 \cdot 10^3$; $C_2 = 1,1 \cdot 10^{-5}$; $C_3 = 3,3 \cdot 10^{-5}$; $C_4 = 1,73 \cdot 10^{-4}$; $C_5 = 9,1 \cdot 10^{-5}$.

h_c se puede determinar a partir de la Ecuación 2.17.

$$h_c = h_{max} - h_s = h_{max} - 0,75 \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad \text{ECUACIÓN 2.17}$$

También es posible determinar la dureza del material, la cual está dada por la Ecuación 2.18

$$H = \frac{P_{max}}{a_c} \quad \text{ECUACIÓN 2.18}$$

El tiempo de carga que se realiza es importante, ya que existe un efecto llamado *thermal drift*, la cual es una característica de la electrónica sensible a la temperatura y del aparato completo. Usualmente está en el rango de 0,1 a 1 nm/s. Puede ser estimado y sustraído desde las mediciones para obtener la penetración real. En la Ecuación 2.19 se muestra esta corrección.

$$h_{corregida} = h_{medida} - T_d t \quad \text{ECUACIÓN 2.19}$$

Donde:

- T_d : Es el *thermal drift* en nm/s.
- t : Es el tiempo.

3. METODOLOGÍA

3.1. MATERIALES DISPONIBLES

El presente estudio contempla la realización de ensayos para distintas probetas. El material utilizado en esta tesis corresponde a una aleación de composición nominal Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be adquirida de la empresa francesa Tréfinmetaux. A continuación se especificará cuáles eran todas las muestras disponibles para la realización de esta tesis:

1. 3 probetas de Cu-Al-Be con 2 milímetros de espesor. Con el fin de poder realizar una mayor cantidad de ensayos y de disminuir la sección transversal de la probeta para ajustarse a la fuerza realizable por la máquina de tracción a utilizar, se cortaron por la mitad de manera transversal, resultando 6 probetas. En la Figura 3-1 se muestra la denominación que se usará para estas probetas.

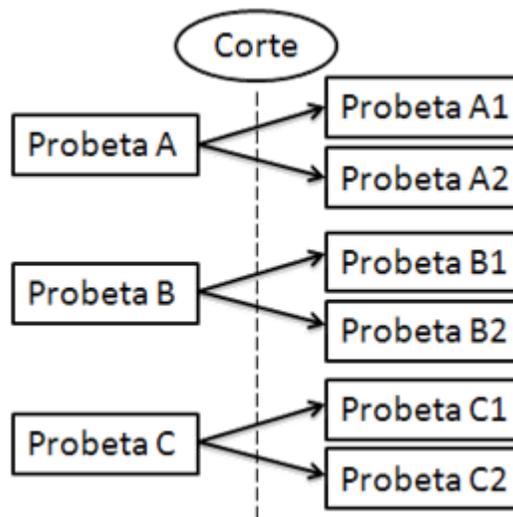


FIGURA 3-1: DENOMINACIÓN DE LAS PROBETAS PLANAS

Las probetas tienen la siguiente forma, tal como se muestra en la Figura 3-2.

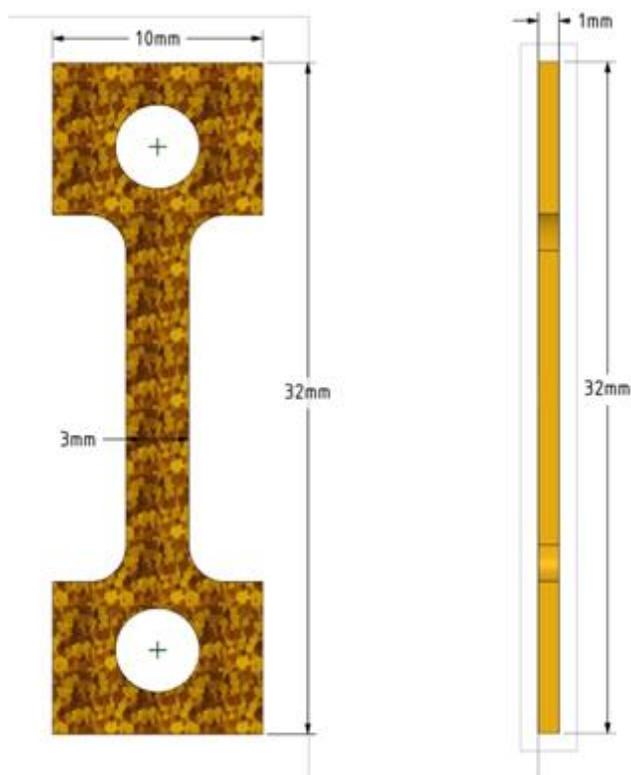


FIGURA 3-2: ESQUEMA DE LAS PROBETAS PLANAS.

2. Se cuentan con pequeños pedazos cilíndricos del estudio de la Tesis de Alicia Durán, con distintos niveles de deformación. En la Tabla se especifican las dimensiones y estados de deformación de las diferentes muestras.

TABLA 3-1: PEDAZOS DISPONIBLES DE LA TESIS DE A. DURÁN.

Deformación [%]	Diámetro [mm]	Alto [mm]
0	3,4	600
2,5	3,4	7
5	3,4	4,5 y 4*
6,5	3,4	8,5
9	3,4	4 y 1*
10,5	3,4	5
10,7	3,4	4

*Quiere decir que son 2 pedazos diferentes.

3. Una barra sin deformar de 15 mm de diámetro y 500 mm de alto (de aquí en adelante referenciada como Barra 1).
4. Una barra sin deformar de 3,5 mm de diámetro y 400 mm de alto (de aquí en adelante referenciada como Barra 2).

El plan de trabajo se divide en diversas ramas de estudio, para obtener los objetivos planteados. A continuación se da una lista de las tareas designadas para las distintas muestras disponibles:

1. Primero que todo, se pulirán las probetas y se les dará un ataque químico para obtener un contraste de granos suficiente.
2. Luego, se verificará mediante microscopía óptica el estado de las probetas y su granulometría.
3. Se contempla la realización de ensayos de tracción con microscopía in-situ para las probetas A1, A2, B1, B2, C1 y C2. A continuación se dará el detalle del plan para cada una:
 - a. A1: Ensayo hasta la fractura con 3 detenciones para obtener imágenes por microscopía óptica.
 - b. A2: Ensayo con 3 ciclos de carga y descarga, para finalmente traccionar hasta la fractura.
 - c. B1: Ensayo con 10 ciclos de carga y descarga, quedando en un estado de alta deformación pasado el límite post superelástico.
 - d. B2 y C1: Ensayo con microscopía in-situ, realizando un video del ensayo y del comportamiento de los granos hasta la fractura.
 - e. C2: De reserva en caso de querer corroborar un resultado.
4. Tracción de barras cilíndricas, que fueron sacadas de la Barra 2, con medición de temperatura superficial en tres puntos de la probeta. A continuación se dará el detalle del plan para cada una:
 - a. Prueba: Una probeta de prueba la cual se cicló a distintos niveles de deformación.
 - b. 4% y 9,5%: Dos probetas que se llevan hasta una deformación del 4% y 9,5% respectivamente, que luego son descargadas midiendo en todo momento su temperatura en 3 puntos.
 - c. Fractura 1 y 2: Dos probetas se llevan hasta la fractura midiendo su temperatura en 3 puntos.
 - d. Estudio de amortiguamiento, realizando distintos ciclos para deformaciones impuestas crecientes hasta alcanzar la fractura con medición de temperatura en 1 punto.
5. SEM
 - a. B2 y C1: Observación para reconocer mecanismos de fractura, concentración de martensita, entre otros.
6. TT: Se contempla realizar tratamiento térmico a distintas probetas con variados niveles de deformación, para analizar su recuperación en volumen debido a la transformación de la martensita reversible.
7. NANOINDENTACIÓN
 - a. Análisis sobre muestras con 0% de deformación provenientes de la Barra 1.
 - b. Análisis sobre muestras de fractura con un 10,5% de deformación proveniente de las muestras de A. Durán.

3.3. PREPARACIÓN DE PROBETAS

La preparación de probetas se divide en las probetas planas utilizadas para microscopía *in-situ* y las cilíndricas para ensayos de tracción, análisis de DSC y TT.

3.3.1. PROBETAS PLANAS

Las probetas planas que serán utilizadas en ensayos de tracción con microscopía *in-situ*, fueron pulidas y atacadas químicamente con el fin de obtener la mejor visión posible del proceso que sucede en y entre los granos de la aleación.

Es un trabajo metódico que contó con las siguientes etapas:

1. Se pulieron mediante lijas al agua, desde una de grano 220 hasta llegar a 1500, de manera sucesiva en el taller Molina de la Universidad de Chile. Las lijas utilizadas se aprecian en la Figura 3-3 y la máquina utilizada se ve en la Figura 3-4.



FIGURA 3-3: LIJAS UTILIZADAS EN EL PROCESO DE PULIDO.



FIGURA 3-4: MÁQUINA PARA PULIR CON DISCOS DE LIJA AL AGUA.

2. Pulir con polvos de alúmina de 1, 0,3 y 0,05 micrones sucesivamente. Los polvos utilizados se muestran en la Figura 3-5 y la máquina de trabajo se muestra en la Figura 3-6.



FIGURA 3-5: POLVOS DE ALÚMINA UTILIZADOS.



FIGURA 3-6: MÁQUINA PARA PULIR CON PAÑOS Y POLVOS DE ALÚMINA.

3. Y por último un ataque químico con una solución obtenida desde un libro de metalografía de Vander Voort [18] que cuenta con los siguientes componentes cada 80ml de mezcla aproximadamente:
 - a. 5 g de $FeCl_3$.
 - b. 15 ml de HCl .
 - c. 60 ml de etanol.
4. Este proceso fue revisado preliminarmente en el microscopio ubicado en el taller, que se muestra en la Figura



FIGURA 3-7: MICROSCOPIO UBICADO EN EL TALLER DE MOLINA.

3.3.2. PROBETAS CILÍNDRICAS

Tanto las probetas cilíndricas de la Barra 2 que posteriormente serán utilizadas en ensayos de tracción como las que se utilizarán para TEM obtenidas de la Barra 1 se cortaron utilizando la cortadora Mecatome T 201 A del Laboratorio de ciencia de los materiales, tal como se muestra en la Figura 3-8.



FIGURA 3-8: MÁQUINA DE CORTE POR DISCO.

Las probetas para ensayos de tracción sólo se cortaron en tamaños entre 100 y 110 mm y para las que serían llevadas a la fractura se les dio un rebaje al diámetro de la zona útil, pasando de un

diámetro de 3,5 mm a uno de 3,4 mm en esta zona. Para las probetas de TEM obtenidas a partir de la Barra 1 fue necesario cortarlas muy delgadas y luego pulirlas muy finas hasta alcanzar un espesor entre 100 y 200 micrones, esto se logra puliéndolas en la máquina LabuPol-5 de Struers en el Laboratorio de ciencia de los materiales con disco al agua y revisando constantemente su espesor, tal como se muestra en la Figura 3-9.



FIGURA 3-9: PROCESO DE PULIDO PARA TEM.

Luego se necesitan cortar los discos de menor diámetro aún para el TEM. Se necesitan que sean de un diámetro de 3mm. Para cortar estos pequeños discos desde los discos delgados obtenidos a partir de la Barra 1 de 15 mm de diámetro, se utilizó una máquina de electro-erosión, el equipo Servo-Met que realiza el corte de las muestras por arco eléctrico. Este se muestra en la Figura 3-10.



FIGURA 3-10: SERVO-MET.

El proceso de electropulido se inicia al alcanzar un espesor manual muy pequeño, idealmente entre a 100 y 200 μm , y se obtiene siguiendo los pasos mencionados anteriormente. La importancia de lo anterior se grafica en las Figura 3-11 y Figura 3-12. A medida que el material es erosionado el ángulo β_1 disminuye, generando cuñas excelentes para TEM. La Figura 3-11 se presenta como ejemplo hipotético del comportamiento que presenta una lámina bajo dichas condiciones, β_1 menor a β_2 debido a la evidente diferencia de espesor entre a y b.

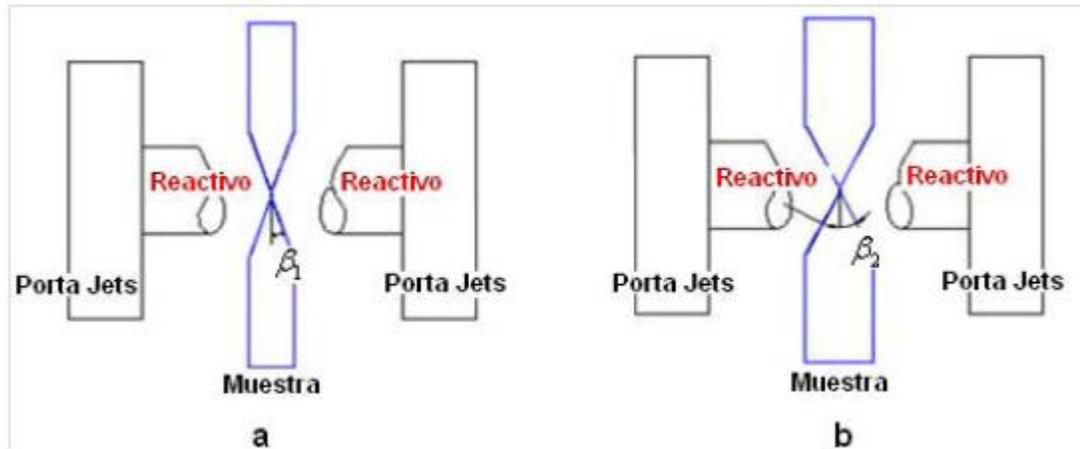


FIGURA 3-11: VARIACIÓN DEL ESPESOR EN UNA CUÑA (A) LÁMINA DELGADA (B) LÁMINA.

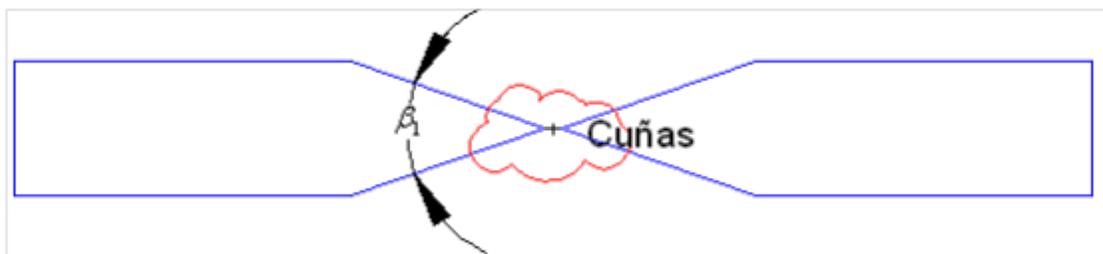


FIGURA 3-12: VARIACIÓN DE LA ZONA DELGADA CON RESPECTO AL ESPESOR.

Finalmente para terminar la preparación para el TEM, estos discos de 3 mm de diámetro y entre 100 y 200 micrones de espesor se tratan mediante electro-pulido. A partir del trabajo de F. Muga, se obtuvo la solución para utilizar en el electro-pulido, que consta de:

- 80% de Etanol.
- 20% de Ácido Nítrico.
- Temperatura de -23°C .
- 45mA de Corriente.
- Voltaje de 12V.
- Flujo de 6.

Siendo los más relevantes las 3 primeras indicaciones, ya que la máquina a utilizar, la TenuPol-5, optimiza las otras variables en un primer barrido. Para utilizar esta máquina se sitúan las probetas en el porta muestras tal como se aprecia en la Figura 3-13.



FIGURA 3-13: MONTAJE DE LÁMINAS AL PORTA MUESTRA.

La TenuPol-5, que se muestra en la Figura 3-14, es un equipo de última generación y avanzada tecnología, diseñado especialmente para la fabricación de láminas delgadas. El equipo incorpora una célula fotoeléctrica como regulador de sensibilidad para detectar la formación del orificio, cuando éste se produce inmediatamente y en forma automática interrumpe el proceso. Lo anterior significa que el flujo de electrolito se detiene inmediatamente para prevenir la pérdida del área delgada.

El equipo cuenta con dos lanza chorros (jets) de diámetro igual a 3 mm, que bombean directamente cada cara de la muestra. Su objetivo es erosionarla hasta lograr un pequeño orificio generalmente en el centro de ésta, o en su defecto en algún punto cercano. Los bordes de los orificios son llamados cuñas y son éstos lo suficientemente delgados para permitir la observación por TEM. Con esto termina la preparación para el TEM.



FIGURA 3-14: EQUIPO DE ELECTROPULIDO TENUPOL-5.

La microscopía óptica se utilizará para medir tamaños de grano, contabilizar la concentración de cada fase para distintos niveles de deformación y como pruebas para el análisis del comportamiento de la aleación camino a la fractura.

La microscopía óptica se realizó en 2 microscopios, el de la Figura 3-7 para las probetas cilíndricas y el de la Figura 3-17 para las probetas planas. Para medir el tamaño de grano en las muestras se utilizó el software ImageJ, en el cual se siguieron 2 metodologías:

- a) La primera consiste en medir el área de cada grano en una imagen tomada en el microscopio. Luego basado en todos los granos observados se obtiene el promedio y una desviación estándar para considerar el error de la medición. Tal como se ve en la primera imagen de la Figura 3-15. El grano se considera como un cuadrado, por lo que el diámetro del grano estará dado por el lado de este cuadrado mostrado en la Ecuación 3.1, mientras que la desviación estándar se muestra en la Ecuación 3.2. Para mostrar el error más representativo se obtiene el rango de 95% de confiabilidad de acuerdo a la Ecuación 3.3.

$$\bar{d} = \sqrt{\bar{A}} \quad \text{ECUACIÓN 3.1}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(d - \bar{d})^2}{n - 1}} \quad \text{ECUACIÓN 3.2}$$

$$95\% IC = \bar{d} \pm 1,96 \left(\frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right) \quad \text{ECUACIÓN 3.3}$$

- d : Diámetro de grano.
- \bar{d} : Diámetro promedio de grano.
- \bar{A} : Área promedio de los granos.
- σ : Desviación estándar.
- n : Cantidad de muestras.

- b) La segunda con el clásico método de líneas horizontales, en el cual se cuentan la cantidad de granos que la línea atraviesa y para determinar el diámetro de estos se divide la longitud de la línea por la cantidad de granos contados. Luego se promedian los resultados para cada línea y se obtiene la desviación estándar, de la misma manera de la Ecuación 3.2 y posteriormente el rango del 95% de confiabilidad de acuerdo a la Ecuación 3.3. En la segunda imagen de la Figura 3-15, se aprecian las líneas horizontales para el conteo de granos.

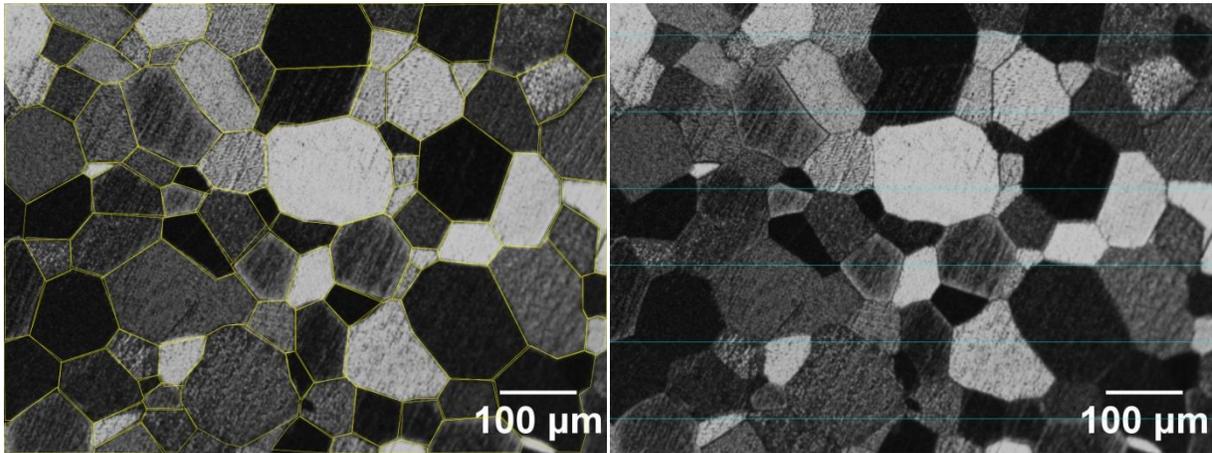


FIGURA 3-15: MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO.

Para medir la fracción volumétrica de austenita y/o martensita en la muestra se usó el método de análisis puntual. Para esto se pone una malla aleatoria sobre la muestra y se cuenta en cuántos puntos de intersección se encuentra la fase que uno busca y luego esta se divide por el total de intersecciones para obtener la concentración en volumen de la fase o componente buscado. En la Figura 3-16 se muestra una imagen con una malla superpuesta para la contabilización de la concentración de las fases.

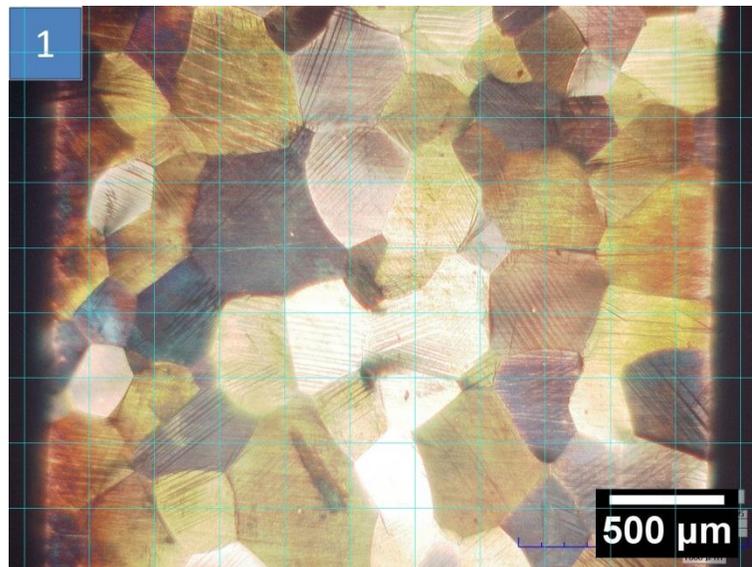


FIGURA 3-16: MÉTODO DE ANÁLISIS PUNTUAL PARA LA FRACCIÓN DE FASE.

3.5. ENSAYOS DE TRACCIÓN CON MICROSCOPIA IN-SITU

Estos en ensayos de tracción de las probetas A1, A2, B1, B2 y C1, fueron llevados a cabo en el Laboratorio de Micro y Nanomecánica para Materiales del Profesor M. Ignat. En el cual hay una máquina de tracción con la posibilidad de ver la muestra mediante microscopía óptica durante el ensayo. Este equipo se puede ver en la Figura 3-17, en la cual se aprecia la máquina de tracción en el centro y el computador de adquisición de datos a su derecha.

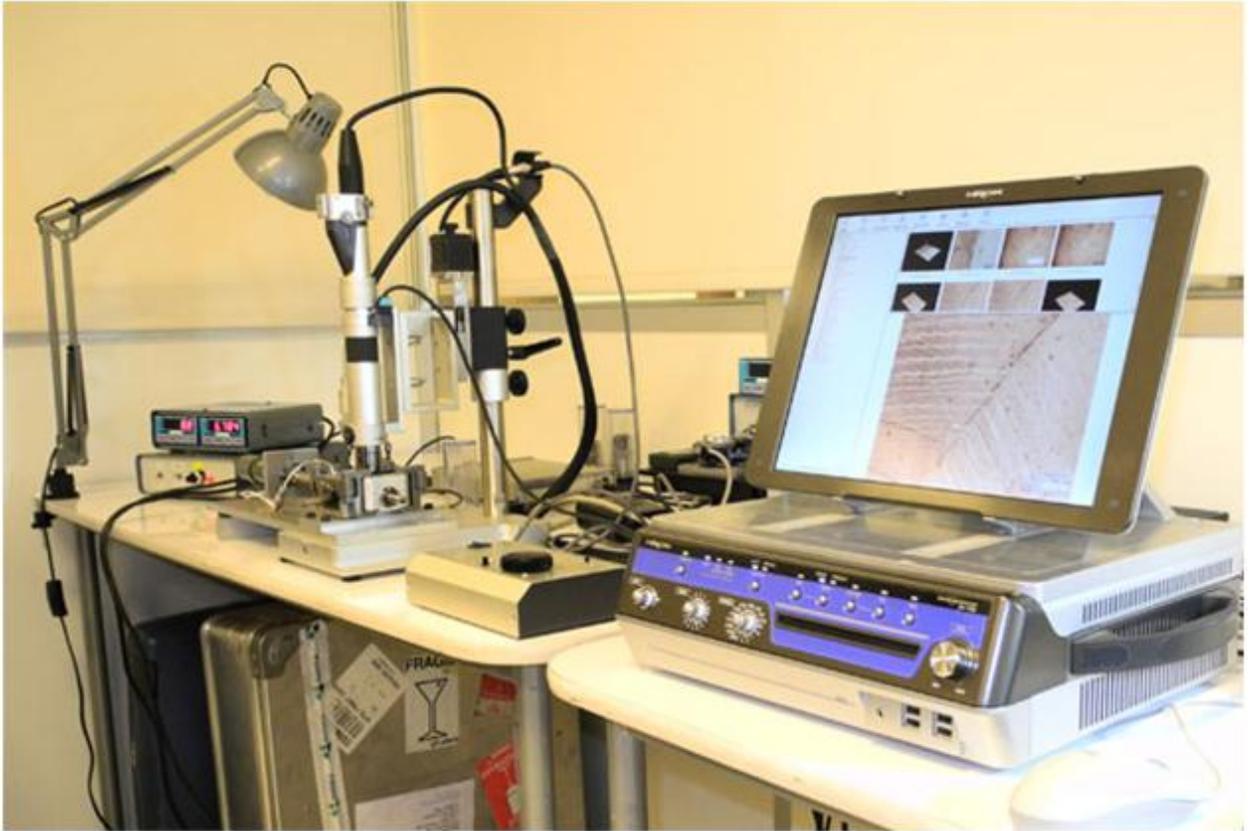


FIGURA 3-17: EQUIPO DE TRACCIÓN CON MICROSCOPÍA IN-SITU.

Luego de haber pulido y atacado químicamente las probetas planas, simplemente se sitúan las probetas en las mordazas de la máquina de tracción y se verifica su buena visibilidad para luego realizar el ensayo correspondiente. A cada probeta se le realizó un ensayo distinto:

1. A1: Ensayo hasta la fractura. Con imágenes estáticas en distintos puntos.
2. A2: Ensayo de 3 ciclos y luego hasta la fractura. Con imágenes estáticas en distintos puntos y una secuencia de fotos periódicas en la parte final hasta la fractura.
3. B1: Ensayo de 10 ciclos. Con imágenes estáticas en distintos puntos.
4. B2: Ensayo hasta la fractura. Con video durante todo el ensayo.
5. C1: Ensayo hasta la fractura. Con video durante todo el ensayo usando disco de luz que preferencia la visión de los granos por sobre el cambio de fase de austenita a martensita.
6. C2: Probeta de reserva.

3.6. ENSAYOS DE TRACCIÓN DE PROBETAS CILÍNDRICAS CON MEDICIÓN DE TEMPERATURA IN-SITU

Esta se realizó en el Instituto de Investigaciones y Control del Ejército (Idic). Una máquina de tracción Instron y con termocuplas anexionadas a la probeta en distintos puntos para captar los cambios de temperatura ocasionados por el cambio de fase durante la tracción de la probeta. Además, para medir la elongación se utiliza un extensómetro Instron. La disposición de la probeta con las termocuplas y el extensómetro se puede apreciar en la Figura 3-18.



FIGURA 3-18: POSICIONAMIENTO DE LA PROBETA CON LAS TERMOCUPLAS Y EL EXTENSÓMETRO CORRESPONDIENTE EN LA MÁQUINA DE TRACCIÓN INSTRON DEL IDIC.

Para la medición de temperatura se utilizó un Datalogger 92000-05 Cole-Parmer de 12 canales, el cual se comunicaba al computador por medio de un cable RJ11/RS232/USB de elaboración propia que se muestra en la Figura 3-19 y el Datalogger que se muestra en la Figura 3-20.

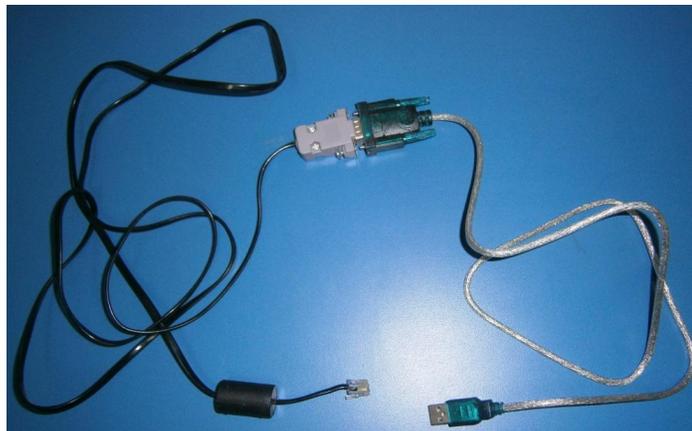


FIGURA 3-19: CABLE RJ11-RS232-USB.

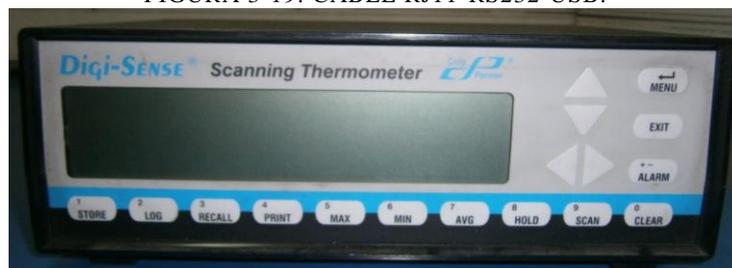


FIGURA 3-20: DATALOGGER COLE-PARMER DE 12 CANALES.

Se utilizó Matlab para la comunicación serial entre el computador y el Datalogger, este se programó gracias al manual del Datalogger, tanto el manual como los programas se pueden encontrar en los Anexos, en particular en el Anexo y Anexo B.

La disposición final de todos estos equipos se muestra en la Figura 3-21.



FIGURA 3-21: DISPOSICIÓN FINAL DE TODOS LOS EQUIPOS PARA EL ENSAYO.

Con esta disposición se realiza el ensayo de tracción mientras se graba por video el ensayo para la posterior coordinación de los valores de la máquina de tracción con los de temperatura obtenidos por el computador portátil.

3.7. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Para realizar SEM en las probetas planas fracturadas, se cortan para que sean de un largo menor de 1 cm, con la máquina cortadora Mecatome T 201 A, que ya fue mostrada en la Figura 3-8. Luego son bien limpiadas para ser observadas en una máquina para SEM Quanta-250. En la Figura 3-22 se puede apreciar este equipo siendo utilizado por C. Nievas.



FIGURA 3-22: C. NIEVAS UTILIZANDO EL SEM.

3.8. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Los tratamientos térmicos fueron llevados a cabo en el Laboratorio de Ciencia de los Materiales, utilizando el horno Nabertherm 30-3000°C mostrado en la Figura 3-23.

Los tratamientos térmicos se realizan sobre pedazos cortados de las probetas cilíndricas. Se trata una muestra de 4%, 9,5% y de fractura a un 13,7%. Estos son cortados con la máquina cortadora Mecatome T 201 A, que ya fue mostrada en la Figura 3-8. Se cortan 2 trozos, uno largo y otro corto de alrededor de 18 mm y 4,5 mm respectivamente. Estos se pulen con el fin de rectificarlos lo más posible, para poder medir su largo lo más exacto posible utilizando un micrómetro.

Una vez que todos los trozos están correctamente medidos, el horno se precalienta hasta una temperatura de 750°C, y luego se insertan los trozos en un porta muestras para luego ser introducidos en el horno, esto a medida que se controla que la temperatura en el horno sea la correcta. Tal como se muestra en la Figura 3-24.

Después de 2,5 minutos se retiran y se templean en agua, para luego ser medidos con un micrómetro nuevamente para ver su largo final.

Además los trozos pequeños se pulen y se atacan químicamente para poder realizar microscopía óptica en ellos.



FIGURA 3-23: HORNO NABERTHERM 30-3000°C.



FIGURA 3-24: PORTA MUESTRAS CON LOS TROZOS A TRATAR Y CONTROL DE TEMPERATURA INTERNA DEL HORNO CON UNA TERMOCUPLA EXTERNA.

3.9. NANOINDENTACIÓN

Esta se llevó a cabo en la Universidad del Bío Bío en un nanoindentador Triboscope Hysitron Nanomechanical test Instrument equipado con un transductor de fuerza mostrado en la Figura 3-25.



FIGURA 3-25: NANOINDENTADOR TRIBOSCOPE HYSITRON NANOMECHANICAL TEST INSTRUMENT.

En la realización estas pruebas se utilizaron muestras con 0% de deformación provenientes de la Barra 1 y muestras de fractura con un 10,5% de deformación ensayada por A. Durán.

Para la preparación de estas muestras fue necesario cortar pequeños trozos de entre 2 y 1 mm de espesor, luego éstas fueron pulidas tratando de lograr el mejor rectificado posible.

El programa a realizar consta de varias mediciones en distintos puntos de la muestra, para obtener diferencias de comportamiento entre la fase austenítica y la martensítica.

Los diferentes programas a realizar se muestran en la Tabla 3-2, para entenderlos es necesario saber que:

- Una Serie consta de un cierto número de Tests realizados con una cierta separación de distancia.
- Un Test se compone de una cantidad de ciclos (a una carga máxima y una velocidad determinada).
- Por ejemplo, una Serie consta de 6 test a una distancia de 5 μm entre cada uno.
- Una muestra se encuentra sin deformar (N1) y la otra a un 10,5% de deformación máxima (N6).

TABLA 3-2: PROGRAMA PLANIFICADO PARA NANOINDENTACIÓN.

Test 1	Cantidad de ciclos	Velocidad de carga [$\mu\text{N/s}$]	Carga Máxima Alcanzada [μN]
Parte (a)	4	15	400
Parte (b)	4	60	2000
Parte (c)	4	120	4000
Test 2	Cantidad de ciclos	Velocidad de carga [$\mu\text{N/s}$]	Carga Máxima Alcanzada [μN]
Parte (a)	2	100	2000
Muestras	Deformación [%]	Separación entre Tests 1 y 2* [μm]	Cantidad de Tests 1 y 2* (Series)
N1	0	5	6
N2	10,5	5	6

A modo de ejemplo, en la Figura 3-26 se muestra la visualización del computador a medida que se realiza un Test 1 en una probeta. Se puede apreciar 4 ciclos, con una carga máxima de 400 μN a una velocidad de carga y descarga de 15 $\mu\text{N/s}$.

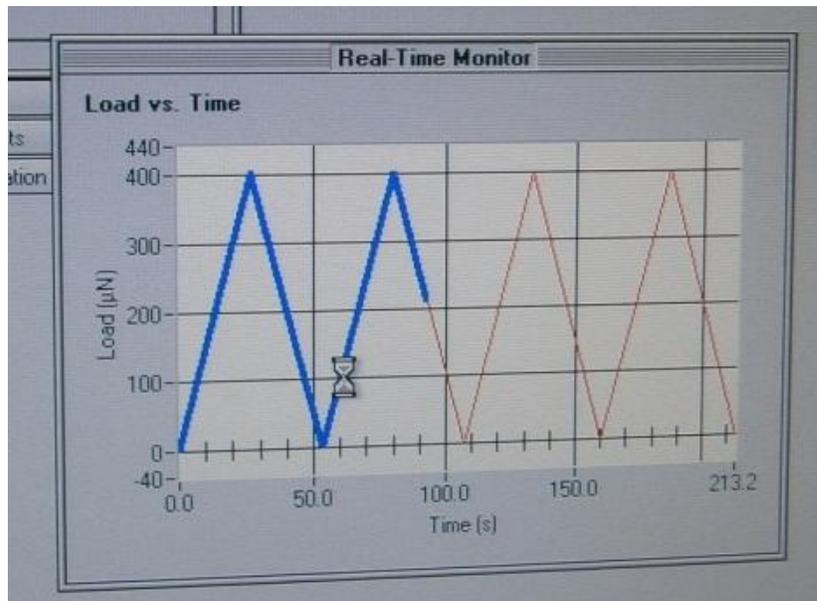


FIGURA 3-26: VISUALIZACIÓN DE UN "TEST 1" EN LA COMPUTADORA.

4. RESULTADOS Y DISCUSIONES

A continuación se mostrarán los distintos resultados obtenidos en esta Tesis.

4.1. ENSAYOS DE TRACCIÓN

En esta sección se verán los distintos resultados para los ensayos de tracción llevados a cabo tanto en probetas planas como en cilíndricas.

4.1.1. PROBETAS PLANAS

Tal como se expuso en la metodología, se realizaron los siguientes ensayos:

1. A1: Ensayo hasta la fractura. Con imágenes estáticas en distintos puntos.
2. A2: Ensayo de 3 ciclos y luego hasta la fractura. Con imágenes estáticas en distintos puntos y una secuencia de fotos periódicas en la parte final hasta la fractura.
3. B1: Ensayo de 10 ciclos. Con imágenes estáticas en distintos puntos.
4. B2: Ensayo hasta la fractura. Con video durante todo el ensayo.
5. C1: Ensayo hasta la fractura. Con video durante todo el ensayo usando disco de luz que preferencia la visión de los granos por sobre el cambio de fase de austenita a martensita.
6. C2: Probeta de reserva.

Existen 2 resultados obtenidos simultáneamente ya que al mismo tiempo que se realizaba la tracción se tomaba microscopía óptica, la cual será mostrada en el próximo subcapítulo para mantener la estructura del informe.

A continuación se muestran los gráficos para las distintas curvas obtenidas, es importante notar que los ensayos se realizaron sin extensómetro, por lo que los resultados originales carecían de sentido, es por esto que fueron escalados a los niveles de deformación y esfuerzos más reales. Esto se realizó midiendo la deformación visualmente gracias a las imágenes de microscopía in situ. Con esta deformación fue posible escalar la curva a sus esfuerzos correspondientes en base a curvas anteriores y de las probetas cilíndricas realizadas con extensómetro, mostradas en la sección siguiente.

La probeta A1 presentaba martensita remanente, lo que evidenciaba un ensayo anterior por sobre el límite elástico, esta probeta se llevó hasta la fractura capturando imágenes para distintas deformaciones. Esta curva de tracción se muestra en la Figura 4-1.

Probeta A1 - 13,2%

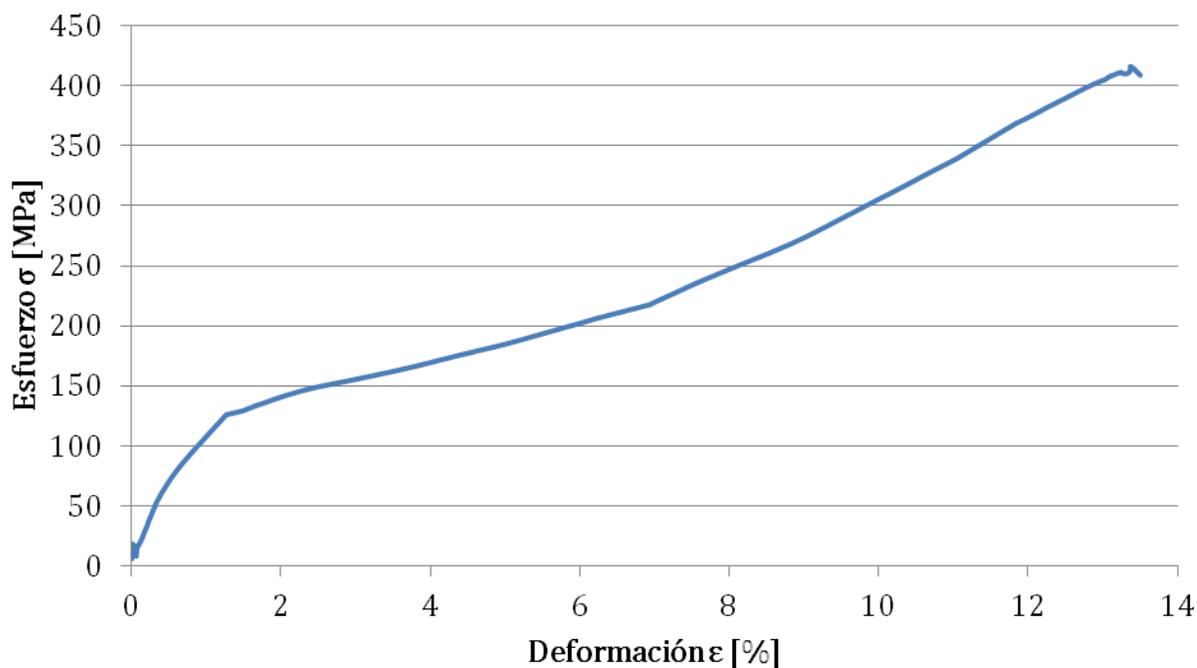


FIGURA 4-1: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA LA PROBETA A1.

La probeta A2, que también presentaba martensita remanente, fue sometida a 3 ciclos de carga y descarga, para posteriormente ser llevada hasta la fractura, capturando imágenes en los máximos y mínimos de deformación para cada ciclo. La curva de esfuerzo-deformación se muestra en la Figura 4-2.

Probeta A2 - 12,8%

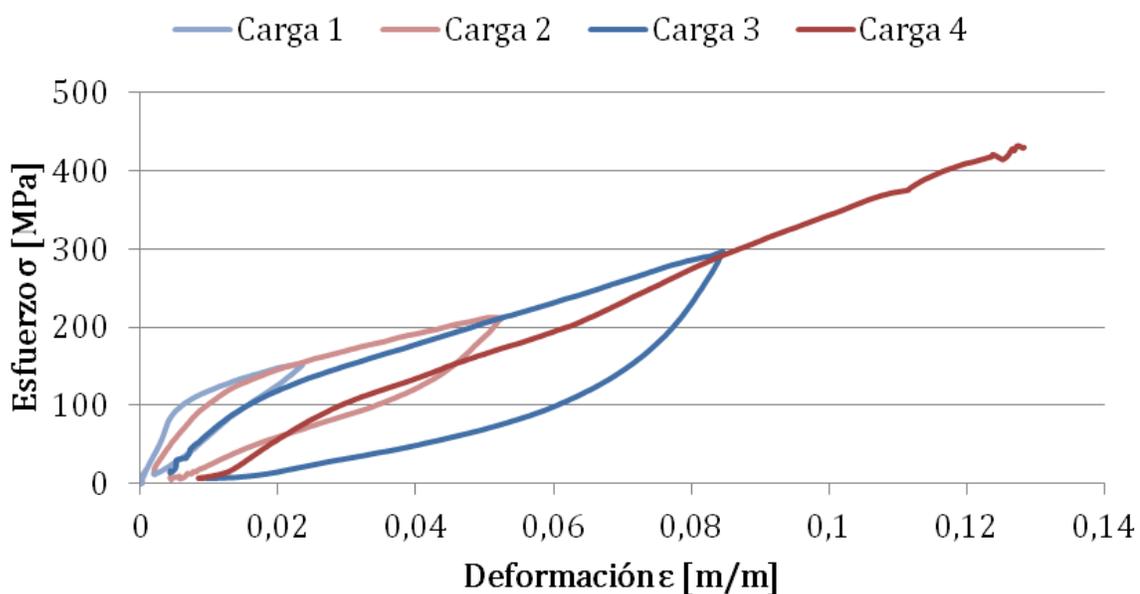


FIGURA 4-2: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA LA PROBETA A2.

La probeta B1 fue sometida a 10 ciclos de carga y descarga para distintos niveles de deformación, tomando imágenes de microscopía óptica tanto en los máximos como mínimos. Esta probeta no presentaba martensita remanente, por lo que se encontraba en un estado sin deformación previa. La curva de esfuerzo-deformación se muestra en la Figura 4-3.

Probeta B1 - 10%

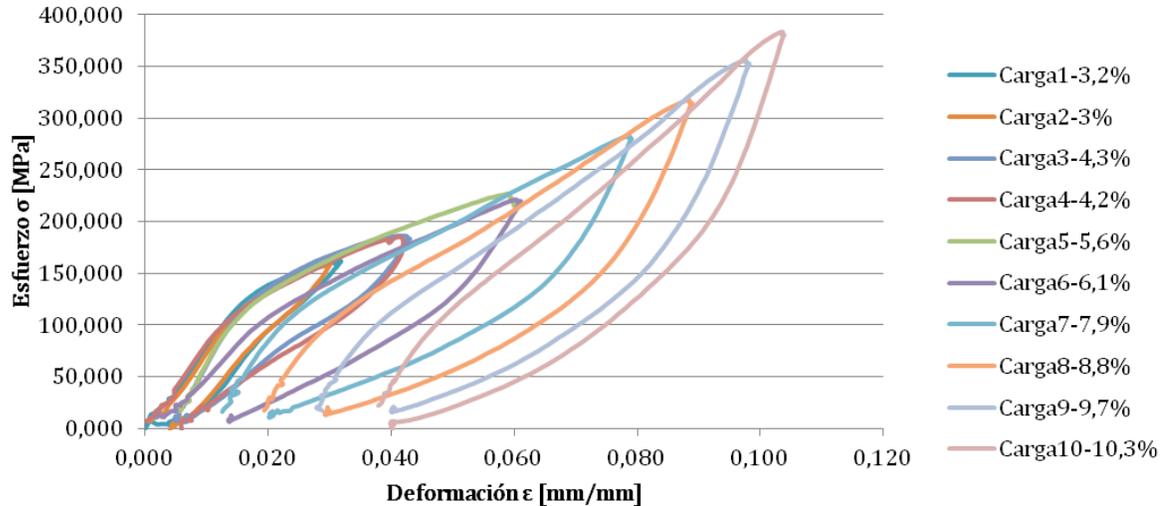


FIGURA 4-3: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA LA PROBETA B1.

La probeta B2, sin deformación previa aparente, fue llevada a distintos niveles de deformación, sin descargar, tomando imágenes por M.O., para finalmente llevarla hasta la fractura capturando un video del proceso. La curva de esfuerzo-deformación para esta probeta se muestra en la Figura 4-4.

Probeta B2 - 12%

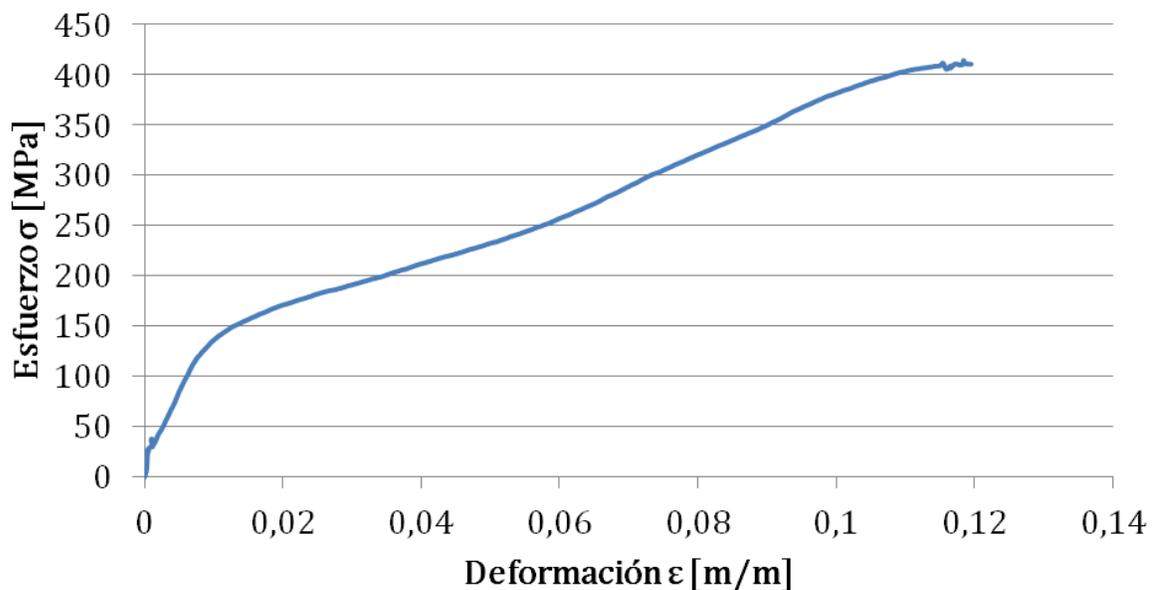


FIGURA 4-4: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA LA PROBETA B2.

La probeta C1, sin deformación previa, fue llevada a la fractura de una sola vez, capturando un video mediante M.O., su curva de esfuerzo-deformación se muestra en la Figura 4-5.

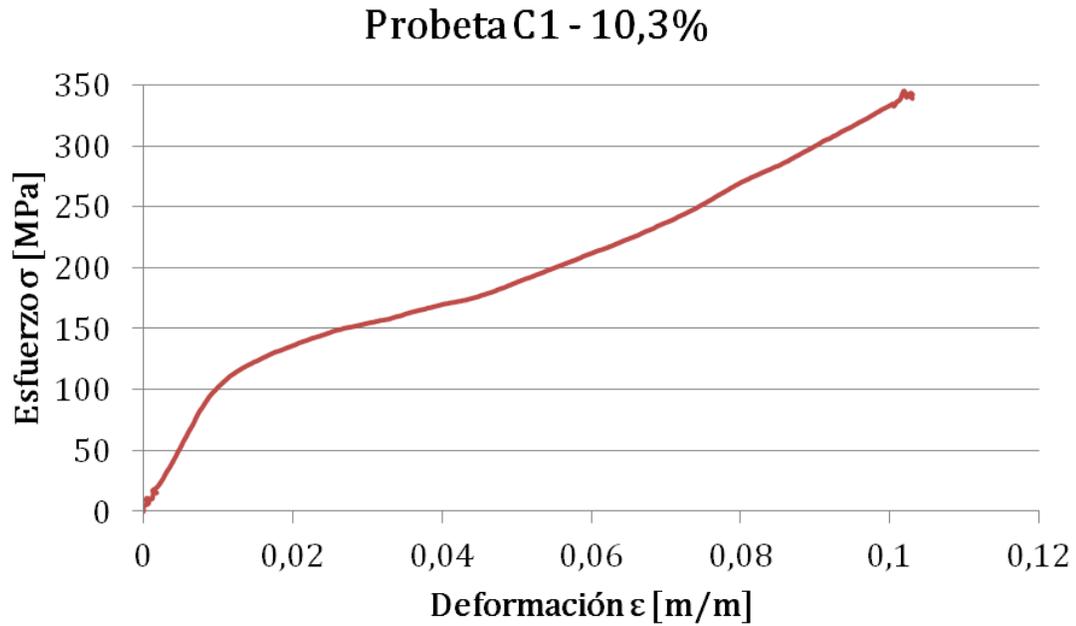


FIGURA 4-5: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA LA PROBETA C1.

A continuación, en la Figura 4-6, se muestran todos los resultados de los ensayos de tracción realizados en las probetas planas.

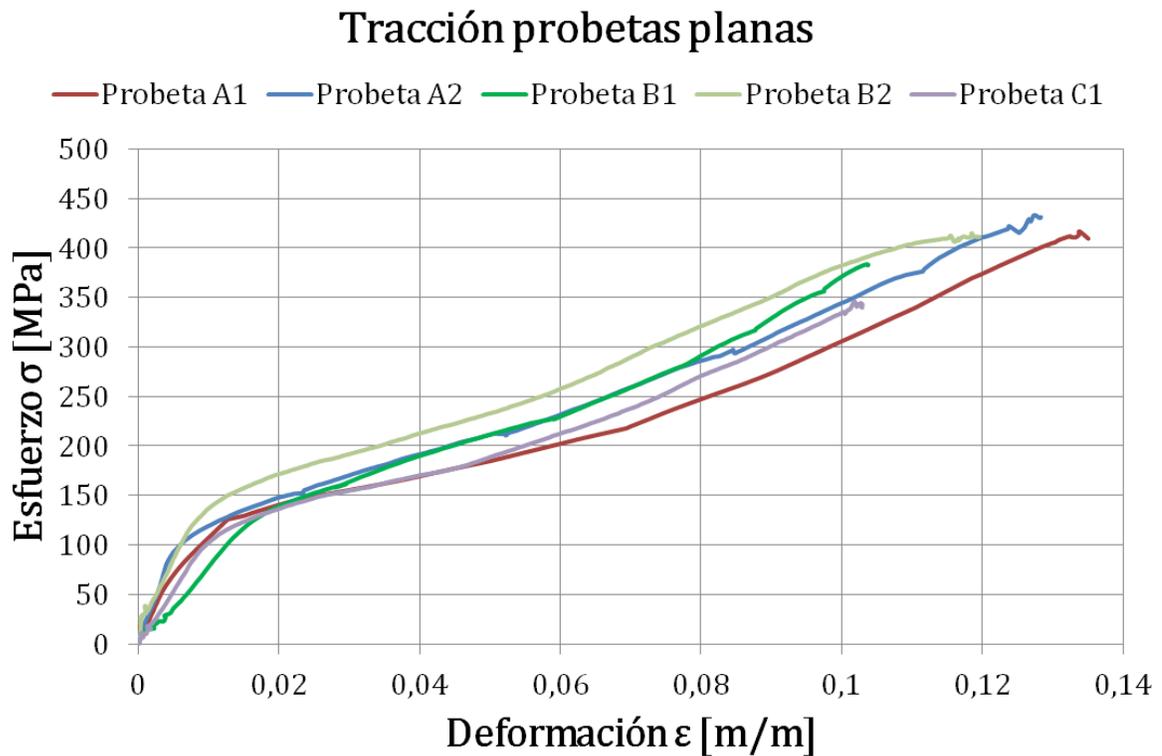


FIGURA 4-6: CURVAS DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA TODAS LAS PROBETAS PLANAS.

4.1.2. PROBETAS CILÍNDRICAS

Estas fueron realizadas en el Instituto de Investigaciones y Control del Ejército (IDIC) y siguieron el siguiente programa:

1. Carga hasta alcanzar un 4% de deformación y luego descarga, sin medición de temperatura. (Figura 4-7)
2. Carga hasta alcanzar un 4% de deformación y luego descarga, con medición de temperatura en tres puntos de la probeta. (Figura 4-8)
3. Carga hasta un 9,5% con medición de temperatura en tres puntos de la probeta. (Figura 4-9)
4. 2 Cargas a distintas velocidades de deformación hasta la fractura con medición de temperatura en tres puntos de la probeta. (Figura 4-10 y Figura 4-11)

A continuación se muestran los gráficos para las distintas curvas obtenidas:

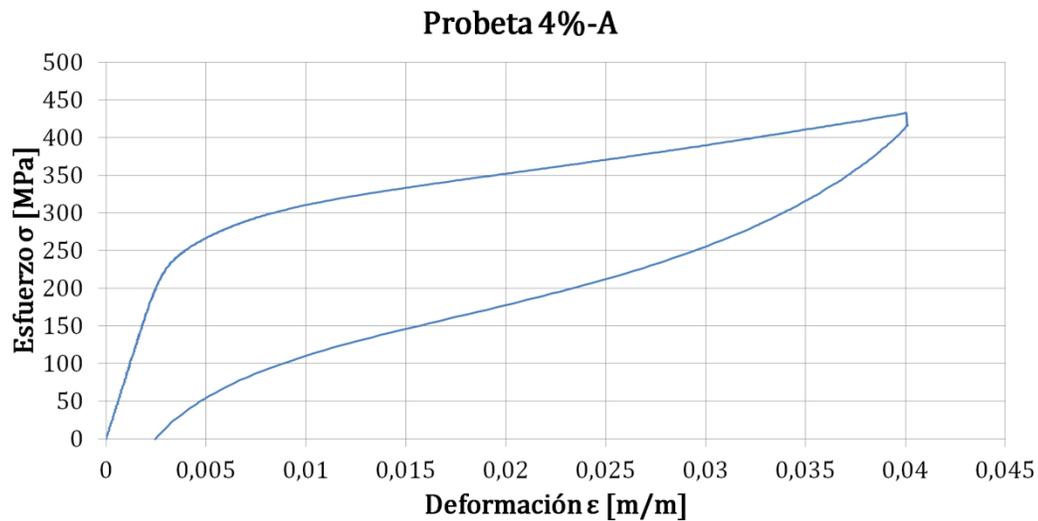


FIGURA 4-7: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN HASTA UN 4% SIN MEDICIÓN DE TEMPERATURA.

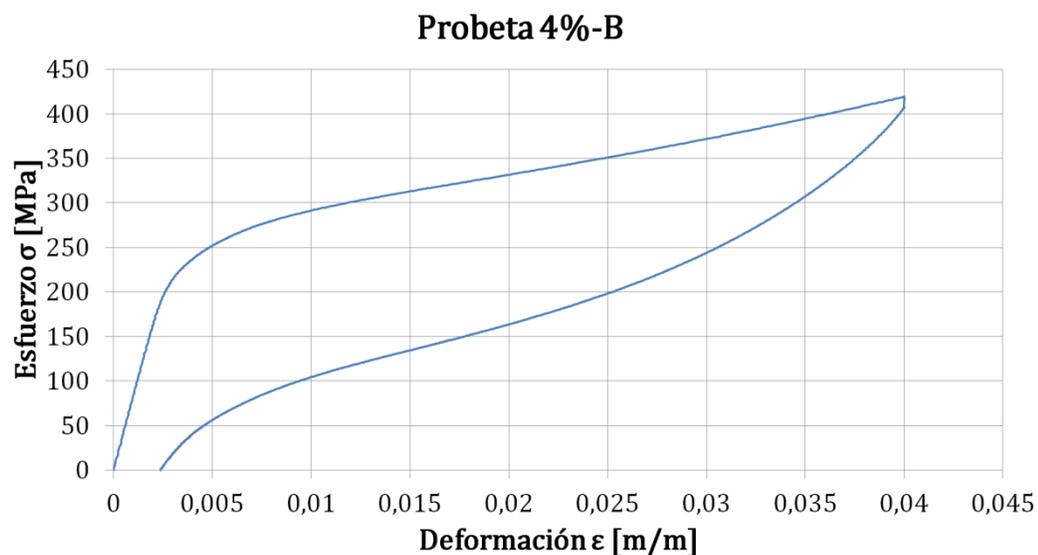


FIGURA 4-8: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN HASTA UN 4% CON MEDICIÓN DE TEMPERATURA.

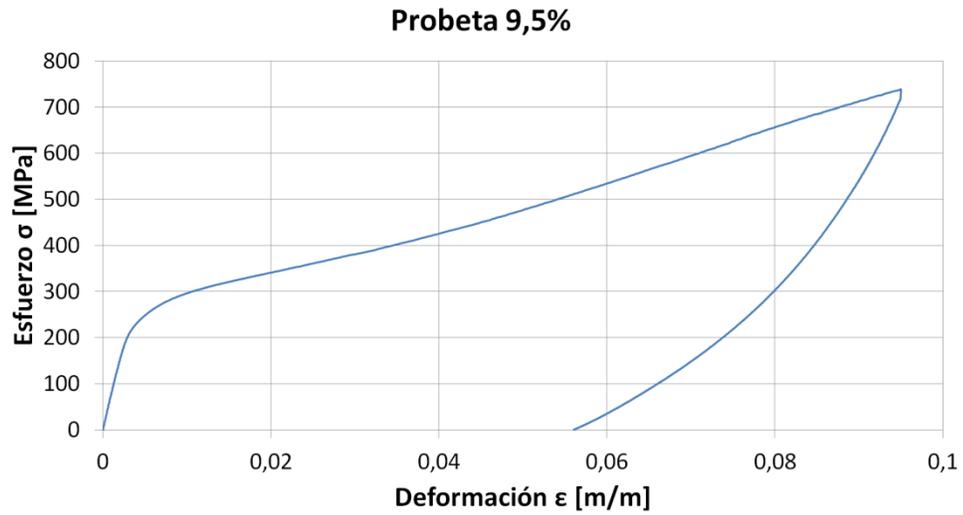


FIGURA 4-9: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN HASTA UN 9,5% CON MEDICIÓN DE TEMPERATURA.

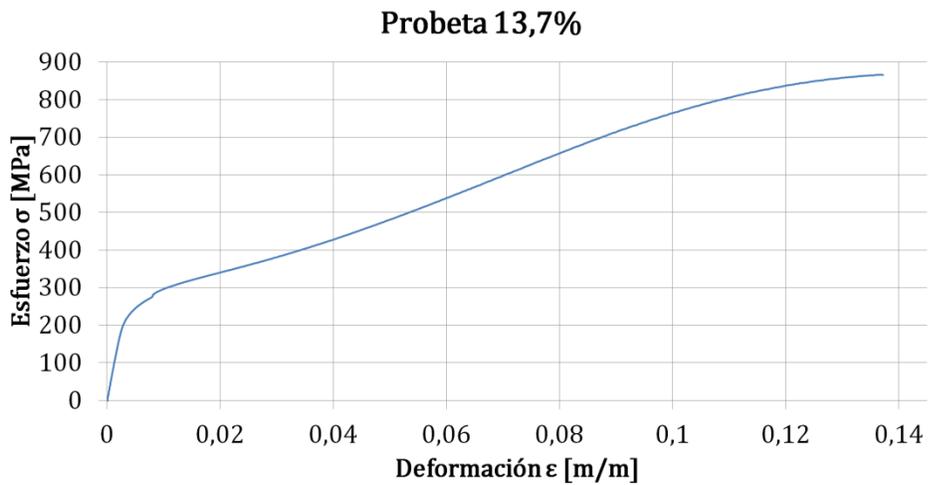


FIGURA 4-10: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN HASTA UN 13,7% CON MEDICIÓN DE TEMPERATURA.

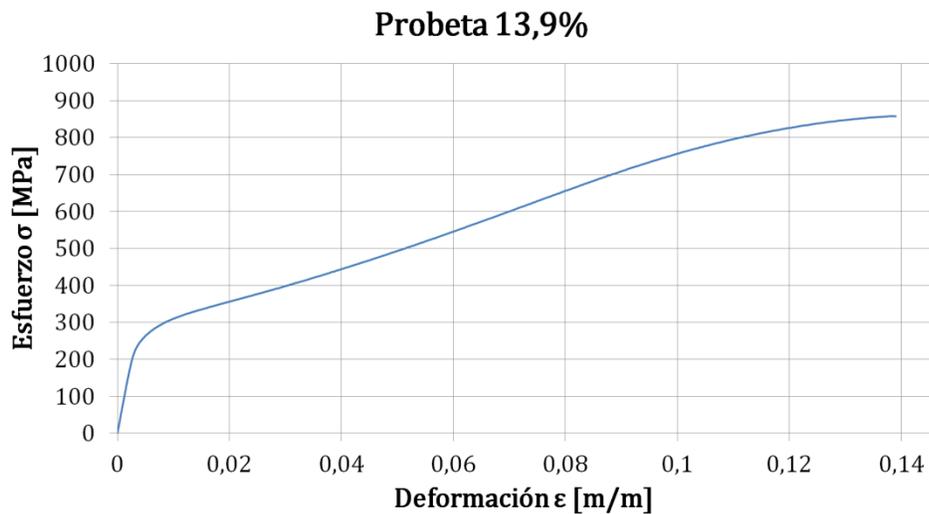


FIGURA 4-11: CURVA DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN HASTA UN 13,9% CON MEDICIÓN DE TEMPERATURA.

A continuación, en la Figura 4-12, se muestran todas las tracciones de las probetas cilíndricas realizadas.

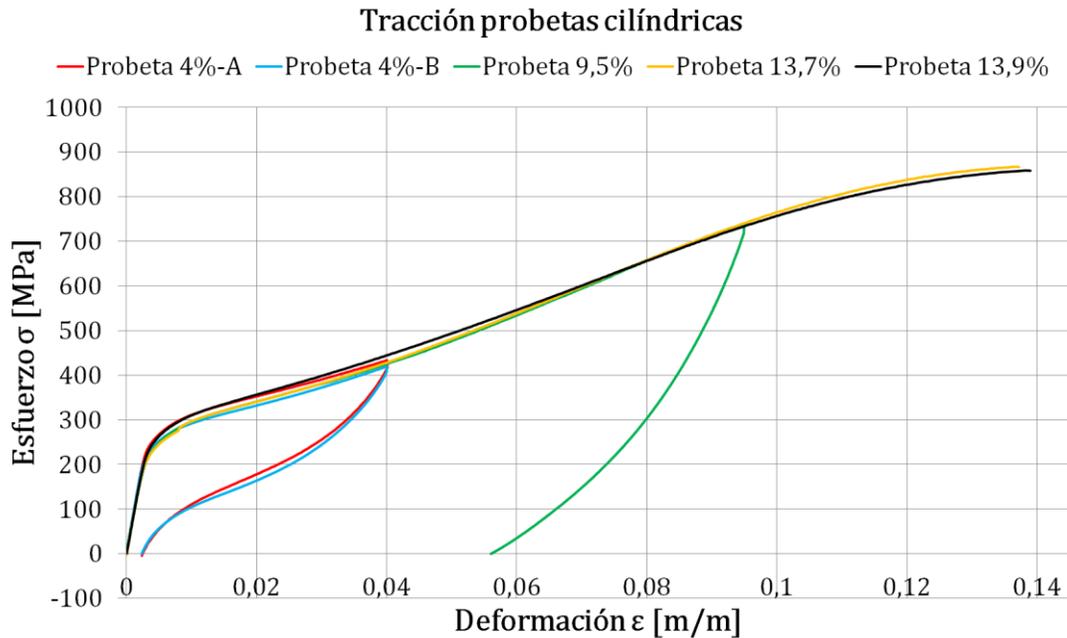


FIGURA 4-12: CURVAS DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN PARA TODAS LAS PROBETAS CILÍNDRICAS.

En la Figura 4-13, se muestra un compendio de todas las curvas realizadas con probetas cilíndricas en las tesis de A. Durán, R. Araya y esta. Las curvas que fueron llevadas a la fractura (13,9%, 13,72% L.V., 10,7% y 10,5% A.D.) tienen una curva de descarga estimada, cuya forma de obtención será explicada más adelante.

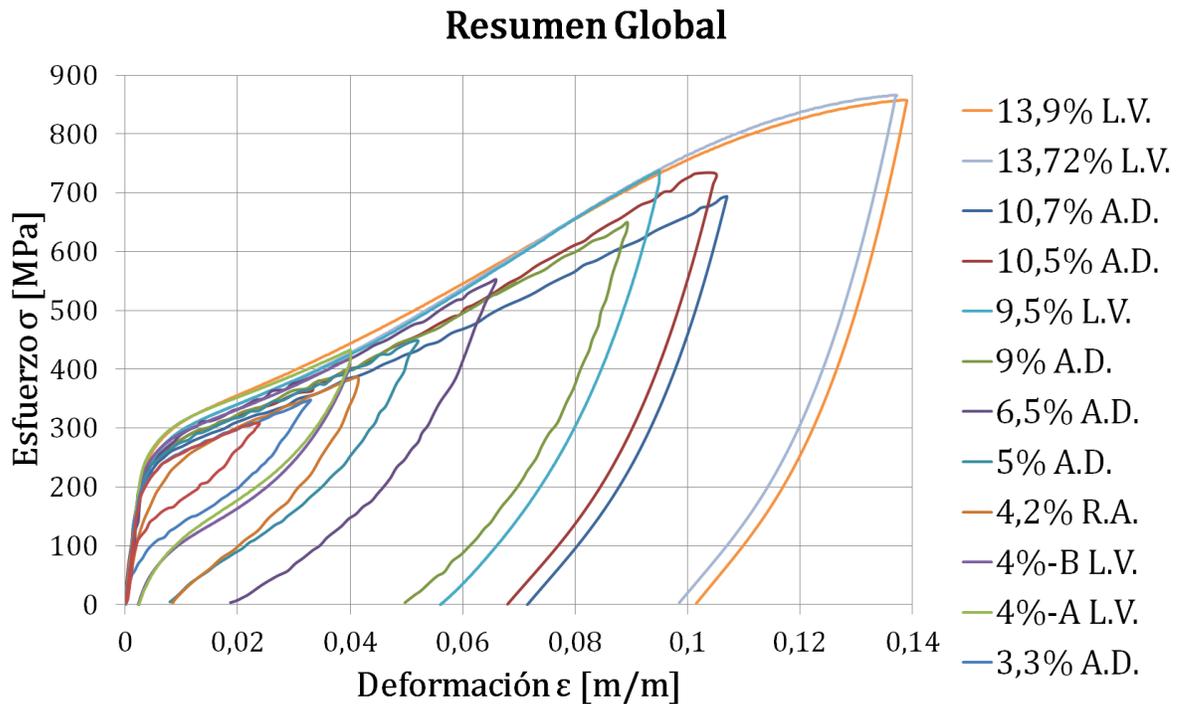


FIGURA 4-13: CURVAS DE ESFUERZO-DEFORMACIÓN DE VARIAS PROBETAS REALIZADAS EN LA TESIS DE A. DURÁN, R. ARAYA Y ESTA (L.V.).

A continuación se muestran los resultados de los parámetros mecánicos obtenidos para las distintas probetas. Para esto se calculan todas las pendientes necesarias en cada gráfico con la siguiente nomenclatura:

- L1: Es la pendiente del Módulo de Young en carga.
- L1.2: Es la pendiente desplazada con el criterio del 0,2% de deformación.
- L2: Es la pendiente del rango de comportamiento superelástico.
- L3: Es la pendiente del rango post-superelástico.
- Intersección entre L2 y L3: Esta recta paralela al eje y sirve para determinar los valores del límite superelástico del proceso.
- L4: Es la pendiente de la descarga.
- Sf: Es el punto que se considera como límite elástico o de fluencia.

En la Figura 4-14 y Figura 4-15 se pueden apreciar la mayoría de las curvas mencionadas, sin embargo algunas no están ya que carecen de sentido en gráficos con niveles tan bajos de deformación, o bien cuando la deformación impuesta es cercana o menor al límite superelástico. En este contexto carecen de sentido las curvas L3 y la intersección de dicha curva con la recta L2.

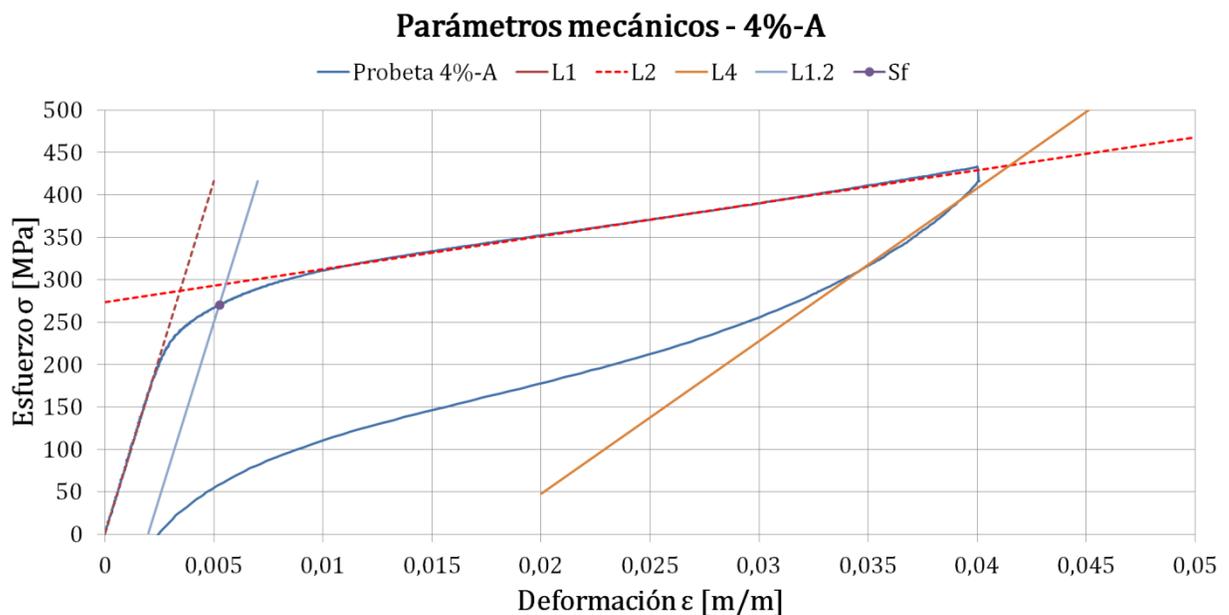


FIGURA 4-14: PARAMETROS MECÁNICOS PARA UNA PROBETA DE 4% DE DEFORMACIÓN IMPUESTA.

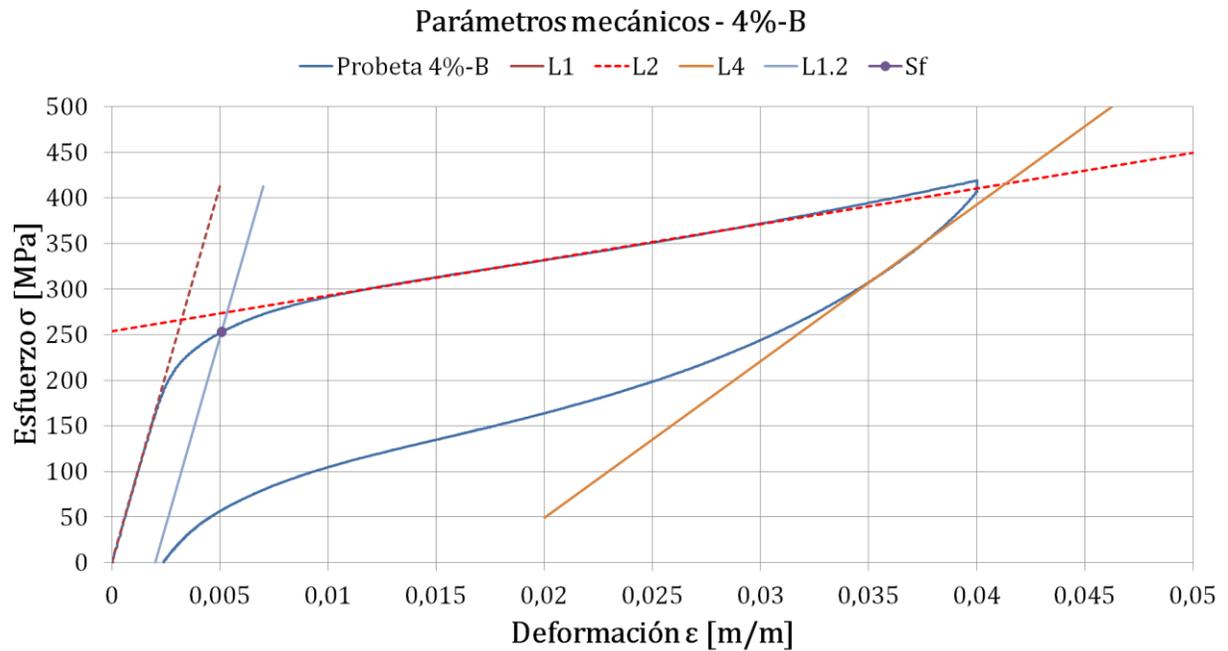


FIGURA 4-15: PARAMETROS MECÁNICOS PARA UNA PROBETA DE 4% DE DEFORMACIÓN IMPUESTA.

En las Figura 4-16, Figura 4-17 y Figura 4-18 se aprecian todas las curvas mencionadas anteriormente. Cabe destacar que para las probetas de fractura (13,7 y 13,9%), todos los valores calculados que dependen de la curva de descarga (Deformación remanente, SR, amortiguamiento, Pendiente de descarga, etc), fueron calculados a partir de la predicción de descarga hecha para esos niveles de deformación, gracias a resultados históricos de la aleación.

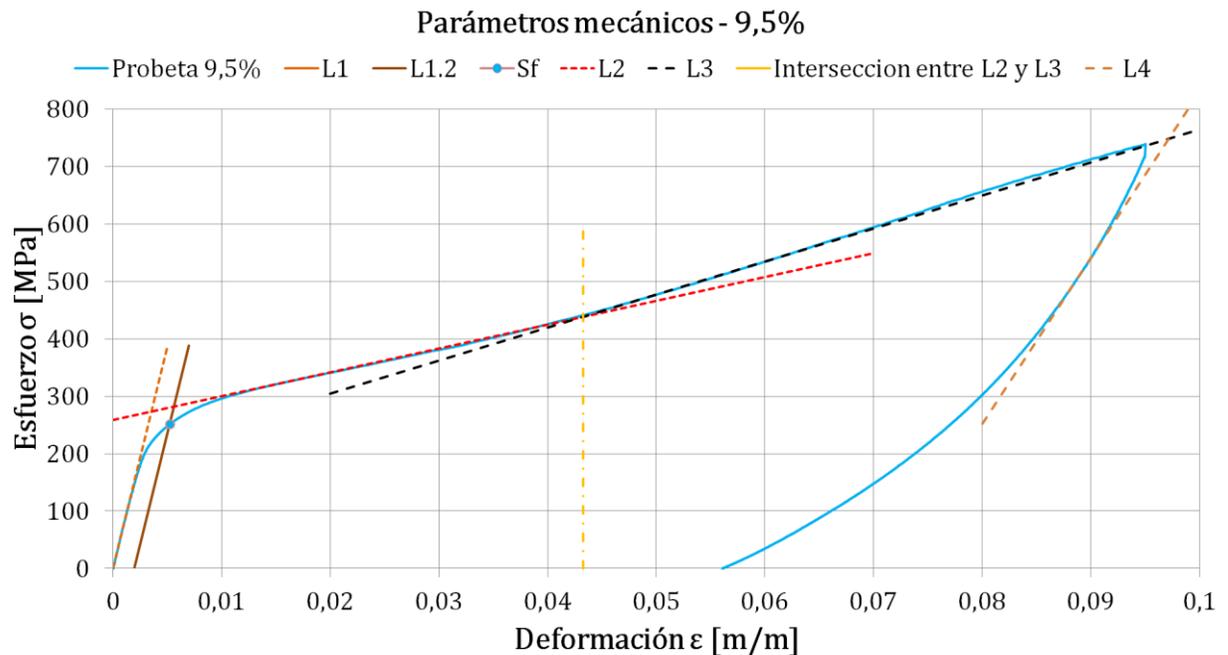


FIGURA 4-16: PARAMETROS MECÁNICOS PARA UNA PROBETA DE 9,5% DE DEFORMACIÓN IMPUESTA.

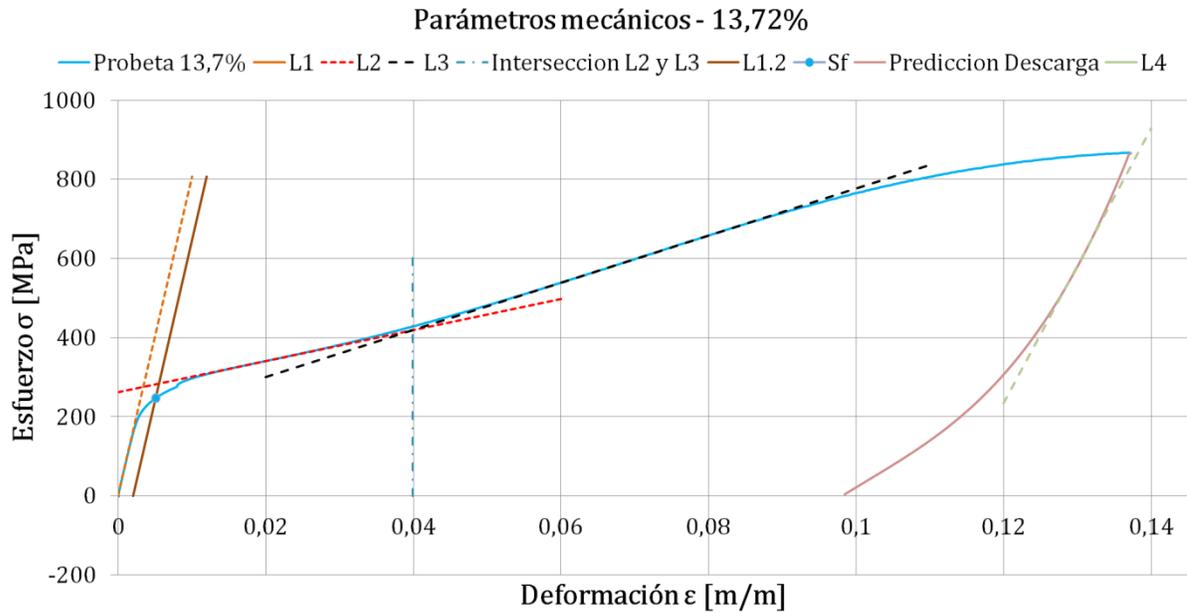


FIGURA 4-17: PARAMETROS MECÁNICOS PARA UNA PROBETA DE 13,7% DE DEFORMACIÓN IMPUESTA.

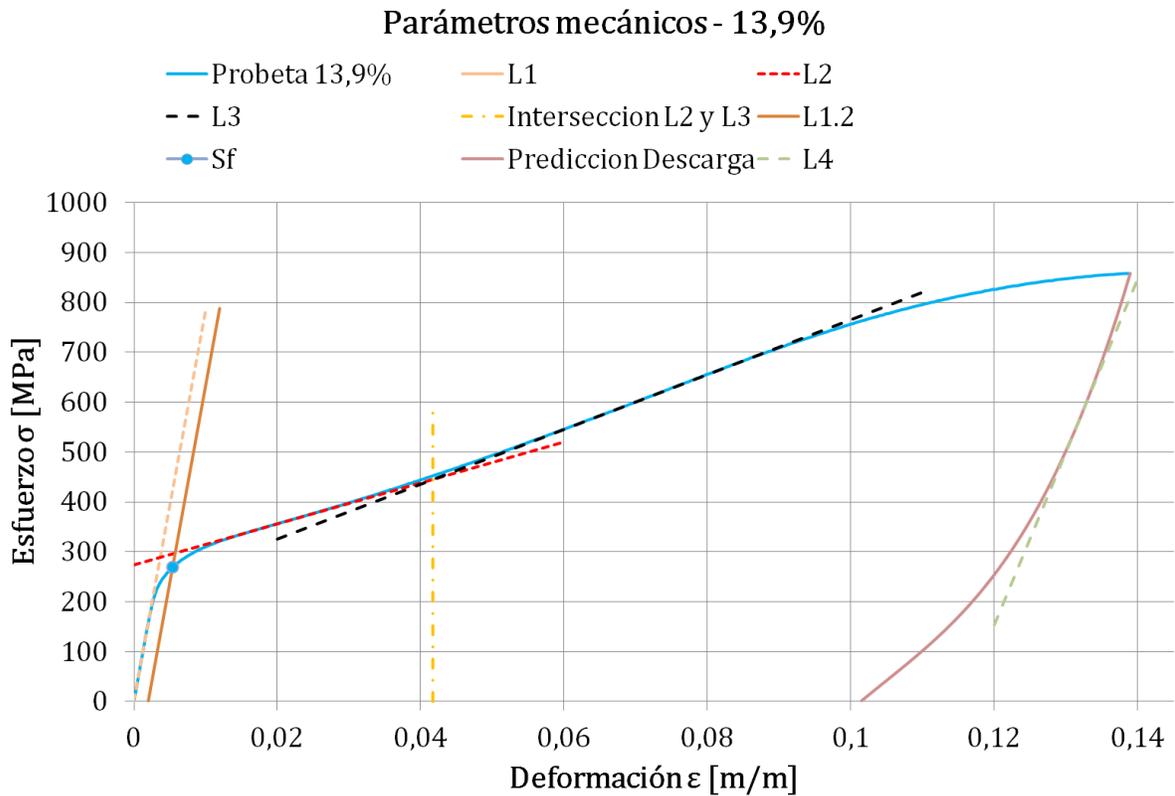


FIGURA 4-18: PARAMETROS MECÁNICOS PARA UNA PROBETA DE 13,9% DE DEFORMACIÓN IMPUESTA.

En la Tabla 4-1 se aprecian algunos valores de los parámetros mecánicos de las probetas. De ésta se desprende que la temperatura a la cual es realizado el ensayo es un factor muy importante en el valor del límite de fluencia, siendo directamente proporcional su aumento con el aumento del límite elástico.

TABLA 4-1: PARÁMETROS MECÁNICOS DE LAS PROBETAS.

ϵ_i^m	Temperatura ambiental	Módulo de Young [GPa]		σ_T	ϵ_T	ϵ_{UTS}	σ_{UTS}	ϵ_r
		E(A)	E(d)					
[%]	[°C]	E(A)	E(d)	[MPa]	[%]	[%]	[MPa]	[%]
4-A	20,30	82,9	18,0	270	0,526	---	---	0,2
4-B	17,18	82,5	17,2	253	0,515	---	---	0,2
9,5	17,87	77,2	28,9	252	0,564	---	---	5,607
13,72	18,75	80,8	34,8	247	0,548	13,72	867	9,850
13,9	21,55	78,6	34,7	269	0,548	13,90	858	10,050
Promedio		80,4		258	0,540			

En la Figura 4-19 se aprecia la evolución de la deformación remanente en la muestra para distintos niveles de deformación. Se tomaron en cuenta tanto los valores de la tesis de A. Durán como los de ésta tesis. A partir de esta curva se desprende que el límite superelástico de la muestra se encuentra en un rango entre 3,7 y 4,3%.

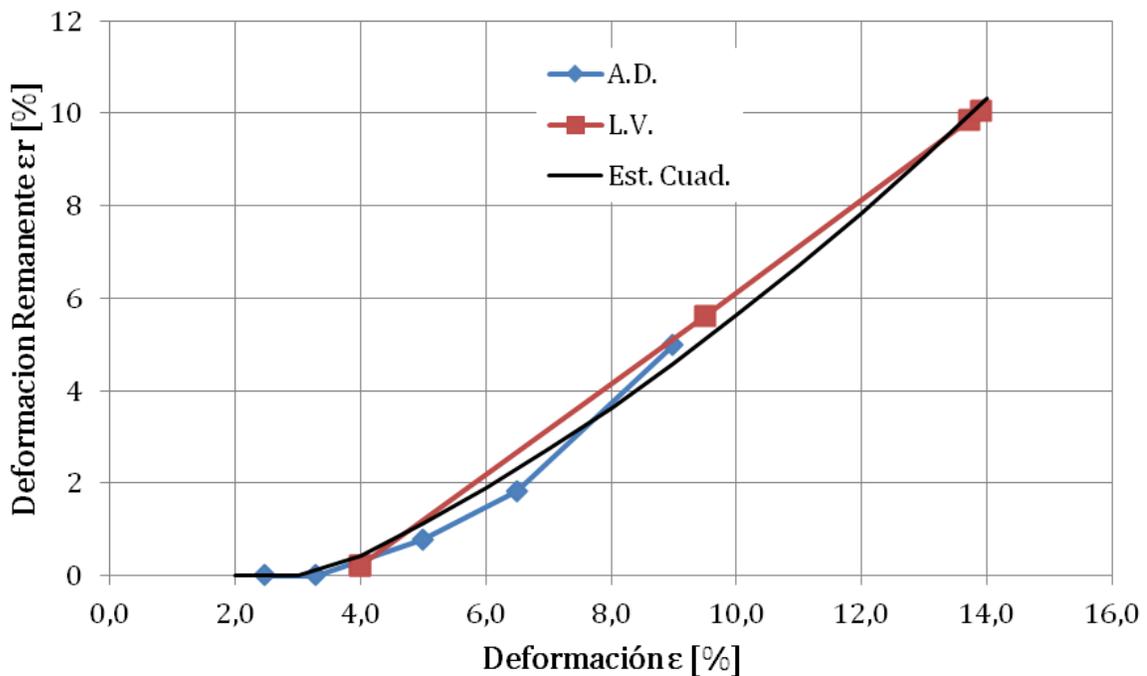


FIGURA 4-19: DEFORMACIÓN REMANENTE EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA.

En la Figura 4-20 se aprecian los valores de E(A) y E(d), es posible rescatable que E(A) tiene poca variación como es de esperarse con un valor promedio de 80,4 GPa, en tesis anteriores como la de A. Durán se reportó un valor promedio de 82,1 GPa. Para el valor de E(d), es destacable que aumenta a medida que aumenta la deformación impuesta, esto está directamente relacionado con la pérdida de la capacidad de recuperación de la muestra. También es posible notar que la estimación de la descarga para las muestras fracturadas calza perfectamente con los

datos obtenidos directamente desde los ensayos. Cabe destacar que las probetas al poseer un rebaje en la zona útil, alcanzaron deformaciones mayores que las de la tesis de A. Durán, en las cuales por no poseer rebaje, varias probetas se fracturaron fuera de la zona útil y cercanas a las mordazas.

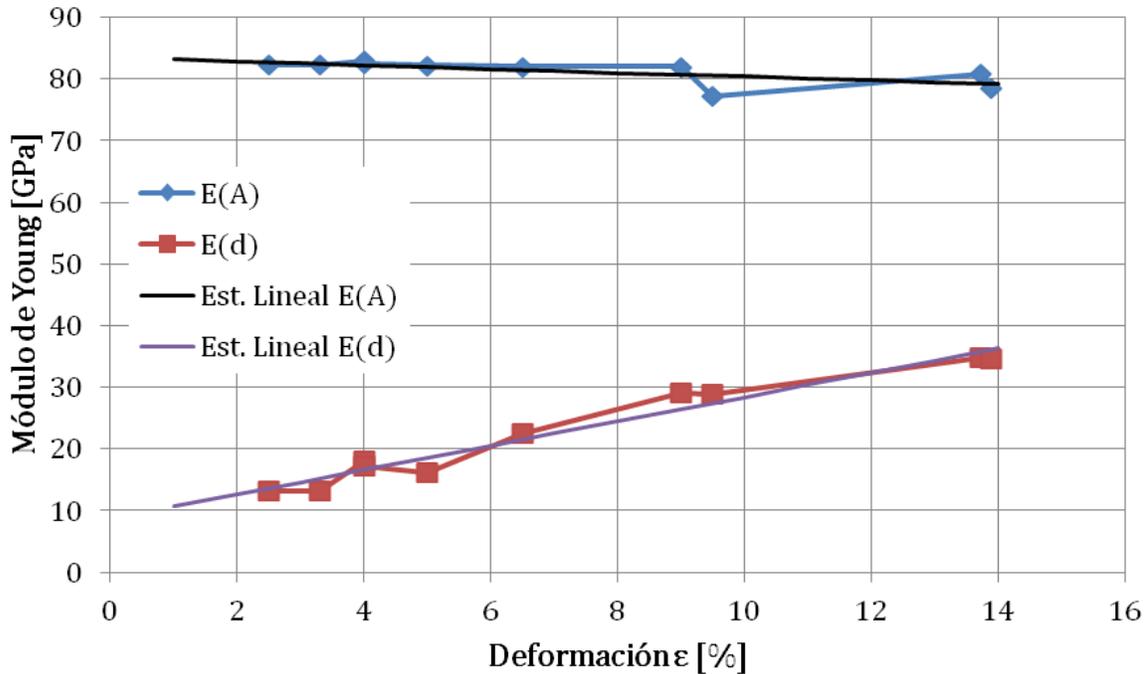


FIGURA 4-20: MÓDULO DE YOUNG PARA CARGA (E(A)) Y DESCARGA (E(D)) PARA DIFERENTES DEFORMACIONES MÁXIMAS IMPUESTAS.

En la Tabla 4-2 se muestran los valores necesarios para el cálculo de la recuperación (Strain Rate, SR, por sus siglas en inglés). Además se muestran los valores de esfuerzo y deformación para el límite superelástico, el cual se determina buscando la intersección de la recta que intersecciona L2 y L3 con la curva de esfuerzo-deformación. Finalmente M1 y M2 son las pendientes de las rectas L2 y L3 respectivamente, la primera correspondiente al RSE y la segunda al RPSE.

TABLA 4-2: PARÁMETROS DE RECUPERACIÓN, DE LÍMITE SUPERELÁSTICO Y PENDIENTES DEL RSE Y RPSE (M1 Y M2 RESPECTIVAMENTE).

ϵ_i^m	ϵ_r	ϵ_{el}	ϵ_{total}	ϵ_{app}	SR	σ_{LSE}	ϵ_{LSE}	M1	M2
[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		[MPa]	[%]	[GPa]	[GPa]
4	0,2	0,250	4,003	3,753	0,947	---	---	3,88	---
4	0,2	0,236	4,003	3,767	0,947	---	---	3,90	---
9,5	5,607	0,274	9,503	9,229	0,392	441	4,32	4,15	5,75
13,72	9,850	0,297	13,723	13,426	0,266	427	3,99	3,93	5,95
13,9	10,050	0,297	13,900	13,603	0,261	452	4,17	4,10	5,49
Promedio		0,271				440	4,16	3,99	5,73

El parámetro de recuperación da cuenta de la cantidad de martensita que se puede transformar en austenita una vez que la probeta es descargada más allá del rango superelástico. En la Figura 4-21 se presenta la curva SR vs ϵ_i^m obtenidos por R. Araya, A. Durán y los de esta tesis.

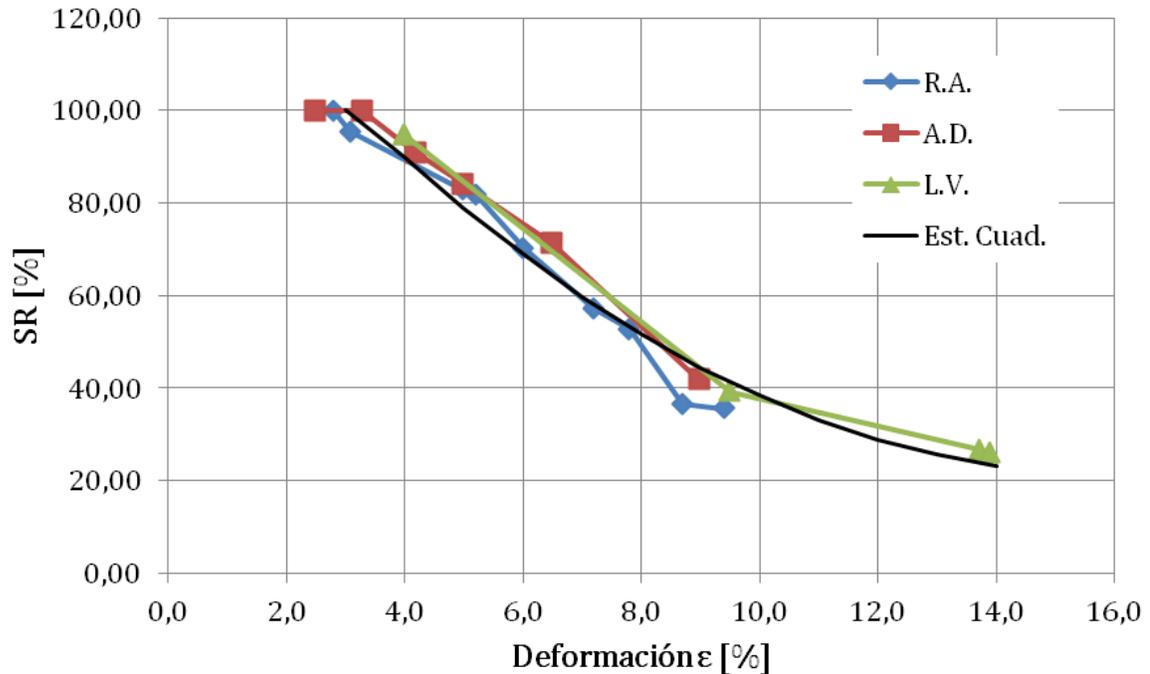


FIGURA 4-21: NIVELES DE RECUPERACIÓN DE LA DEFORMACIÓN PARA DISTINTOS NIVELES DE ELONGACIÓN.

En la Figura 4-21 se muestra que el efecto superelástico ($SR=1$) termina cuando se alcanza niveles cercanos al límite superelástico y de esta manera va disminuyendo 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, siendo la mayor parte martensita remanente y defectos estructurales. La curva obtenida muestra una deformación de fractura cercana al 9,5% y la recuperación está cerca del 39%, es decir, deberá existir alrededor de un 39% de volumen del material que aún será capaz de presentar la transformación martensita-austenita. En cambio, en la curva obtenida en el trabajo de A. Durán, para un 9% la recuperación estará cercana al 41%. Si la curva de recuperación sigue una tendencia con pendiente negativa, parece correcta, ya que 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. Además gracias a la estimación de la curva de descarga para muestras fracturadas es posible notar que el SR evoluciona de manera asintótica, esto tiene bastante sentido ya que a medida que se lleguen a mayores deformaciones será cada vez menos el nivel de SR, sin embargo este nunca puede llegar a tener valores negativos por lo que un comportamiento asintótico es exactamente lo que debiese ocurrir.

Para la estimación de las curvas de descarga se utilizó, como se ha dicho anteriormente, datos obtenidos de ciclos de carga y descarga completa. De esta manera se modeló la descarga para distintos niveles de deformación, notando que cada vez la pendiente de descarga aumentaba, con lo que disminuía su nivel de recuperación linealmente a medida que aumentaba su nivel de

deformación. Esto se puede apreciar en la Figura 4-22, en la cual se nota como las predicciones siguen la evolución de las curvas de descarga que provienen de deformaciones impuestas menores.

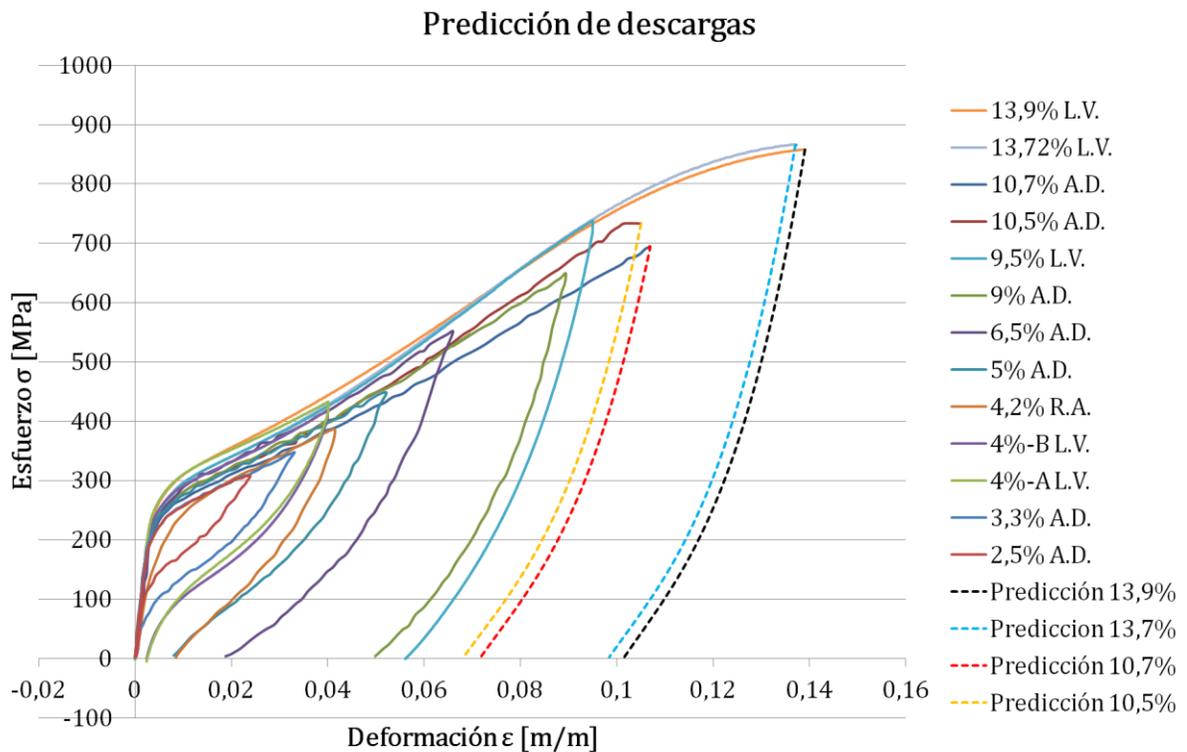


FIGURA 4-22: PREDICCIÓN DE DESCARGAS.

4.1.2.1. AMORTIGUAMIENTO INTERNO

Para realizar medidas del amortiguamiento interno de la aleación se realizaron varios ciclos a distintas deformaciones impuestas. A diferencia de los ensayos mostrados anteriormente, este estudio se debe hacer sobre una misma probeta realizando ciclos y no solo llegar a una deformación y descargar.

Las curvas resultante para la probeta ciclada se muestran en la Figura 4-23. Es posible notar que el módulo de Young baja su valor a medida que se realizan más ciclos, además se puede observar que el límite superelástico se encuentra cercano al 4% tal como en todas las muestras ensayadas de Cu-Al-Be. Esto queda expuesto en el gráfico, ya que la deformación remanente cuando se alcanza el 4% de deformación es de alrededor de 0,2%, la cual debiese ser 0% si se sigue en el régimen superelástico.

Ensayo Cíclico

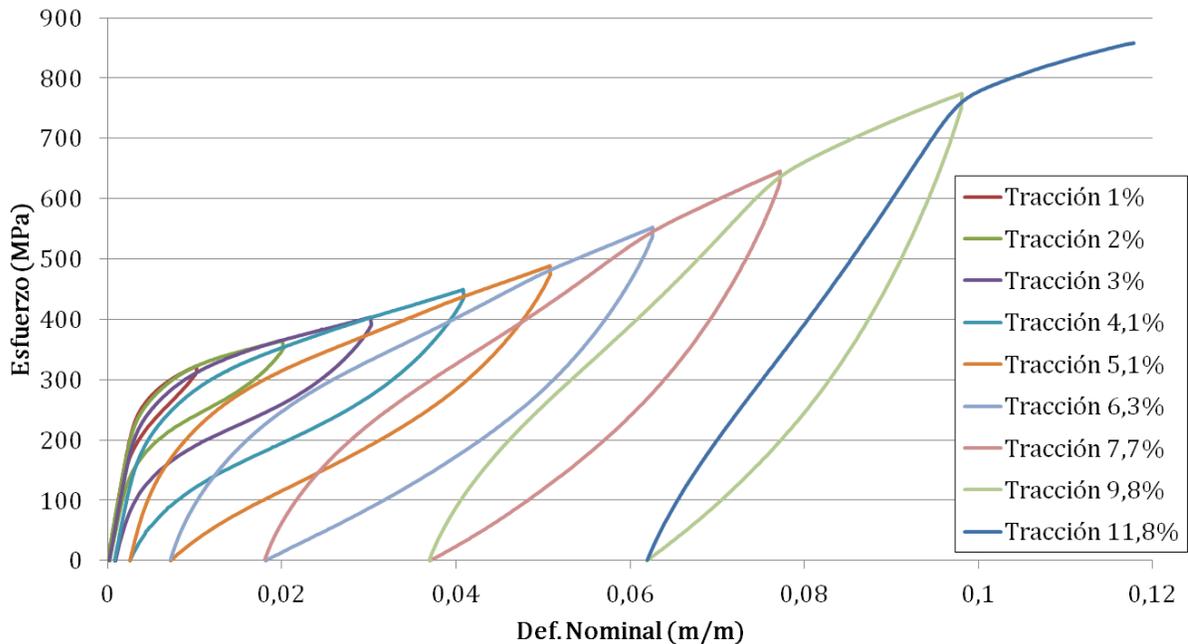


FIGURA 4-23: ENSAYO CÍCLICO PARA EL ESTUDIO DEL AMORTIGUAMIENTO INTERNO DE LA ALEACIÓN.

Tal como se expuso en los antecedentes Liu y Chopra crearon distintos factores para medir la cantidad de amortiguamiento interno de una aleación superelástica. En la Figura 4-24 es posible apreciar tales resultados, se nota que para ambos factores el amortiguamiento aumenta consistentemente hasta un poco después de alcanzar el límite superelástico. Esta alza después de alcanzar el límite superelástico se explicaría por el proceso de formación de martensita remanente que disipa energía. Además aún existe martensita reversible a estos niveles por lo que el amortiguamiento crece hasta que la probeta empieza entrar a un régimen donde se va saturando de martensita remanente y la consiguiente pérdida de rigidez provocan que los ciclos sean cada vez más delgados lo que se traduce en un decaimiento del amortiguamiento interno de la aleación. Esta caída sigue esta tendencia hasta la fractura ya que a medida que se satura de martensita remanente también empiezan a funcionar los típicos efectos de la deformación plástica con la aparición y movimiento de dislocaciones, lo cual le va quitando cada vez más la capacidad de amortiguamiento a la aleación.

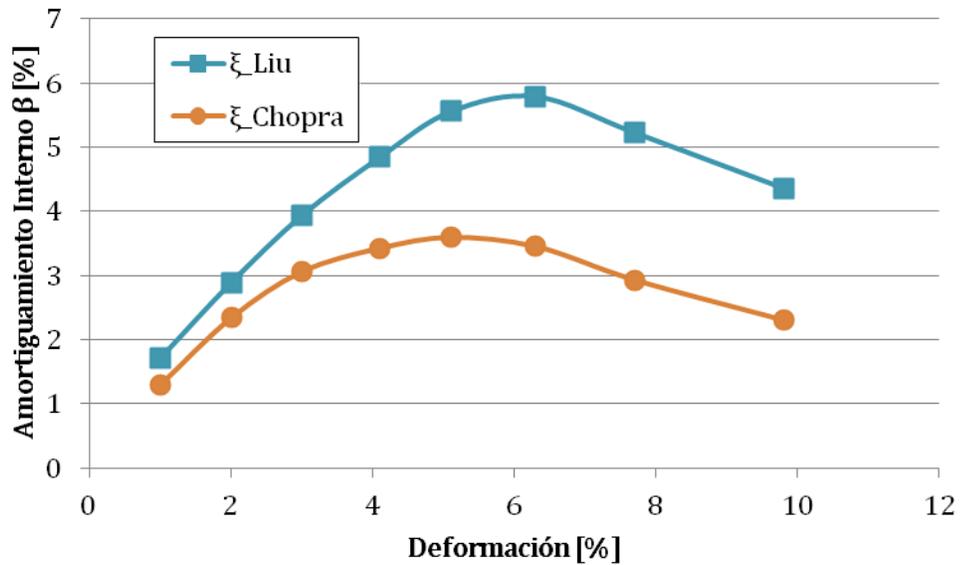


FIGURA 4-24: AMORTIGUAMIENTO INTERNO A DISTINTAS DEFORMACIONES IMPUESTAS.

También se realizaron los cálculos de amortiguamiento interno para las probetas planas A2 y B1, los cuales son mostrados en la Figura 4-25.

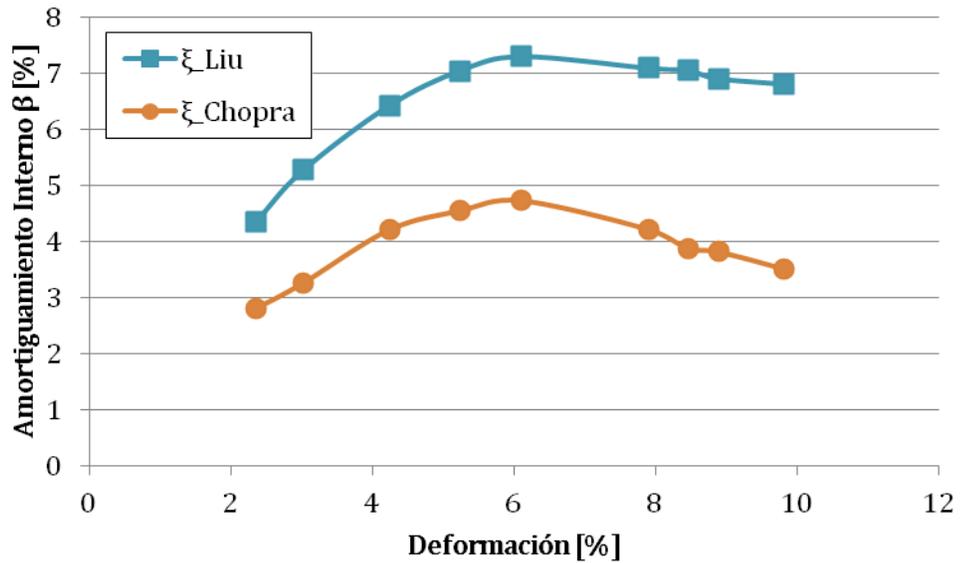


FIGURA 4-25: AMORTIGUAMIENTO INTERNO CALCULADO PARA LAS PROBETAS PLANAS A2 Y B1.

A continuación, en la Figura 4-26, se muestran los resultados obtenidos de amortiguamiento interno para ambos tipos de probeta. Cabe destacar que los resultados obtenidos a partir de las probetas cilíndricas cuentan con una precisión mayor, ya que la deformación de la muestra fue medida con extensómetro a lo largo de todo el ensayo.

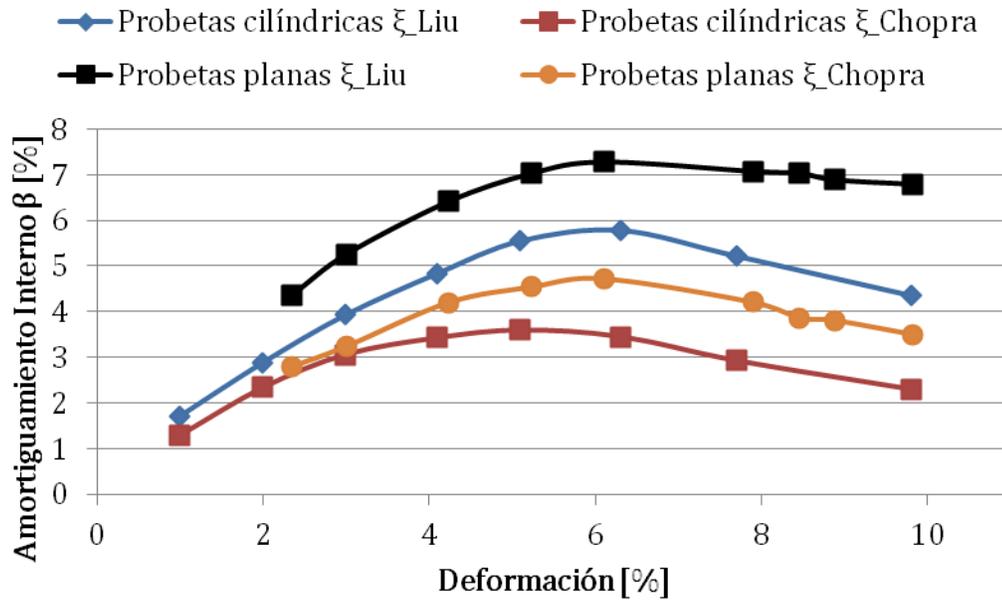


FIGURA 4-26: AMORTIGUAMIENTO INTERNO CALCULADO TANTO EN PROBETAS CILÍNDRICAS COMO PLANAS.

A partir de este gráfico se pueden obtener 2 grandes resultados, en primer lugar se muestra que el amortiguamiento interno aumenta aún después de haber sobrepasado el límite superelástico, esto se debería a que la concentración de martensita en la muestra en tensión aún no alcanza la saturación de la probeta, dándole una mayor capacidad de amortiguamiento, por sobre el efecto de la martensita reversible generada en el tramo superelástico. En segundo lugar se extrae que para las probetas planas fue mayor el valor de amortiguamiento para cada uno de los puntos medidos, para ambas convenciones de amortiguamiento. Esto es simple de explicar, ya que las probetas planas tienen un tamaño de grano promedio muy superior a la que existe en las probetas cilíndricas, esta diferencia en el tamaño de grano está demostrado que afecta en el nivel de esfuerzos alcanzados en las curvas de tensión, siguiendo la siguiente regla: A mayor tamaño de grano, menor es el esfuerzo alcanzado para cada punto de la curva de tracción. Esto provoca que la razón del área del ciclo con respecto al área bajo la curva sea mayor en el caso de las muestras con mayor tamaño de grano (es decir, menor nivel de esfuerzos) y menor en las muestras con tamaño de grano menor, esto explica el porqué de los mayores valores de amortiguamiento para las probetas planas.

4.1.2.2. RELACIÓN TIEMPO-DEFORMACIÓN-TEMPERATURA

En la Figura 4-27 se representan dos curvas de temperatura versus tiempo que parten desde temperatura ambiente, durante un ensayo monótonico de carga y descarga en tracción. La curva (a) es el modelo de un ensayo que no alcanza la fractura y se ha marcado con flechas el fin de la carga y el fin de la descarga. Mientras que en la (b) que si llega a la fractura se ha marcado con flechas el máximo que se alcanza durante el régimen superelástico y el máximo que se alcanza debido a la fractura. Así en estas curvas se distinguen 3 etapas:

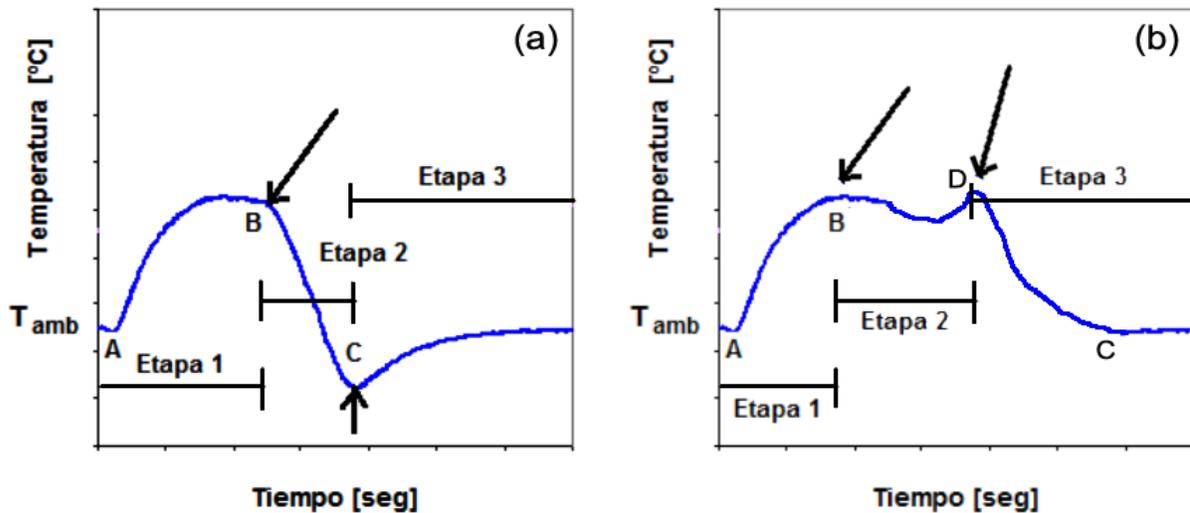


FIGURA 4-27: ESQUEMA DE LA CURVA TEMPERATURA-TIEMPO EN UN ENSAYO MONOTÓNICO. A) SIN FRACTURA. B) CON FRACTURA.

Etapa 1 de carga caso (a) y (b): Este periodo es muy similar en ambos casos (a) y (b). 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 (Cercano al límite elástico). El aumento de temperatura en carga es aproximadamente de 4°C , para una velocidad de deformación de $2,5 \text{ mm/min}$, mientras que para una velocidad de $0,625 \text{ mm/min}$ el aumento de temperatura es de aproximadamente 2°C .

Etapa 2 de descarga caso (a): Esta etapa es sólo válida para el caso (a). 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 una muestra a 4% de deformación es de 1°C a una velocidad de $0,625 \text{ mm/min}$ y para ϵ_i^m mayores es superior. Además en muestras con una velocidad de $2,5 \text{ mm/min}$ esta disminución de temperatura alcanza los 2°C .

Etapa 2 de carga caso (b): Esta etapa es sólo válida para el caso (b). Se observa una disminución de la temperatura, una vez que se alcanza el máximo debido a las transformaciones del rango superelástico. Esta se mantiene durante el rango post-superelástico hasta alcanzar un 9% de deformación aproximadamente, punto en el cual la temperatura vuelve a subir debido al mecanismo de deformación plástica que ocurre en la muestra que finalmente la llevará a la fractura.

Etapa 3 válida para (a) y (b): Período en que la probeta evoluciona libre de carga, hasta llegar al equilibrio térmico con el ambiente. A las probetas se les deja de aplicar carga cuando llegan a distintos niveles de deformación máxima ($\epsilon_i^m = 4\%$; $9,5\%$; $13,7\%$ y $13,9\%$ respectivamente).

A continuación se presenta en las Figura 4-29, Figura 4-30, Figura 4-31, Figura 4-32 las curvas de temperatura versus tiempo obtenidas durante los ensayos monotónicos de carga y descarga en tracción, hasta distintos niveles de deformación máximas, $\epsilon_i^m = 4\%$; $9,5\%$; $13,7\%$ y $13,9\%$, para tres termocuplas una ubicada al centro de la probeta y las otras dos justo afuera del extensómetro, a una distancia de alrededor de 15 mm del centro, como se ve en la Figura 4-28. Además se

registra la temperatura ambiente durante todo el ensayo, cuya media corresponde a la temperatura ambiente (Tabla 4-3).

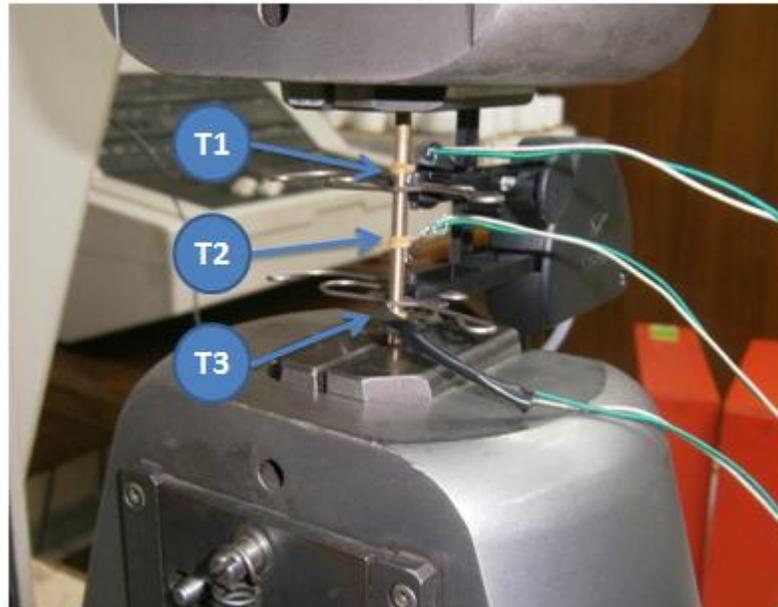


FIGURA 4-28: DISPOSICIÓN DE LAS TERMOCUPLAS EN LA PROBETA.

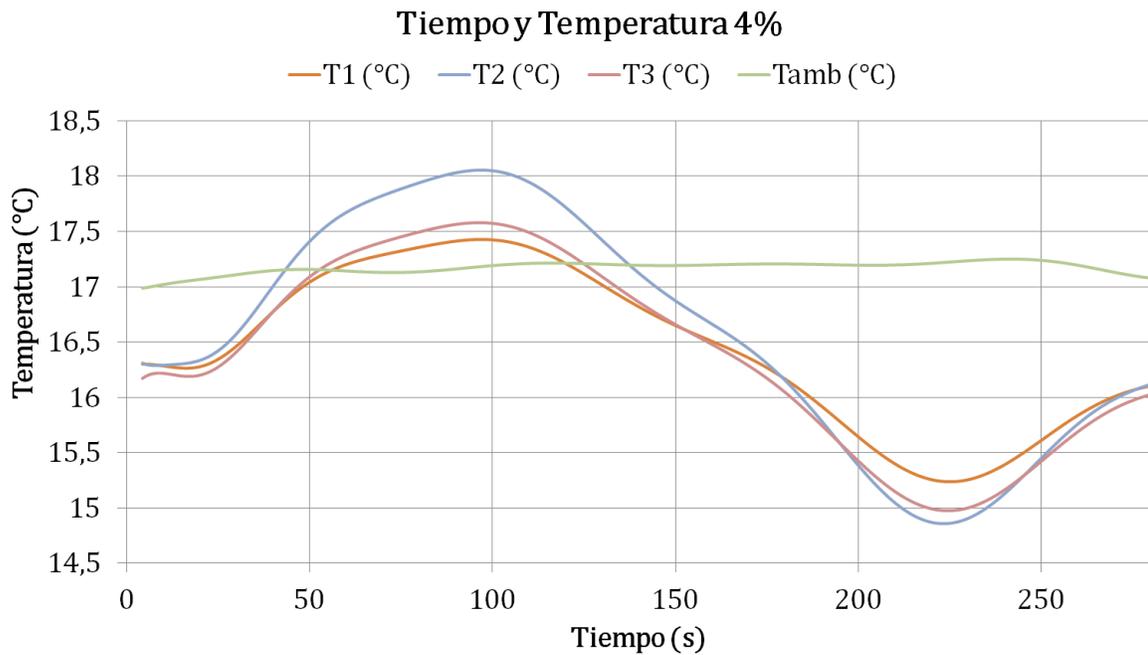


FIGURA 4-29: CURVAS DE TEMPERATURA VS TIEMPO PARA UN ENSAYO MONOTÓNICO A UN 4% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA.

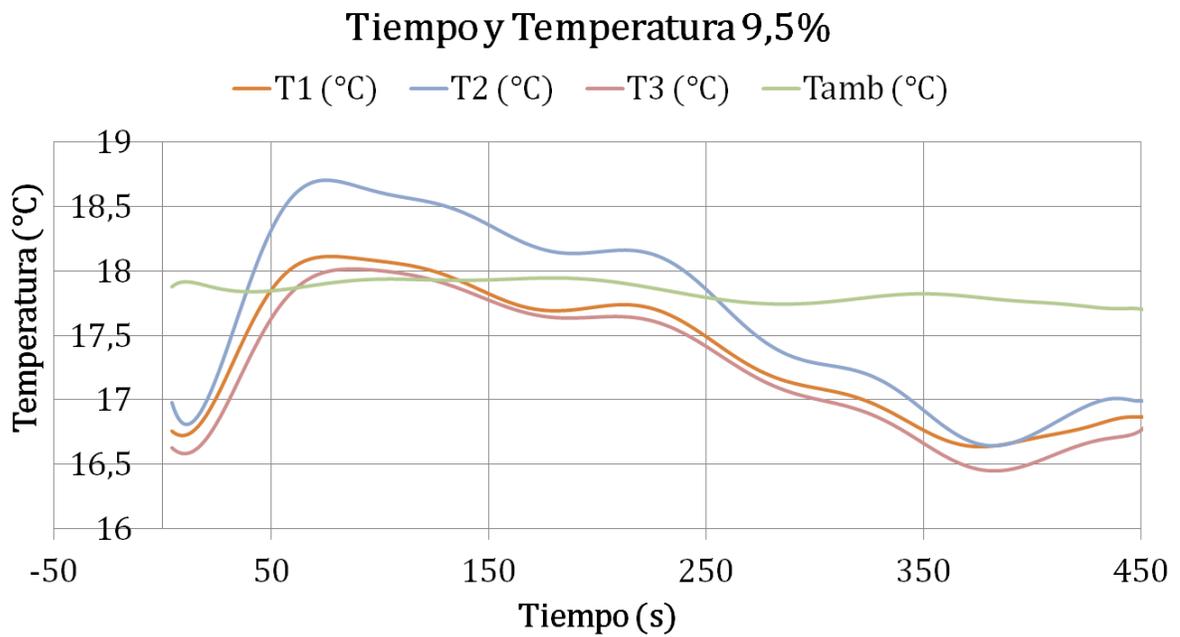


FIGURA 4-30: CURVAS DE TEMPERATURA VS TIEMPO PARA UN ENSAYO MONOTÓNICO A UN 9,5% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA.

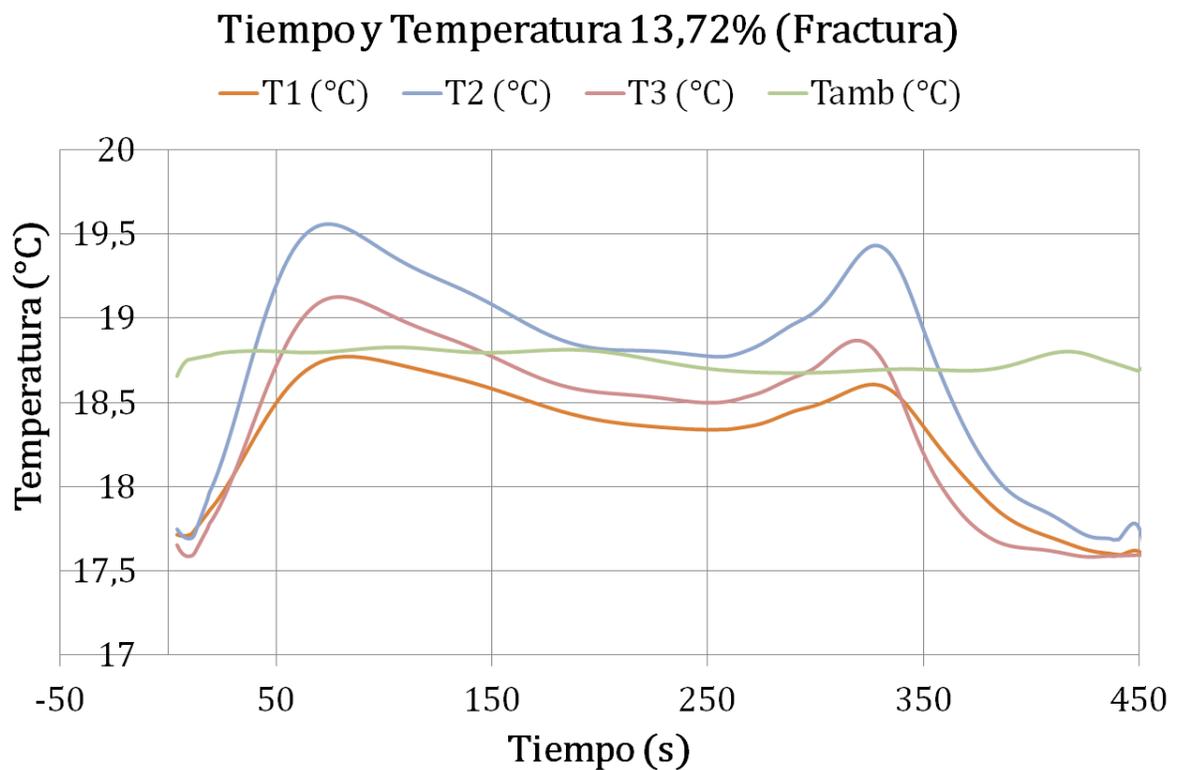


FIGURA 4-31: CURVAS DE TEMPERATURA VS TIEMPO PARA UN ENSAYO MONOTÓNICO A UN 13,72% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA.

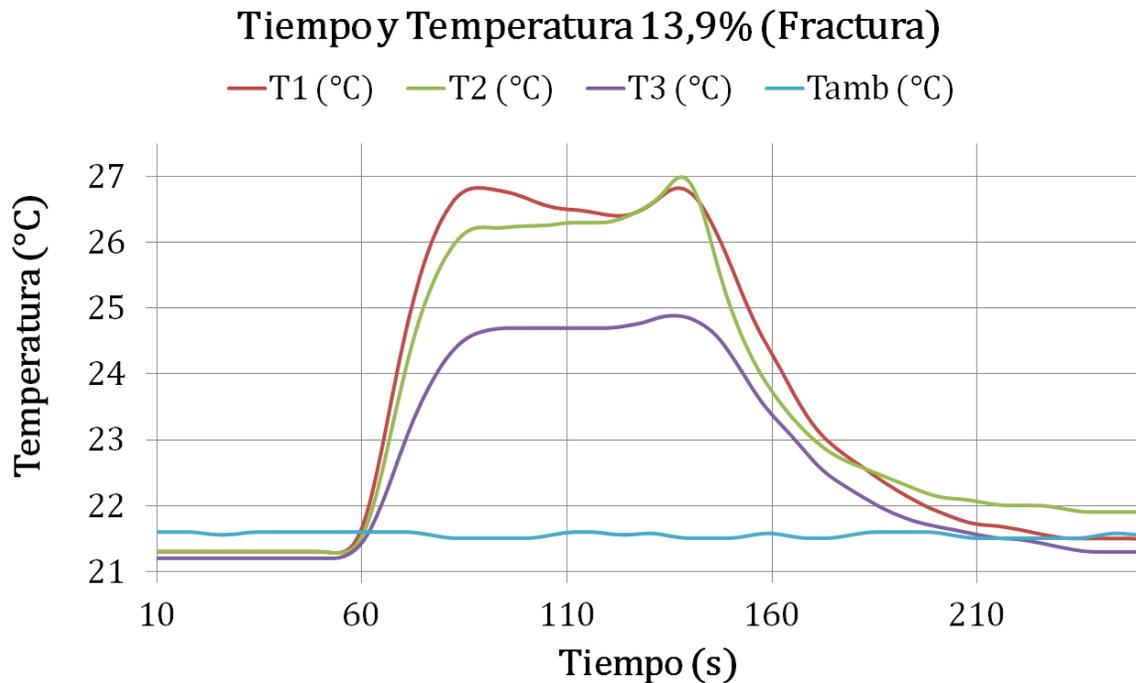


FIGURA 4-32: CURVAS DE TEMPERATURA VS TIEMPO PARA UN ENSAYO MONOTÓNICO A UN 13,9% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA.

TABLA 4-3: VALORES DE TEMPERATURA PARA DISTINTOS PUNTOS REPRESENTATIVOS.

ϵ_{im}	Tamb [°C]	T0 [°C]	TA [°C]	TB [°C]	TC [°C]	TD [°C]	TC - TA [°C]
4	17,18	16,3	16,2	18	14,8	-	-1,5
9,5	17,87	16,8	16,7	18,7	16,4	-	-0,4
13,7	18,75	17,7	17,6	19,6	17,5	19,7	-0,2
13,9	21,55	21,3	21,2	26,9	21,2	27,4	-0,1

A continuación se muestra además el esfuerzo inducido en los ensayos en el mismo gráfico, para apreciar las variaciones de temperatura que tienen los distintos regímenes dentro del ensayo de tracción para esta probeta superelástica. En las Figura 4-33, Figura 4-34, Figura 4-35 y Figura 4-36, se pueden apreciar todos estos resultados, cabe destacar que el ensayo de fractura que alcanzó un 13,9% de deformación máxima fue realizado a una velocidad de deformación de 2,5mm/min, la cual es cuatro veces mayor a las velocidades de deformación que se utilizó en los restantes ensayos. Es claro concluir que a una mayor velocidad, las diferencias de temperatura crecen proporcionalmente.

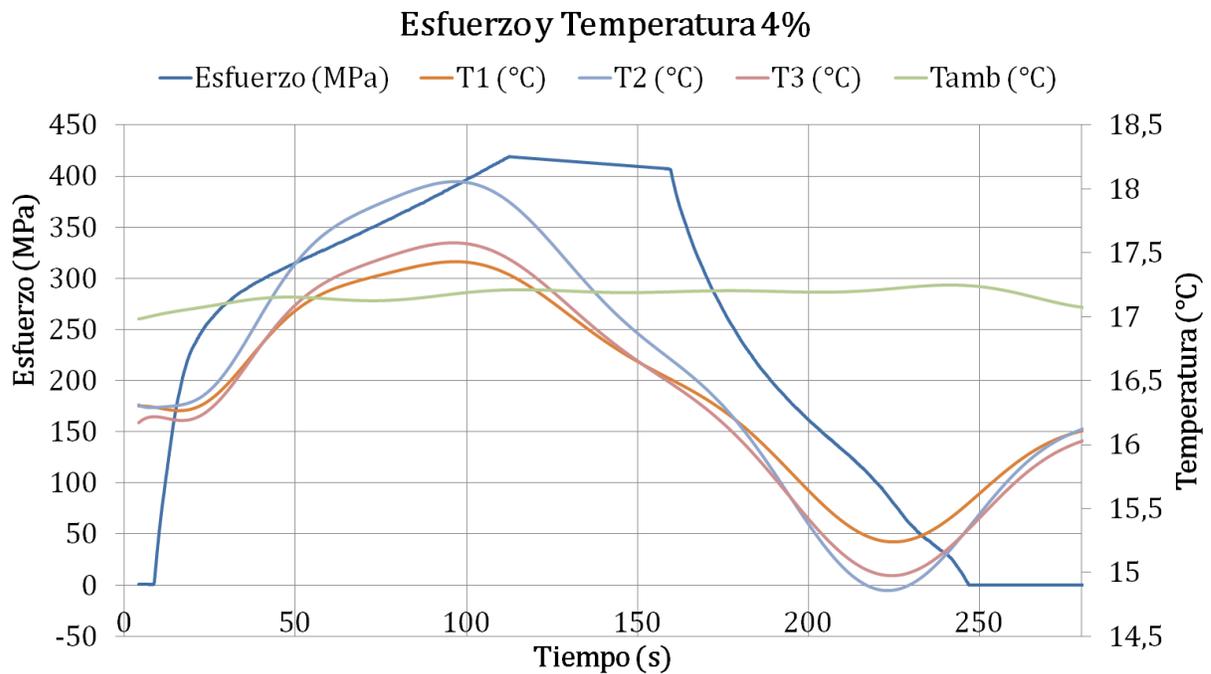


FIGURA 4-33: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 4% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DEL TIEMPO.

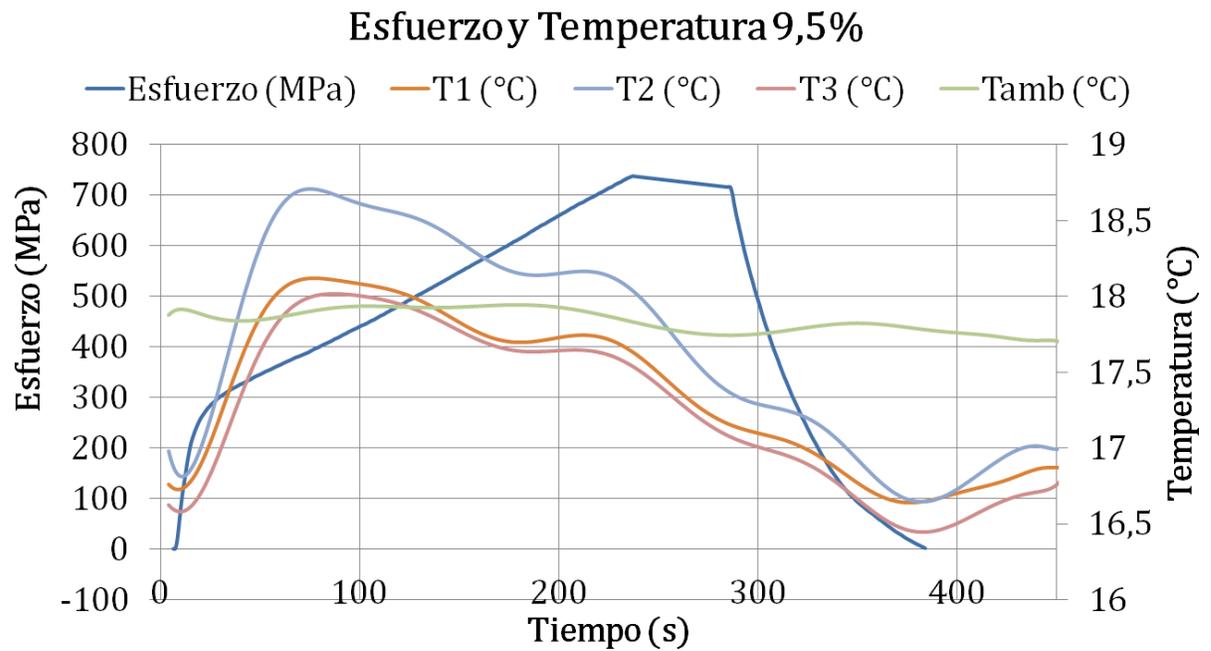


FIGURA 4-34: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 9,5% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DEL TIEMPO.

Esfuerzo y Temperatura 13,72% (Fractura)

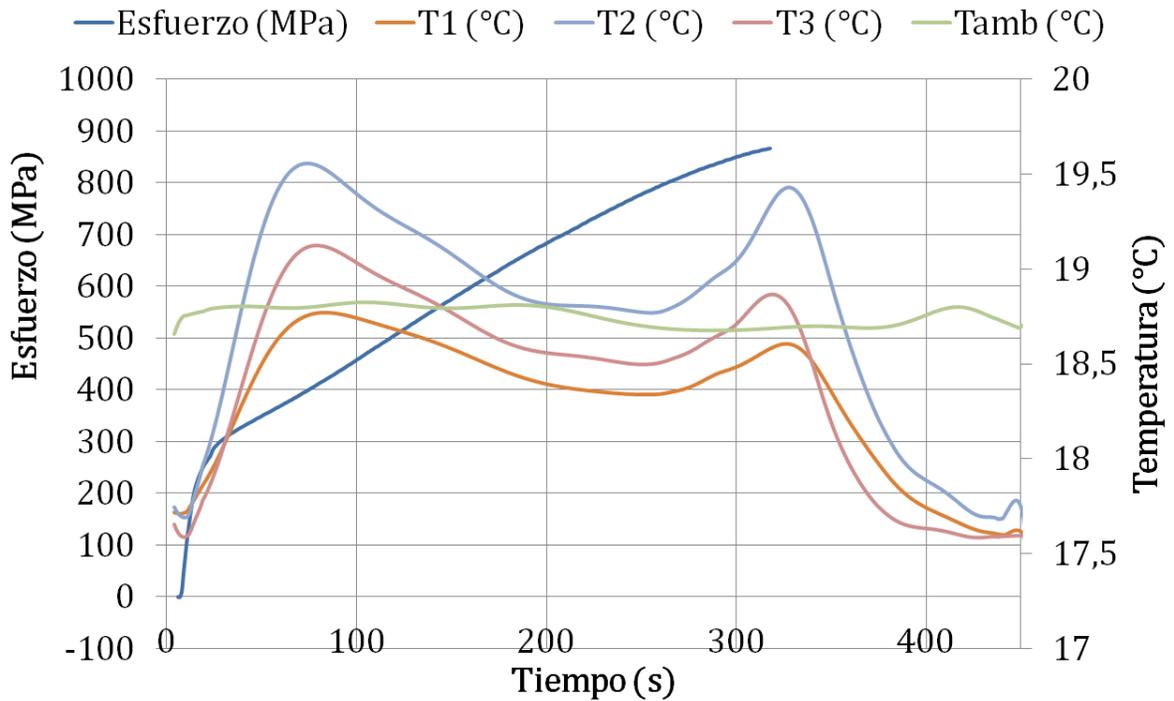


FIGURA 4-35: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 13,72% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DEL TIEMPO.

Esfuerzo y Temperatura 13,9% (Fractura)

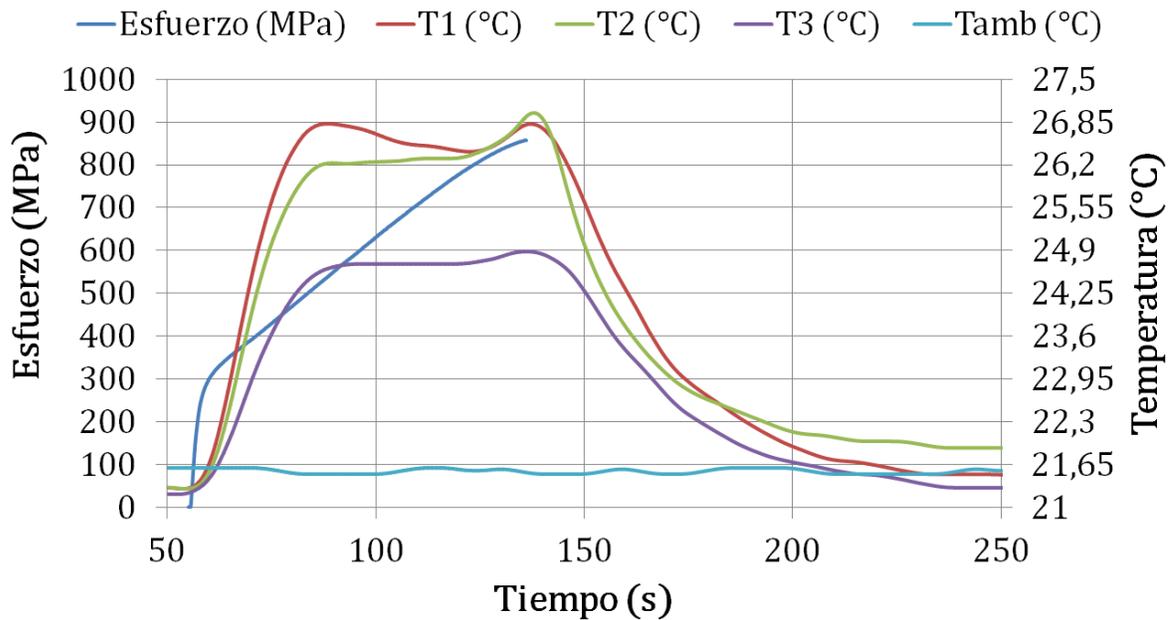


FIGURA 4-36: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 13,9% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DEL TIEMPO.

A continuación se muestra lo mismo anterior, pero en función de la deformación de la probeta durante el ensayo. De esta manera es posible identificar fácilmente los límites elásticos, superelásticos e inicio de deformación plástica. En las Figura 4-37, Figura 4-38, Figura 4-39 y Figura 4-40 se muestran estos resultados.

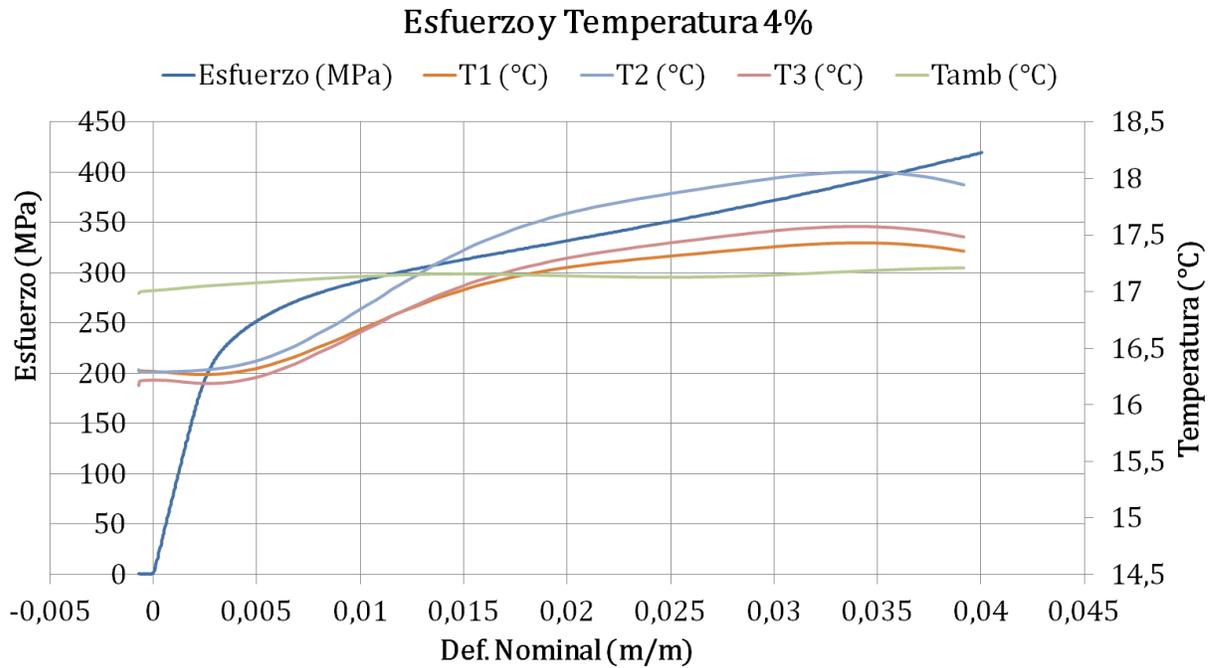


FIGURA 4-37: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 4% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN.

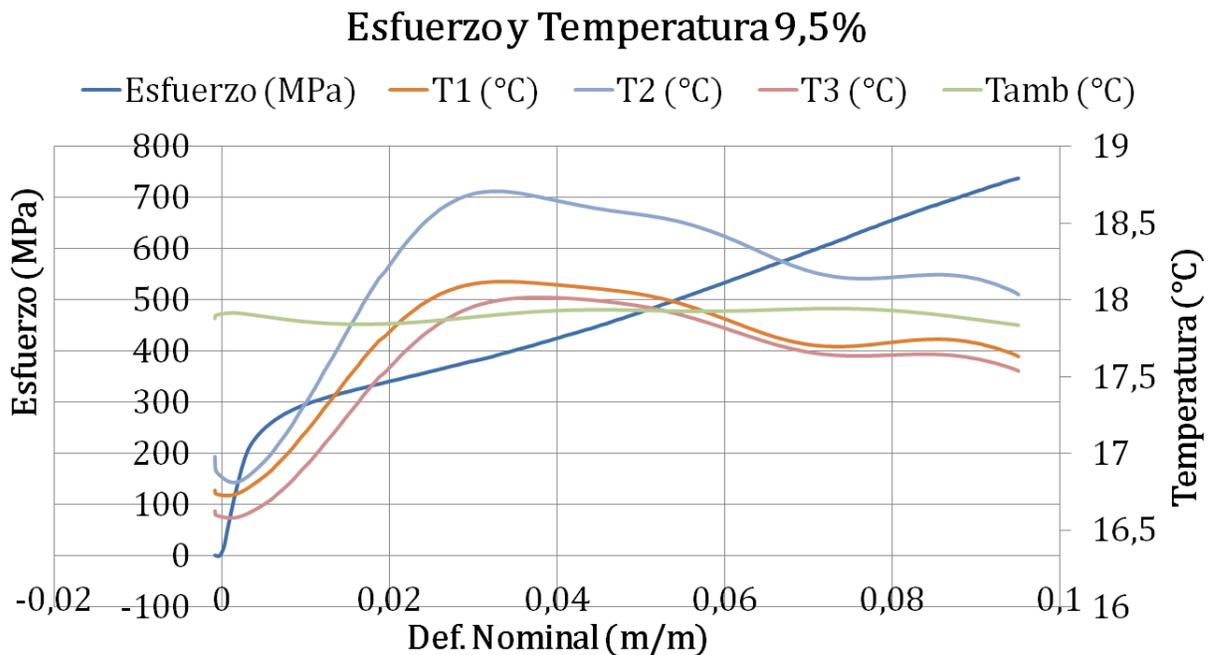


FIGURA 4-38: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 9,5% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN.

Esfuerzo y Temperatura 13,72% (Fractura)

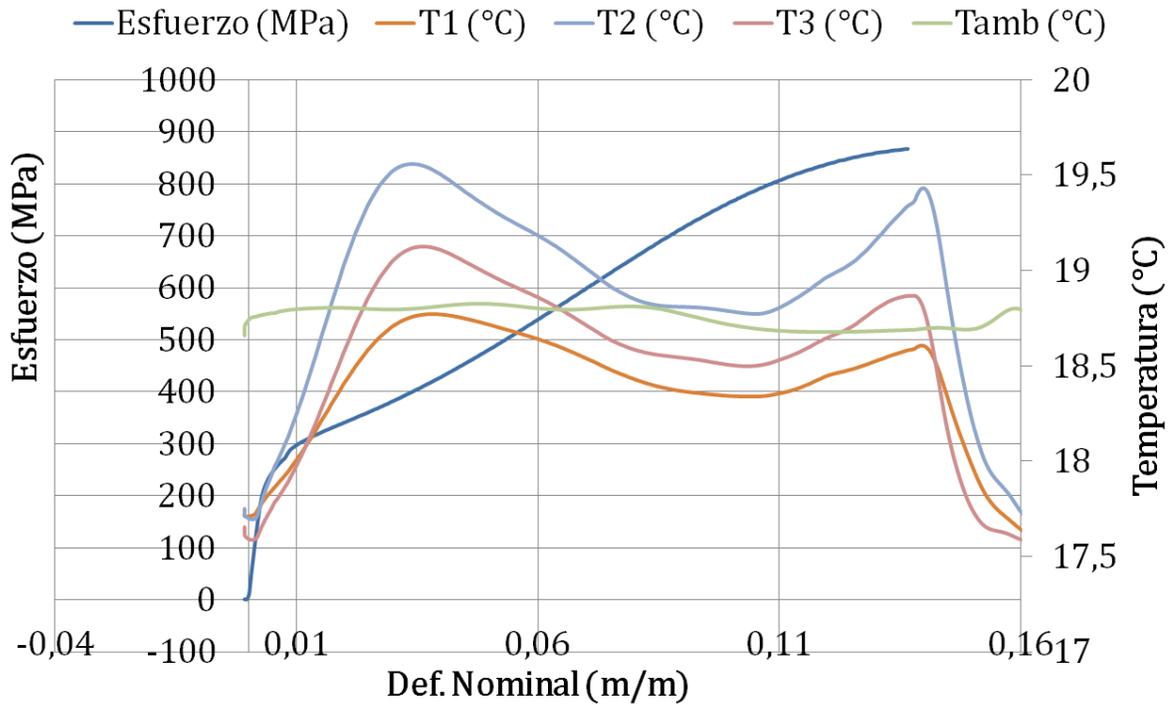


FIGURA 4-39: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 13,72% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN.

Esfuerzo y Temperatura 13,9% (Fractura)

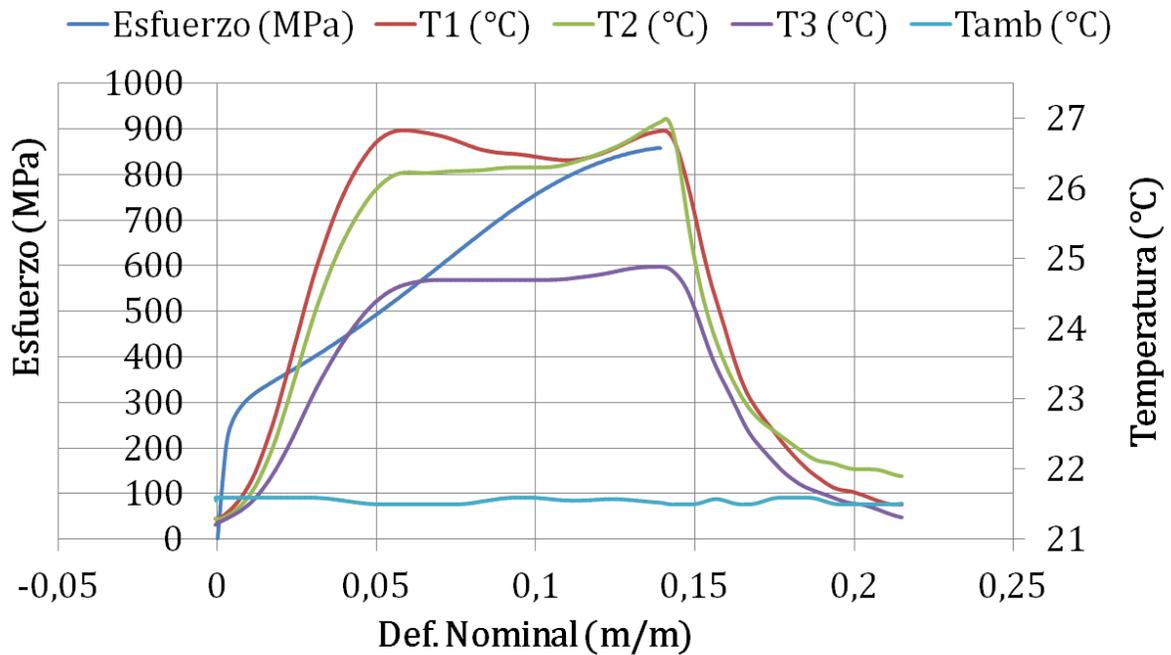


FIGURA 4-40: VALORES DE TEMPERATURA JUNTO A LOS DE ESFUERZOS PARA EL ENSAYO DE 13,9% DE DEFORMACIÓN MÁXIMA IMPUESTA, EN FUNCIÓN DE LA DEFORMACIÓN.

A partir de estos gráficos es posible rescatar que la temperatura de la probeta aumenta a medida que se acerca al límite elástico, debido al carácter exotérmico de la transformación austenita/martensita, para luego en el régimen post-superelástico entrar en un régimen de deformación que aparentemente no tiene generación ni absorción de calor, sino que la probeta baja su temperatura simplemente por llegar a un efecto de equilibrio con el medio ambiente y las mordazas. Alrededor del 9,5% empieza nuevamente un alza de temperatura la cual está asociada al comienzo de la deformación plástica, la cual cada vez se torna más importante hasta llegar finalmente a la fractura frágil de la muestra, con el alza de temperatura típico asociado a la rotura en metales.

Como discusión adicional se analizará la derivada de la temperatura en función de la deformación impuesta, esta puede ser descrita por la siguiente ecuación en el caso de deformación uniaxial adiabática:

$$\frac{\partial T}{\partial \varepsilon_s} = -\frac{V_m \alpha E T}{C_v} \quad \text{ECUACIÓN 4.1}$$

Donde:

- $\partial T / \partial \varepsilon_s$: Representa la variación de la temperatura con la deformación a entropía constante.
- V_m : Volumen molar del material.
- α : Es el coeficiente lineal de expansión térmica.
- E : Es el módulo de Young isotérmico.
- T : Es la temperatura absoluta.
- C_v : Es el calor específico a volumen constante.

Muchos materiales se expanden al calentarse, además como α es casi siempre positivo al igual que V , T , E y C , es posible deducir que la tensión elástica adiabática disminuye la temperatura del material y una compresión elástica adiabática la aumenta. Sin embargo, este cambio de temperatura es pequeño.

El comportamiento del hule al estirarse es diferente al resto de los materiales, ya que posee un coeficiente lineal de expansión térmica negativo, por lo tanto al ser alargado rápidamente se calienta y al comprimirlo se enfría.

Toda esta explicación anterior es para analizar la curva de la variación de la temperatura con la deformación, esta se muestra en la Figura 4-41. Se puede apreciar que en un comienzo la probeta que alcanza un 13,9% de deformación tiene una pequeña pendiente negativa que se traduce en una baja de temperatura tal como en los metales o materiales normales en el rango elástico clásico. Sin embargo, a medida que entra al rango superelástico esta transformación de austenita en martensita genera un aumento del calor liberado y por consiguiente de la temperatura de las muestra, parecido a lo que sucede con el hule al estirarse por ejemplo. Luego, a medio camino del LSE, la derivada de la temperatura alcanza su máximo y a medida que se acerca al LSE esta disminuye hasta llegar a cero. Después de este punto hay un enfriamiento que no parece estar asociado a ningún fenómeno en particular, sino que simplemente a la propia evolución hacia el equilibrio con la temperatura ambiente. Luego a partir del 8% se nota un crecimiento de esta

variación de temperatura debido a la deformación plástica que termina finalmente en la fractura del material.

Es importante destacar que la diferencia en el valor de las pendientes de temperatura se debe a que la probeta que alcanzó un 13,9% de deformación fue ensayada a una velocidad 4 veces mayor que la de 13,7%, lo cual se traduce en variaciones de temperatura más altas, ya que al ser más rápido la probeta no alcanza a disipar el calor en el ambiente debido a la inercia típica asociada a los procesos térmicos.

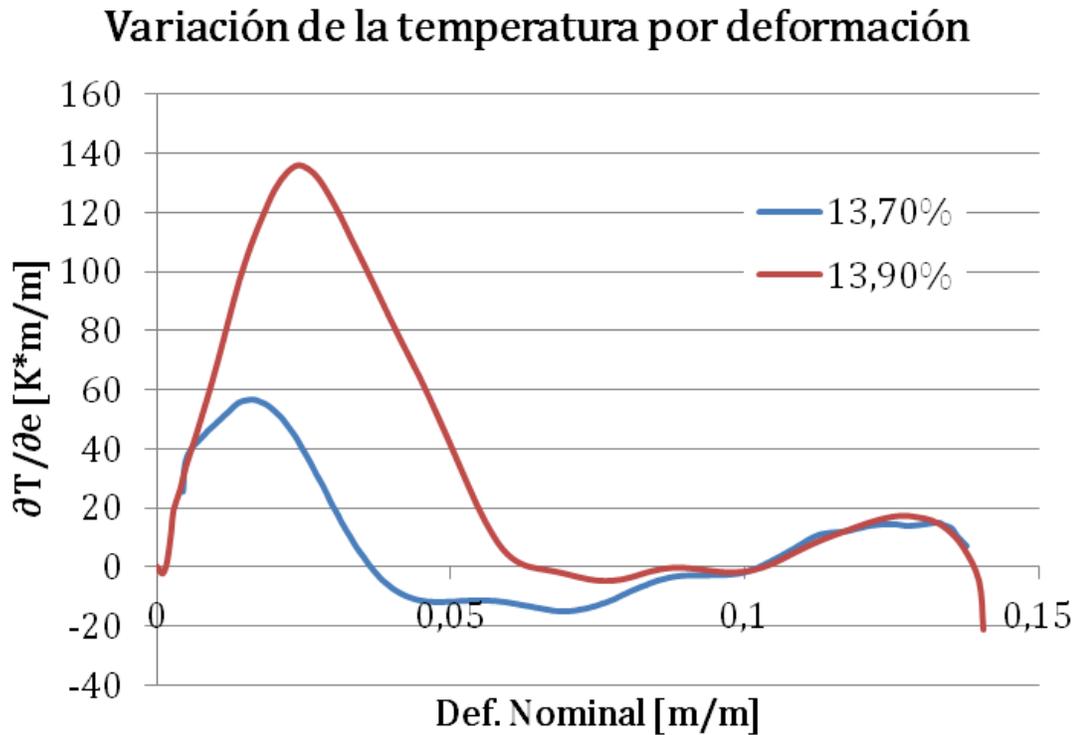


FIGURA 4-41: VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA POR DEFORMACIÓN.

También se midió la temperatura en un punto para el ensayo de amortiguamiento interno de la aleación, debido a que son muchas tracciones y compresiones, se muestra un ensayo medio representativo de lo que sucedió con todo el resto de los ciclos. En la Figura 4-42 se muestra los resultados de tracción y compresión junto a la temperatura medida para un ciclo del 6,3% de deformación máxima, en función de la deformación nominal de la muestra. Mientras que en la Figura 4-43 se puede apreciar las mismas curvas pero en función del tiempo de medición para mejorar la claridad en el comportamiento de la temperatura, es importante notar que el salto abrupto que sucede en la temperatura entre tracción y compresión se debe a un corte de tiempo para mejorar la resolución del gráfico.

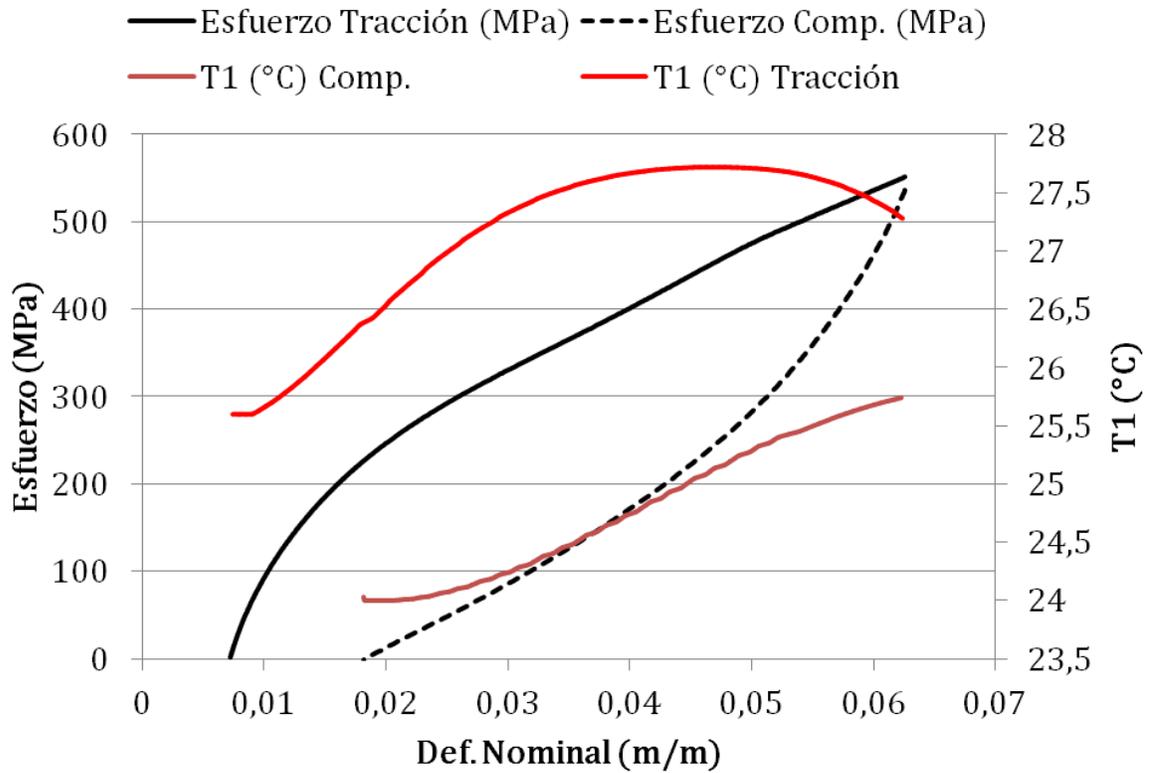


FIGURA 4-42: ESFUERZO Y TEMPERATURA PARA UN CICLO DEL 6,3% EN CICLAJE PARA MEDIR AMORTIGUAMIENTO INTERNO.

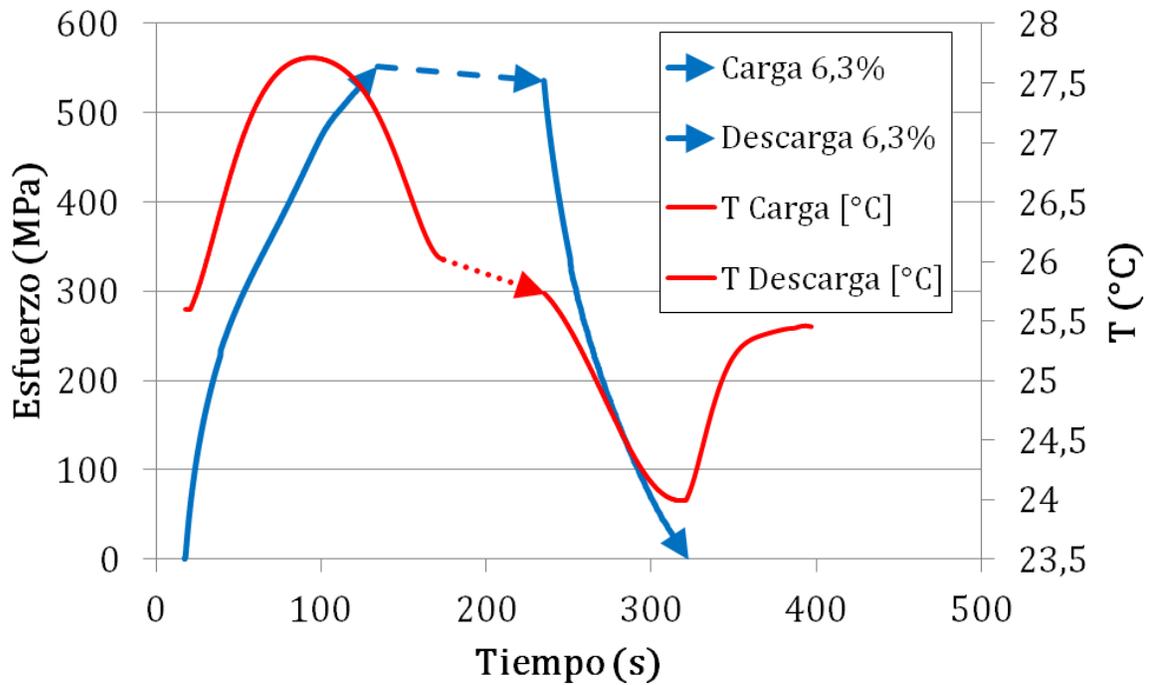


FIGURA 4-43: ESFUERZO Y TEMPERATURA EN FUNCIÓN DEL TIEMPO PARA UN CICLO DEL 6,3%.

A continuación se muestran todos los resultados obtenidos a partir del uso de microscopía óptica.

4.2.1. PROBETAS PLANAS

En primer lugar se corroboró la granulometría del material, ya que debido a su proceso de manufactura, las probetas presentan distintos tamaños de grano. En la Figura 4-44, se muestran los resultados del tamaño de grano, que en promedio corresponde a $300 \mu m$ para las probetas planas.

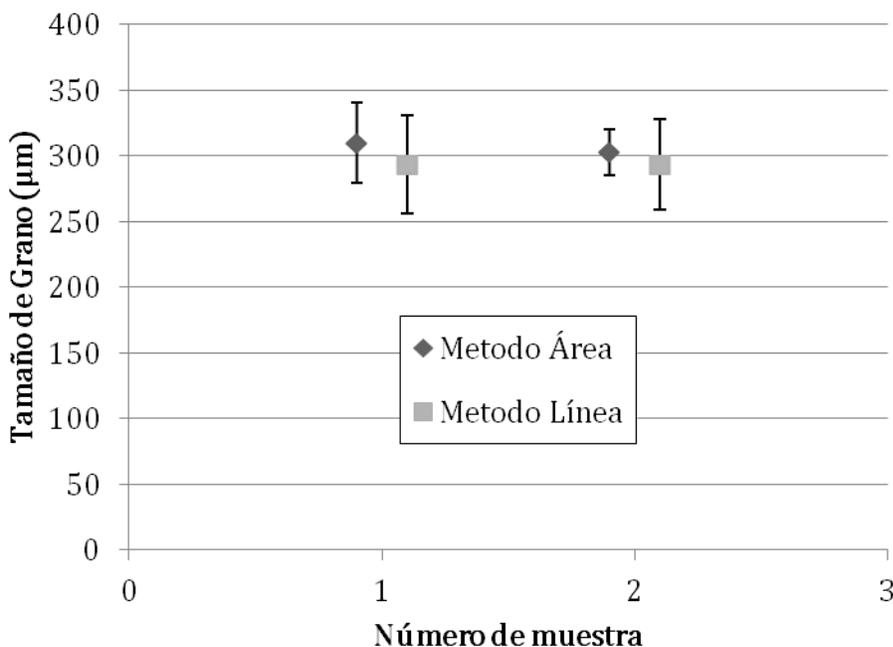


FIGURA 4-44: GRANULOMETRÍA DE PROBETAS PLANAS.

Las probetas planas fueron sometidas a ensayos de tracción con microscopía in-situ, por lo que en las próximas sub-secciones se verá el detalle de cada una.

4.2.1.1. PROBETA A1

En la Figura 4-45 es posible apreciar los puntos en que el ensayo se detuvo para tomar imágenes vía microscopía óptica. Además, los valores de esfuerzo y deformación de estos puntos están mostrados en la Tabla 4-4.

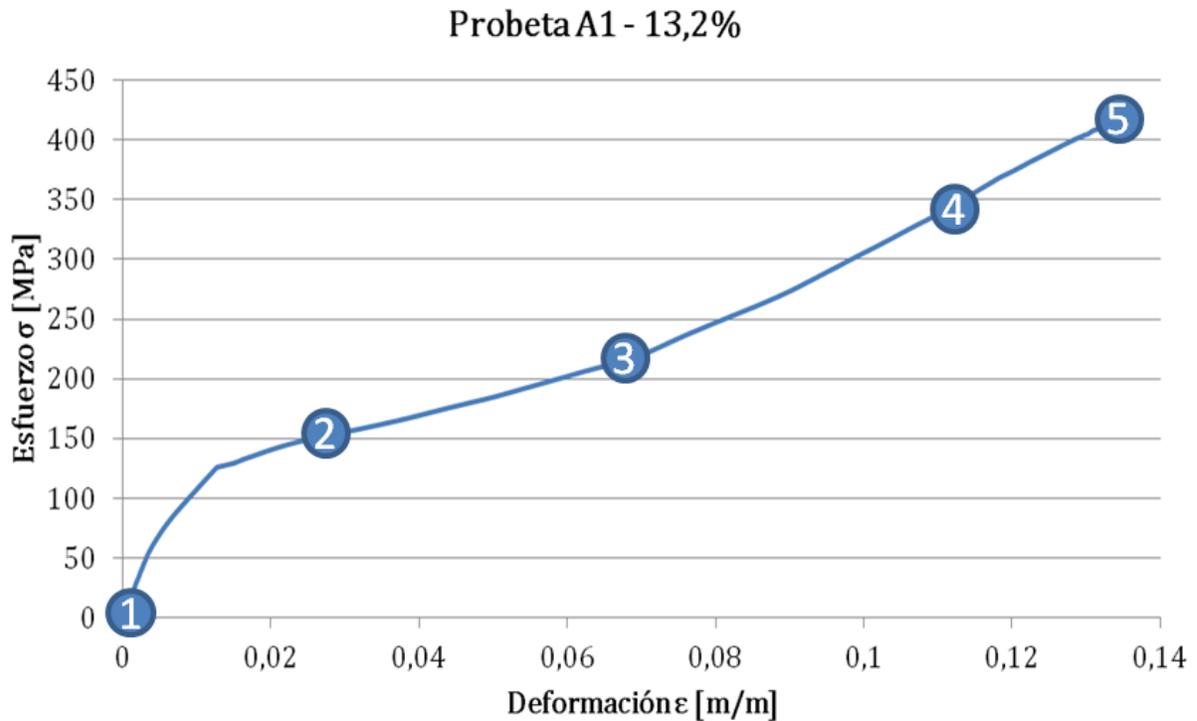


FIGURA 4-45: PUNTOS DESDE LOS CUALES SE OBTUVIERON IMÁGENES DE LA PROBETA A1.

Como la probeta A1 contaba con una deformación remanente desconocida no es posible saber a ciencia cierta el punto en la curva de esfuerzo-deformación, así que sólo sirve a modo de aproximarse a la realidad.

Se puede apreciar que el punto 1 y 2 se encuentran bajo el límite superelástico, mientras que 3, 4 y 5 se encuentran por sobre este punto. Las imágenes de fractura, no son imágenes de la deformación impuesta, sino que de la deformación remanente resultante una vez que se fractura la probeta. Como no es posible medir esta deformación remanente una vez fracturada, en la figura se muestra la estimación del comportamiento en descarga de dicha curva. Punto en el cual estarían situadas verdaderamente las imágenes 5 de M.O.

TABLA 4-4: VALORES DE ESFUERZO Y DEFORMACIÓN PARA CADA UNA DE LAS DETENCIONES EN A1.

Fotos probeta A1		
Nº	Esfuerzo [Mpa]	Deformación [%]
1	0	0,00
2	150	2,70
3	224	6,70
4	345	11,28
5	422	13,20

En la Figura 4-46 se muestran las imágenes obtenidas para los primeros 4 puntos de detención en la curva de esfuerzo-deformación.

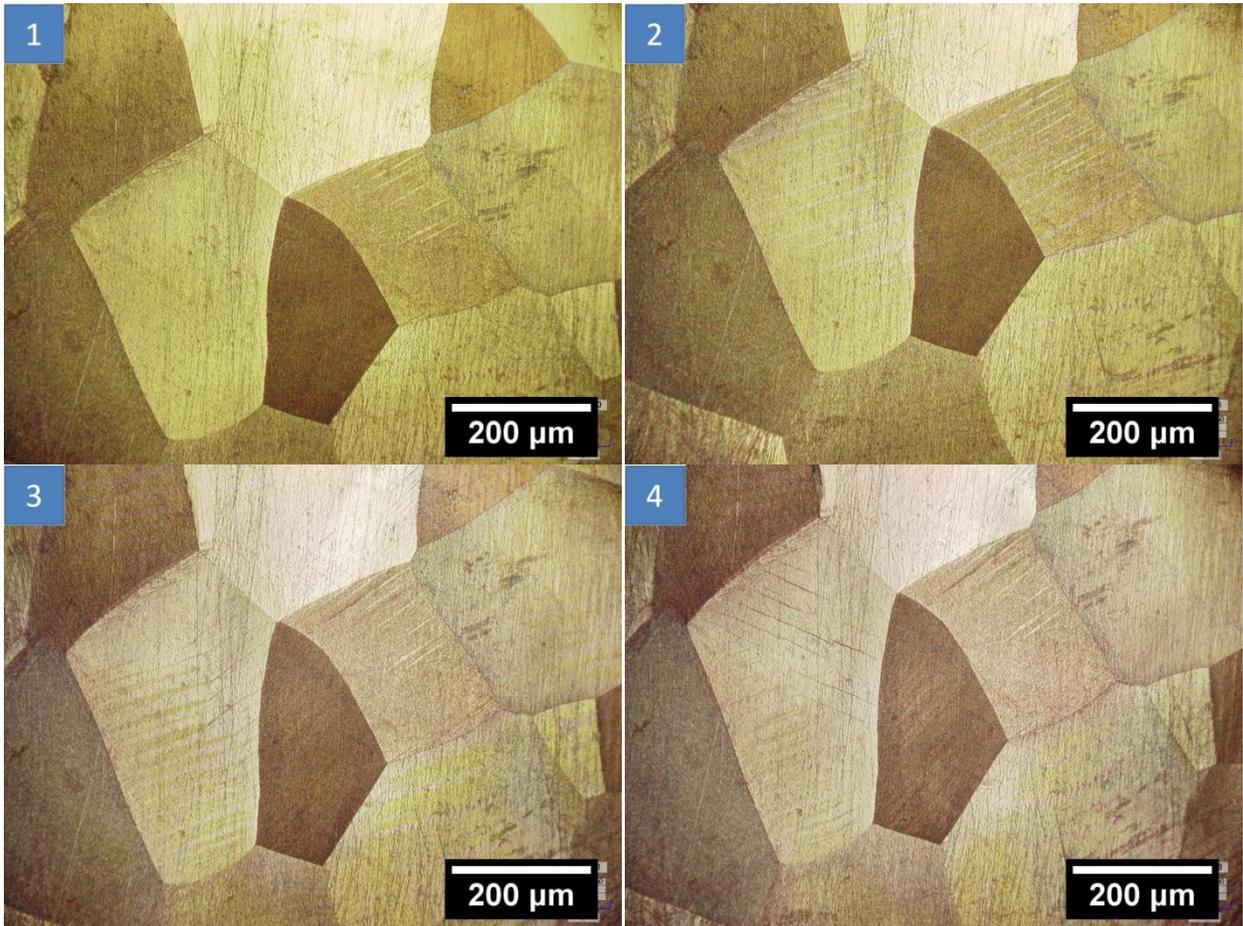


FIGURA 4-46: M.O. IN-SITU PARA DISTINTAS DEFORMACIONES EN LA PROBETA A1.

Es posible apreciar cómo aumenta la cantidad de martensita a medida que aumentan los niveles de deformación impuesta.

En la Figura 4-47 se aprecian imágenes de la probeta después de la fractura (punto 5).

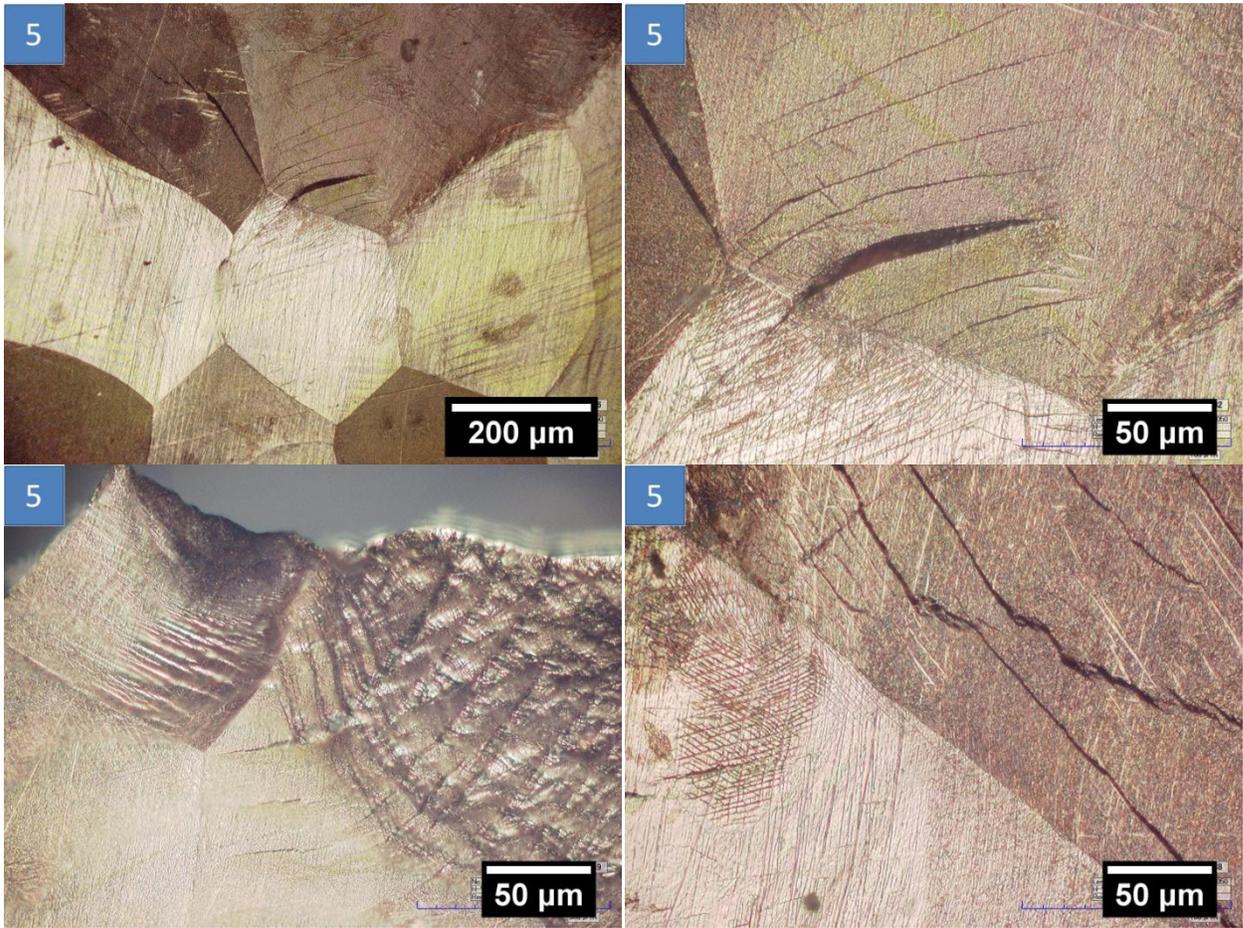


FIGURA 4-47: M.O. IN-SITU DESPUÉS DE LA FRACTURA EN LA PROBETA A1.

4.2.1.2. PROBETA A2

En la Figura 4-48 es posible apreciar los puntos en que el ensayo se detuvo para tomar imágenes vía microscopía óptica. Además, los valores de esfuerzo y deformación de estos puntos están mostrados en la Tabla 4-5.

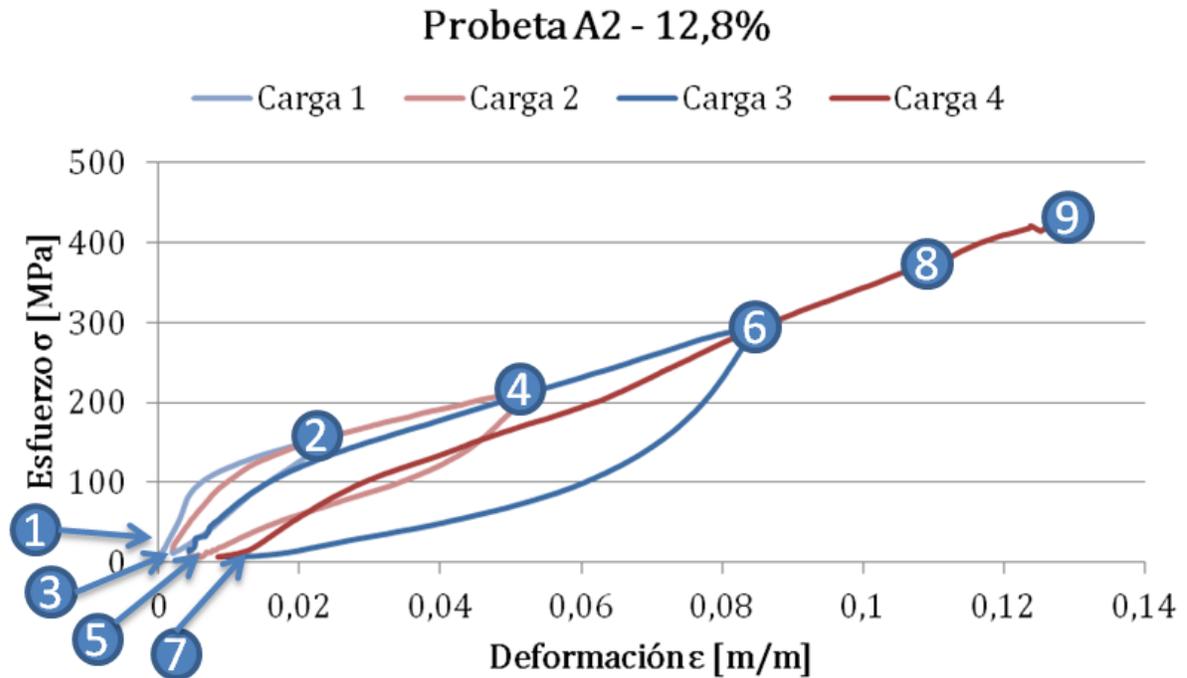


FIGURA 4-48: PUNTOS DESDE LOS CUALES SE OBTUVIERON IMÁGENES DE LA PROBETA A2.

TABLA 4-5: VALORES DE ESFUERZO Y DEFORMACIÓN PARA CADA UNA DE LAS DETENCIONES EN A2.

Fotos probeta A2		
Nº	Esfuerzo [Mpa]	Deformación [%]
1	0	0,00
2	150	2,20
3	16	0,16
4	205	5,24
5	7	0,49
6	294	8,35
7	22	1,05
8	378	10,81
9	415	12,83

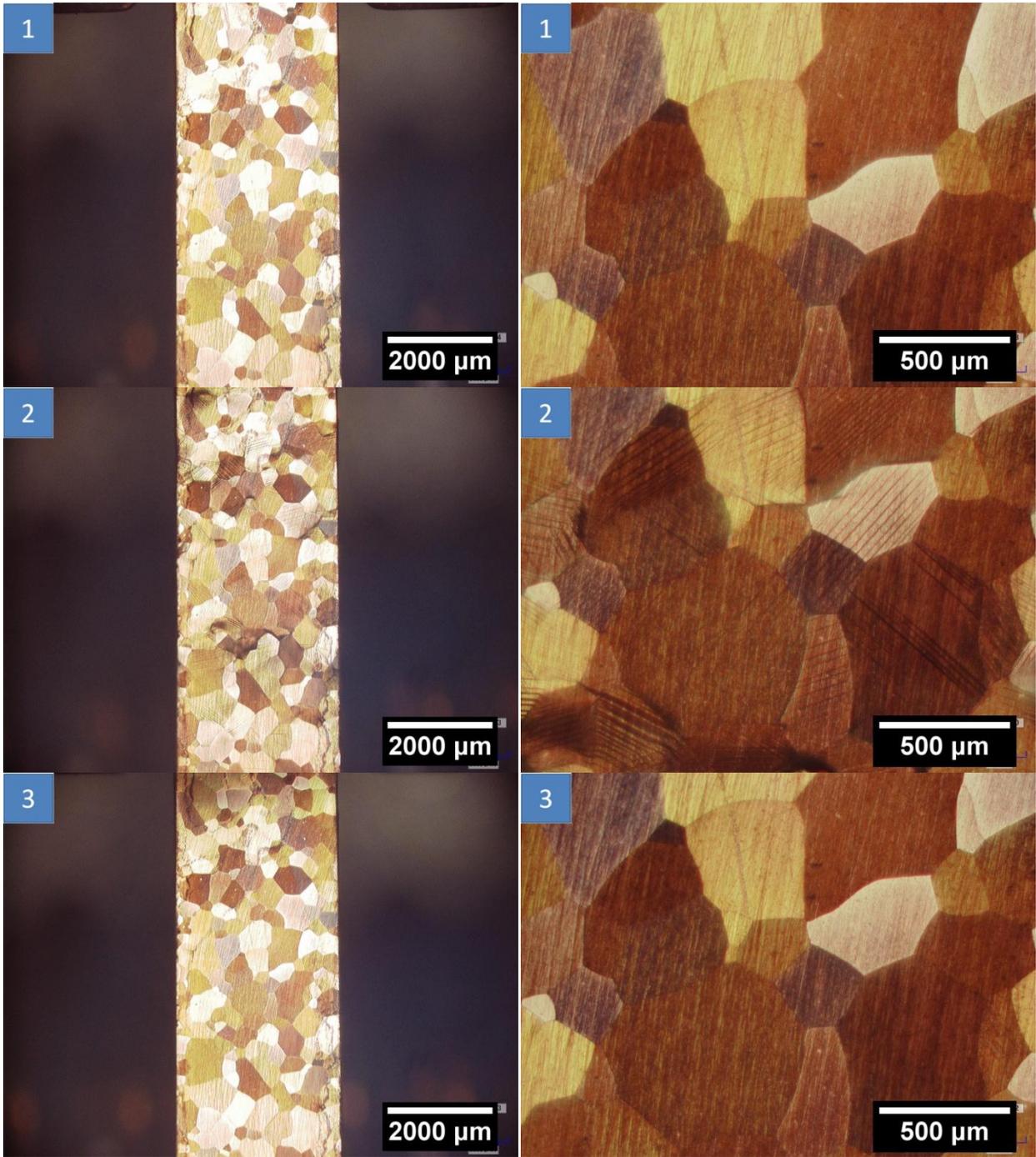


FIGURA 4-49: M.O. PARA LOS PUNTOS 1, 2 Y 3 DE LA PROBETA A2.



FIGURA 4-50: M.O. PARA LOS PUNTOS 4, 5 Y 6 DE LA PROBETA A2.

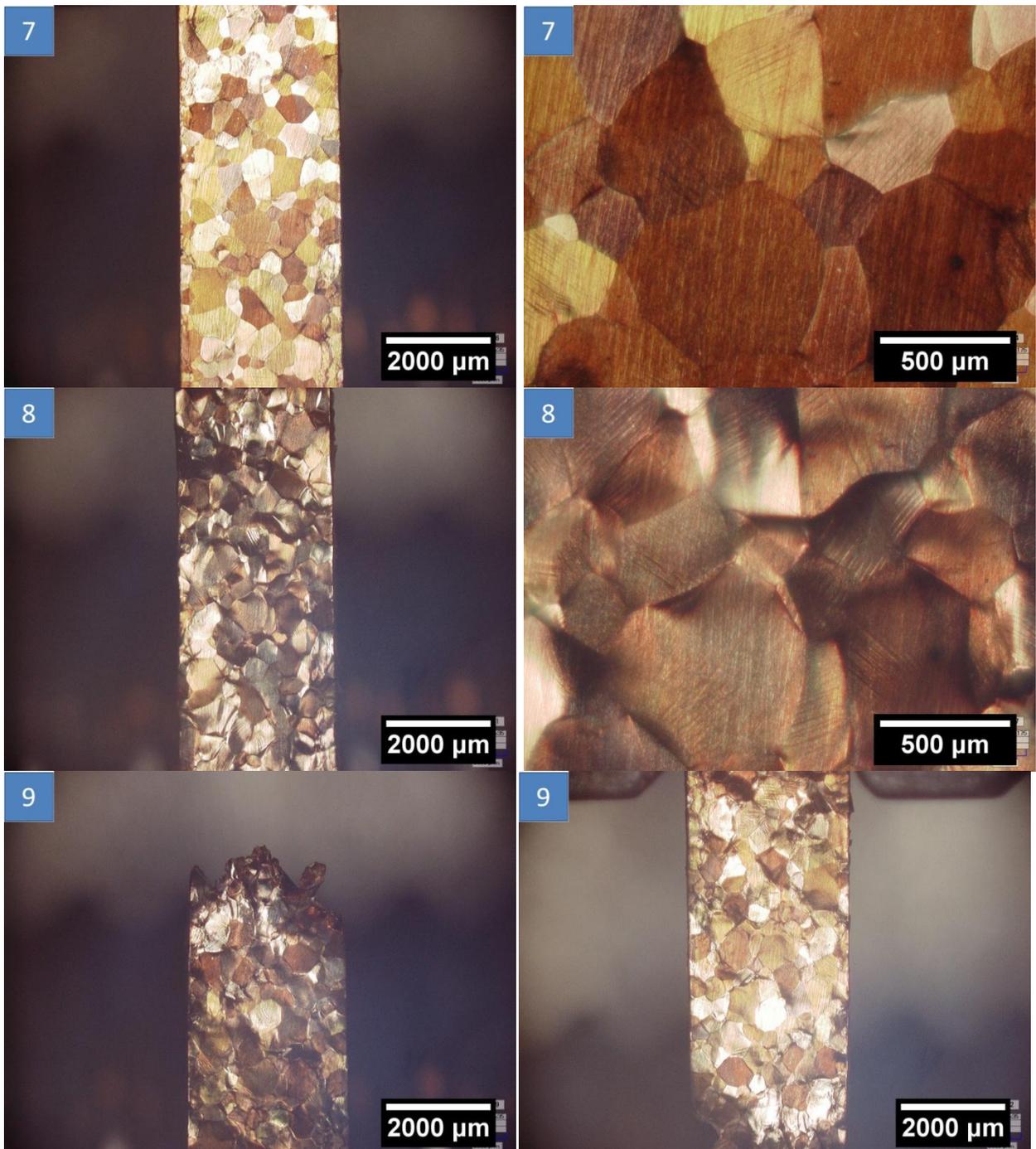


FIGURA 4-51: M.O. PARA LOS PUNTOS 7, 8 Y 9 DE LA PROBETA A2.

4.2.1.3. PROBETA B1

Debido a la cantidad de cargas y descargas, los resultados se han separado en dos partes, la primera que va desde la carga 1 hasta la 5, y la segunda que va desde la 6 a la 10. Es importante notar que la carga 5 no tiene descarga, ya que la probeta se soltó de las mordazas, por lo que se tuvo que comenzar desde cero para la carga 6. En la Figura 4-52 es posible apreciar los puntos de la primera parte en que el ensayo se detuvo para tomar imágenes vía microscopía óptica. Además, los valores de esfuerzo y deformación de estos puntos están mostrados en la Tabla 4-6.

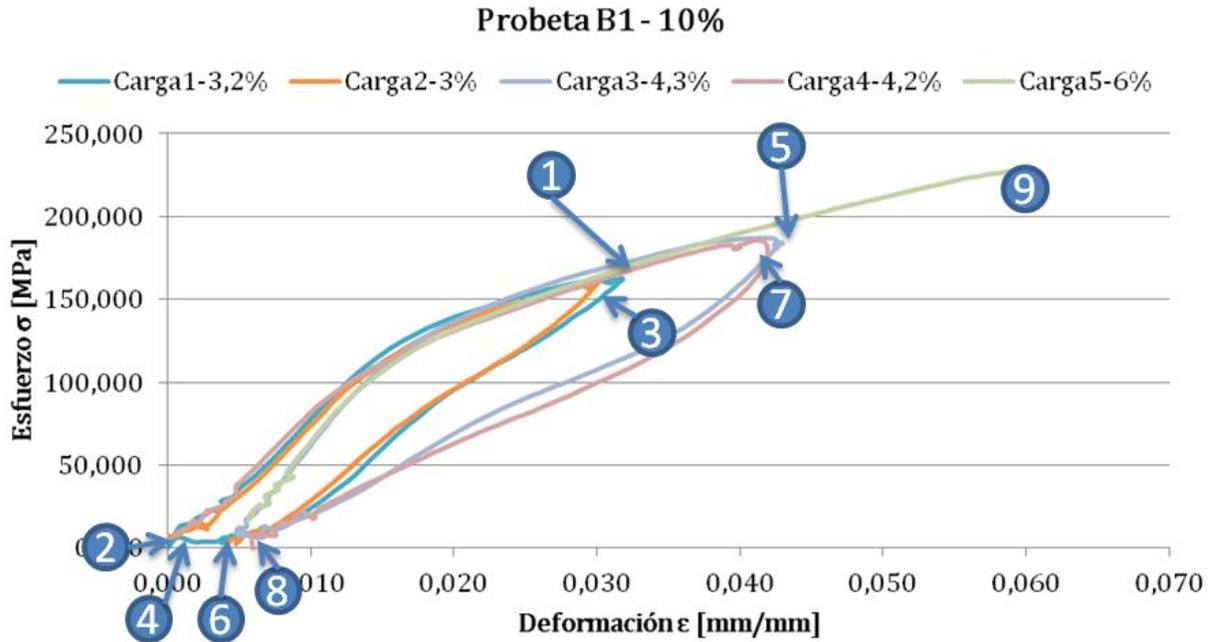


TABLA 4-6: VALORES DE ESFUERZO Y DEFORMACIÓN PARA CADA UNA DE LAS DETENCIONES EN B1, PRIMERA PARTE.

Fotos probeta B1, primera parte		
Nº	Esfuerzo [Mpa]	Deformación [%]
A1	167	3,20
A2	4	0,06
A3	160	3,00
A4	15	0,36
A5	183	4,30
A6	6	0,27
A7	179	4,20
A8	11	0,46
A9	223	5,63

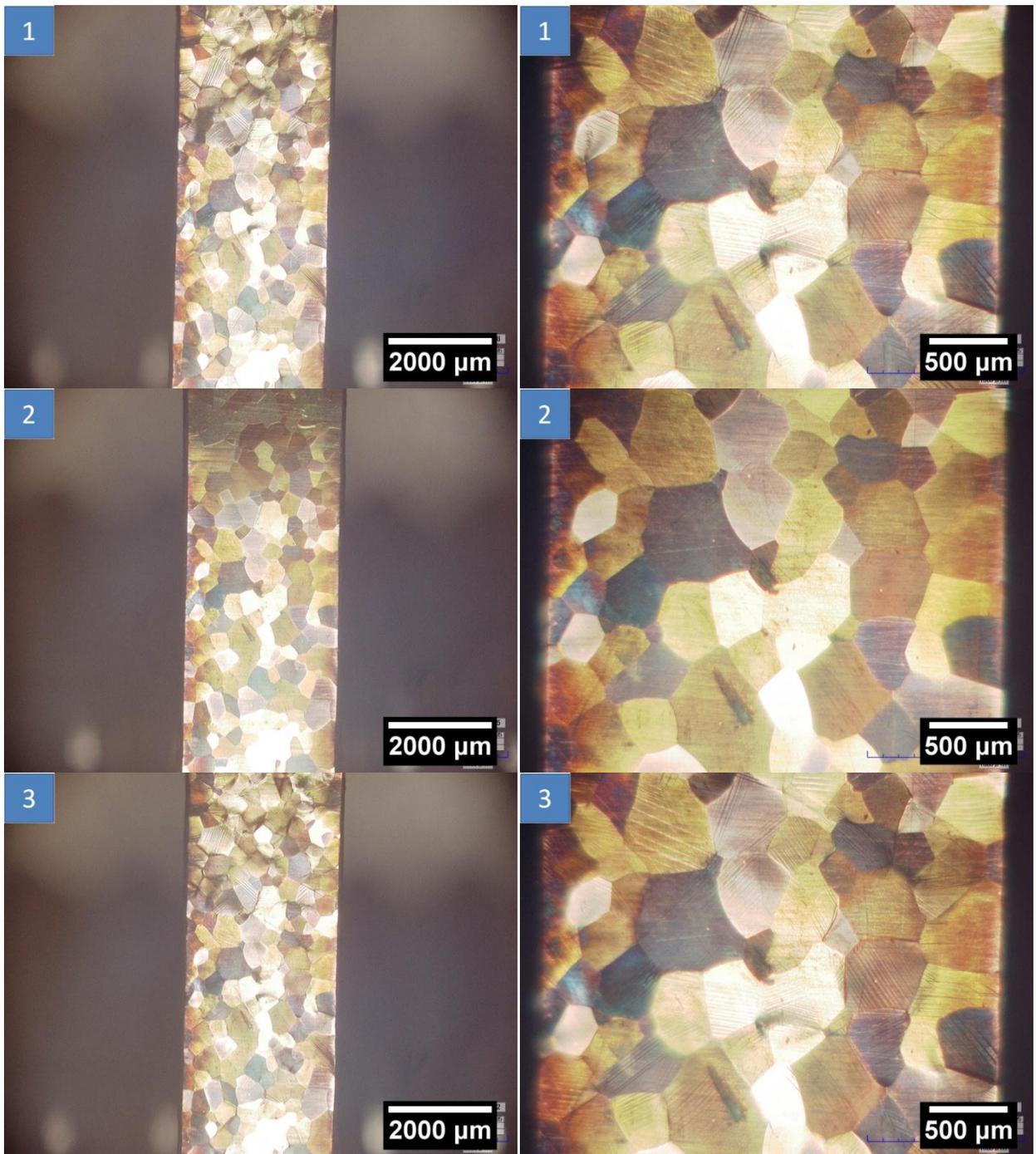


FIGURA 4-53: M.O. PARA LOS PUNTOS 1, 2 Y 3 DE LA PRIMERA PARTE DE LA PROBETA B1.

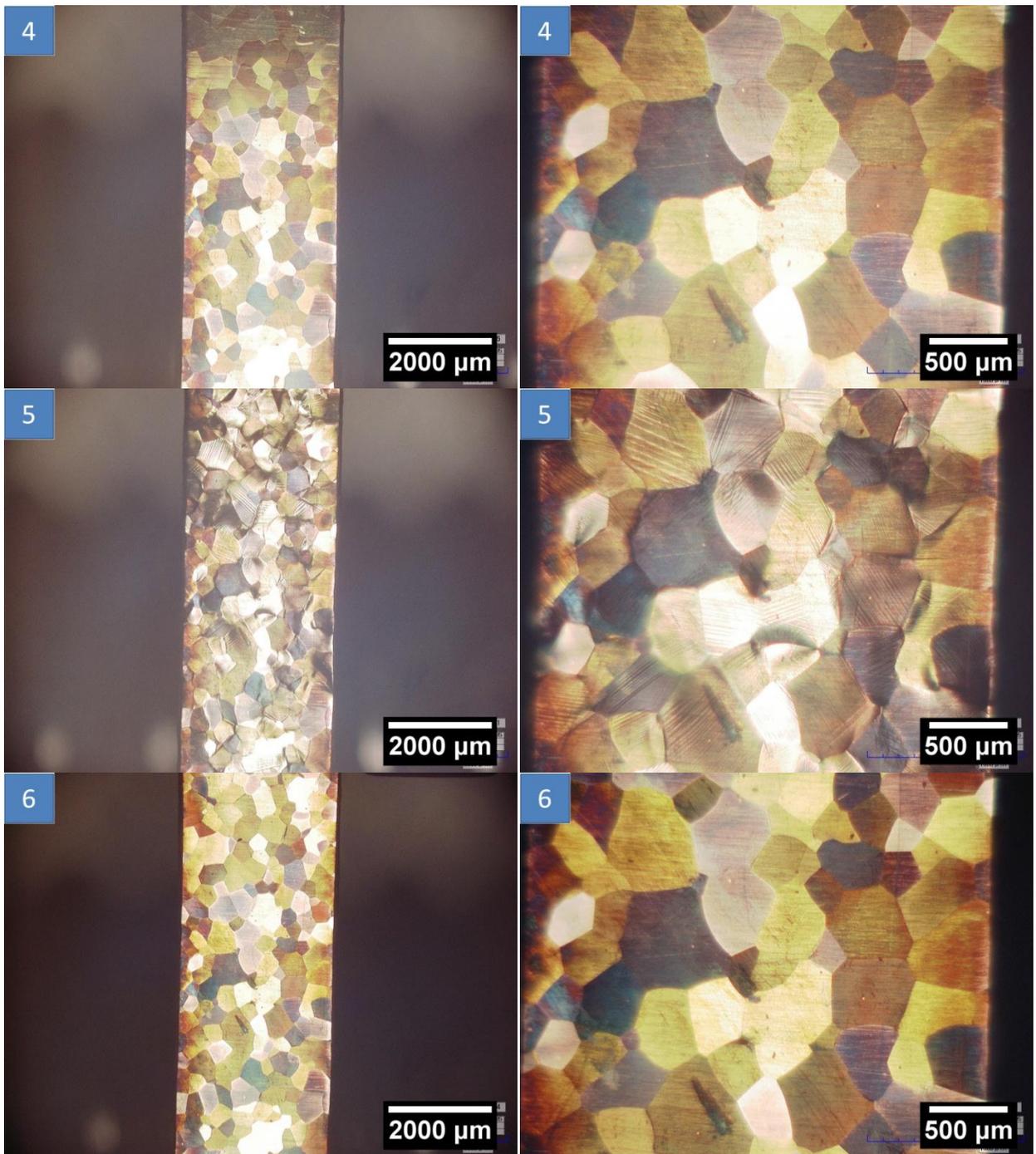


FIGURA 4-54: M.O. PARA LOS PUNTOS 4, 5 Y 6 DE LA PRIMERA PARTE DE LA PROBETA B1.

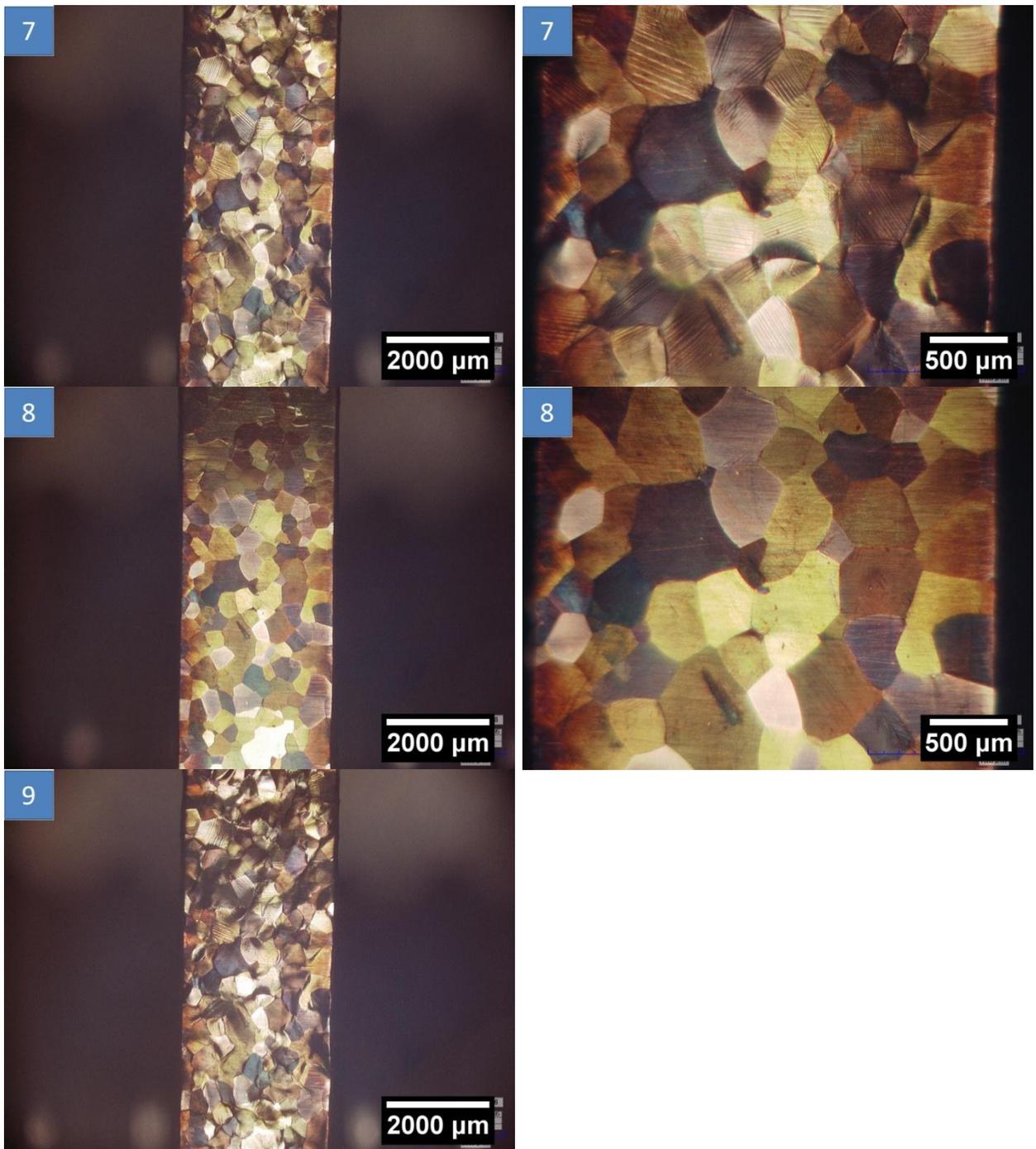


FIGURA 4-55: M.O. PARA LOS PUNTOS 7, 8 Y 9 DE LA PRIMERA PARTE DE LA PROBETA B1.

En la Figura 4-56 es posible apreciar los puntos de la segunda parte en que el ensayo se detuvo para tomar imágenes vía microscopía óptica. Además, los valores de esfuerzo y deformación de estos puntos están mostrados en la Tabla 4-7.

Probeta B1 - 10%

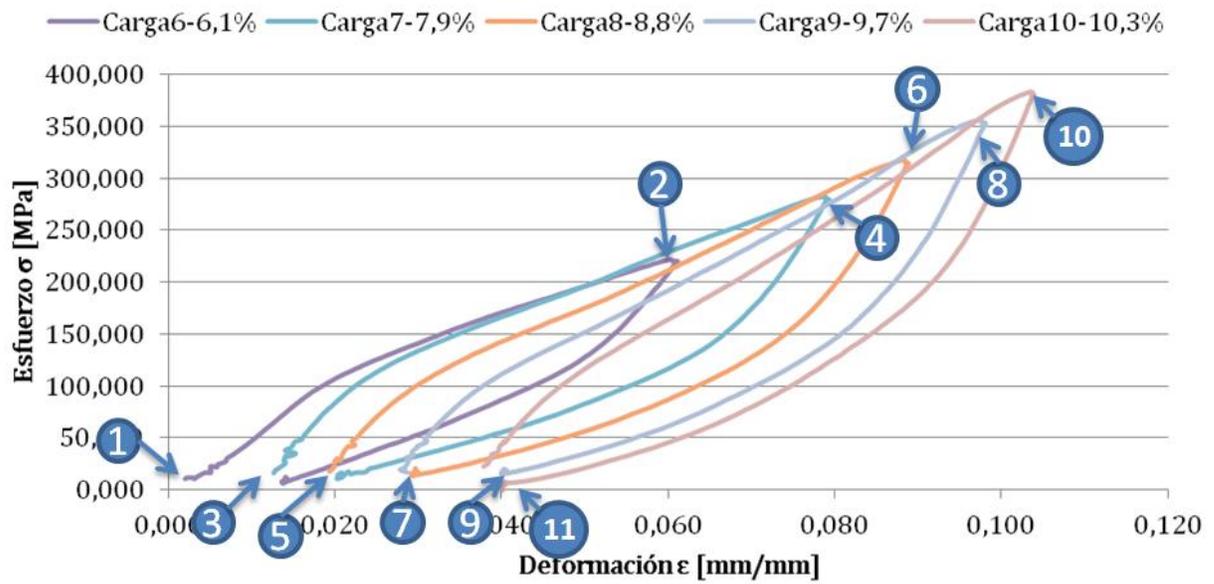


FIGURA 4-56: PUNTOS DESDE LOS CUALES SE OBTUVIERON IMÁGENES DE LA PROBETA B1, SEGUNDA PARTE.

TABLA 4-7: VALORES DE ESFUERZO Y DEFORMACIÓN PARA CADA UNA DE LAS DETENCIONES EN B1, SEGUNDA PARTE.

Fotos probeta B1, segunda parte.		
Nº	Esfuerzo [Mpa]	Deformación [%]
B1	15	0,44
B2	220	6,12
B3	17	0,87
B4	277	7,94
B5	24	1,14
B6	317	8,81
B7	20	2,62
B8	356	9,74
B9	23	3,61
B10	380	10,32
B11	10	4,10

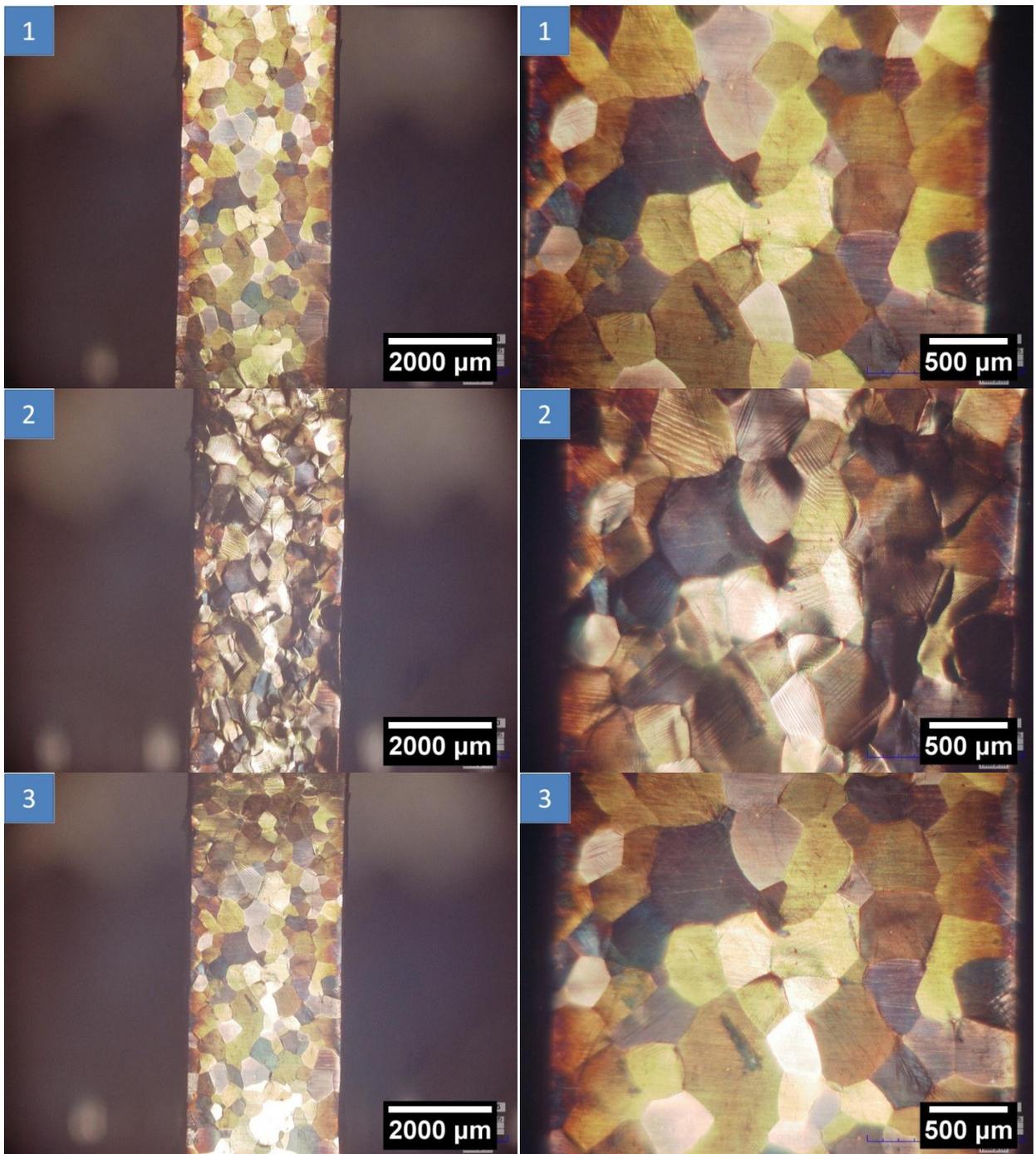


FIGURA 4-57: M.O. PARA LOS PUNTOS 1, 2 Y 3 DE LA SEGUNDA PARTE DE LA PROBETA B1.

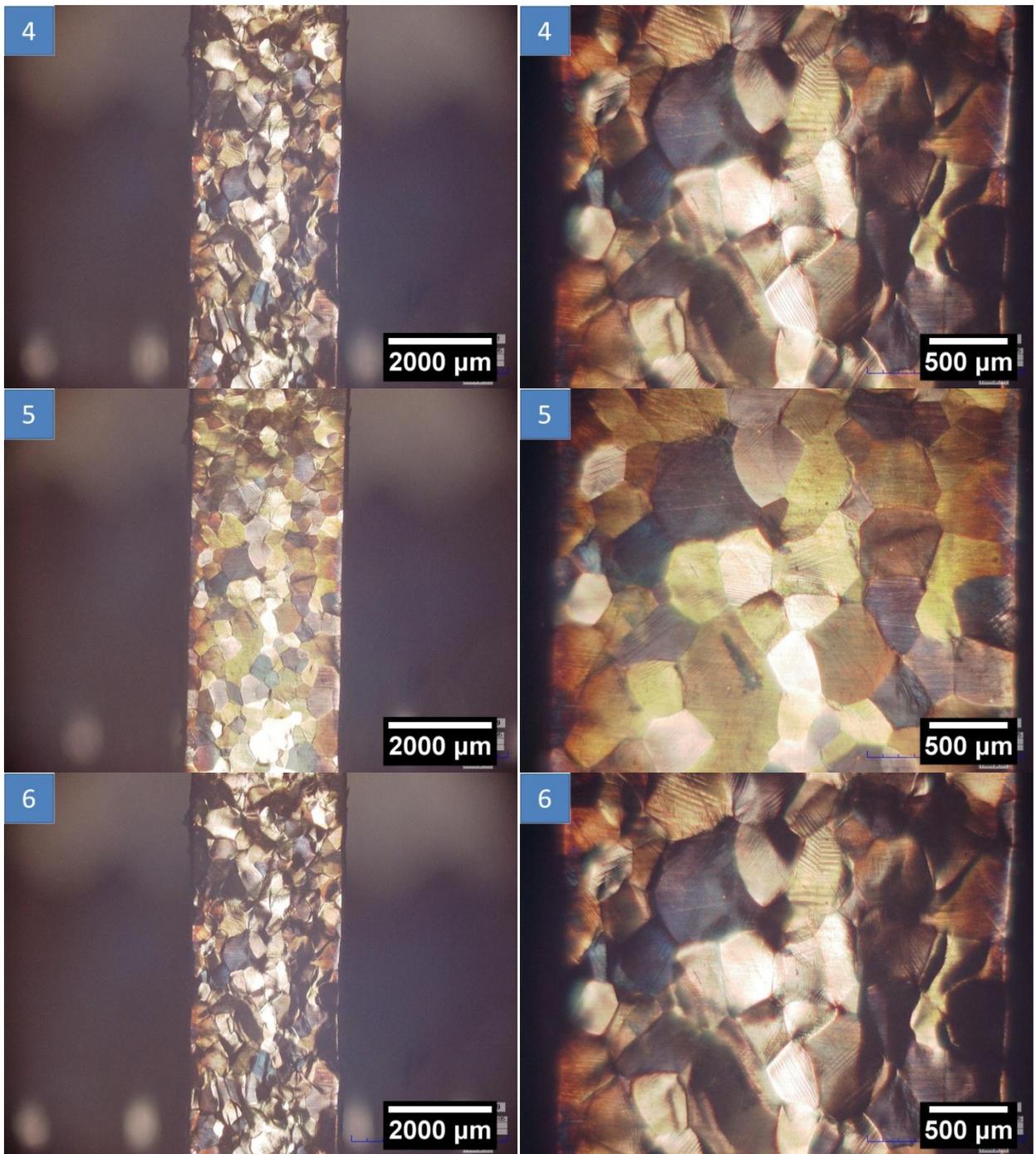


FIGURA 4-58: M.O. PARA LOS PUNTOS 4, 5 Y 6 DE LA SEGUNDA PARTE DE LA PROBETA B1.

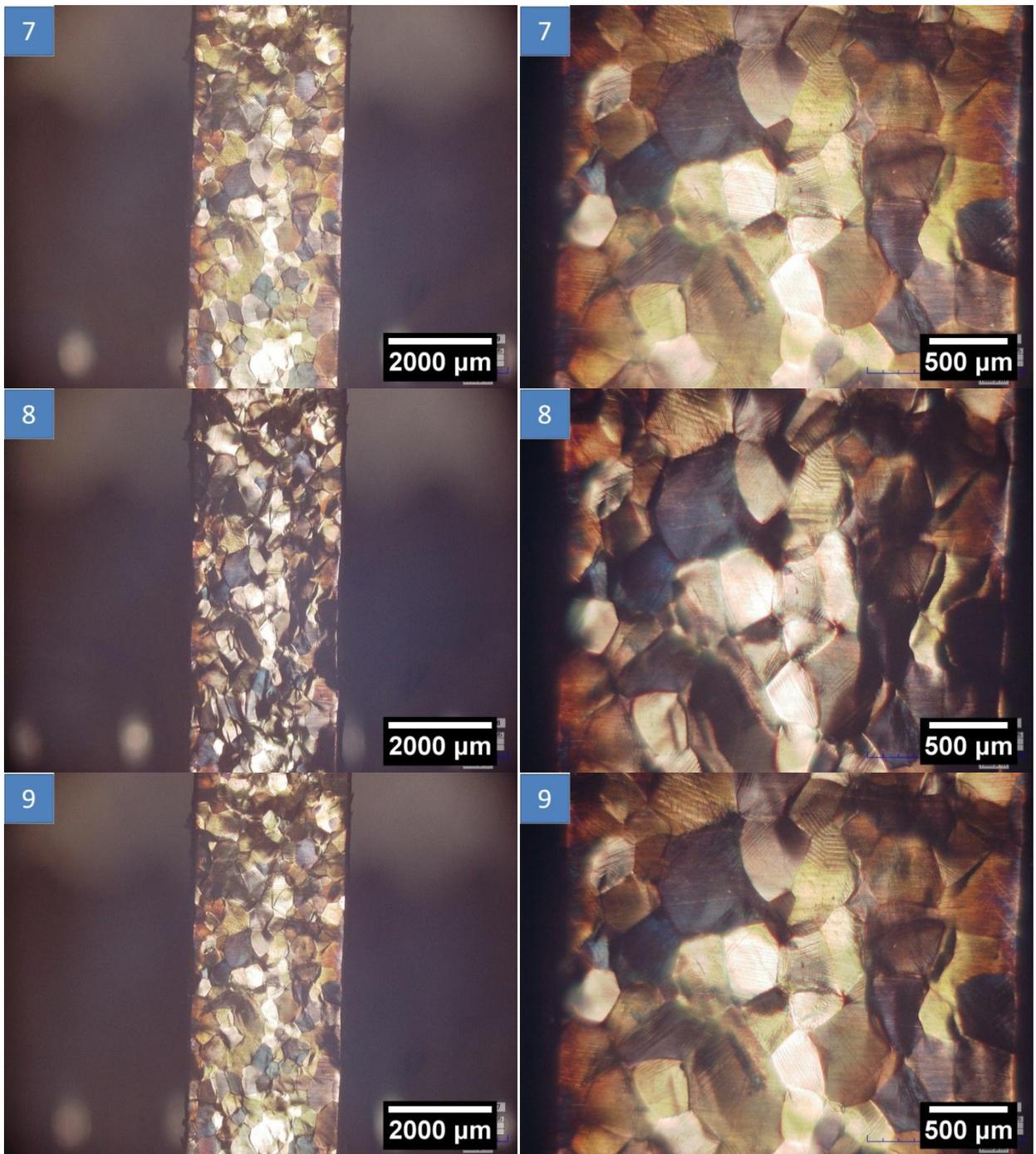


FIGURA 4-59: M.O. PARA LOS PUNTOS 7, 8 Y 9 DE LA SEGUNDA PARTE DE LA PROBETA B1.

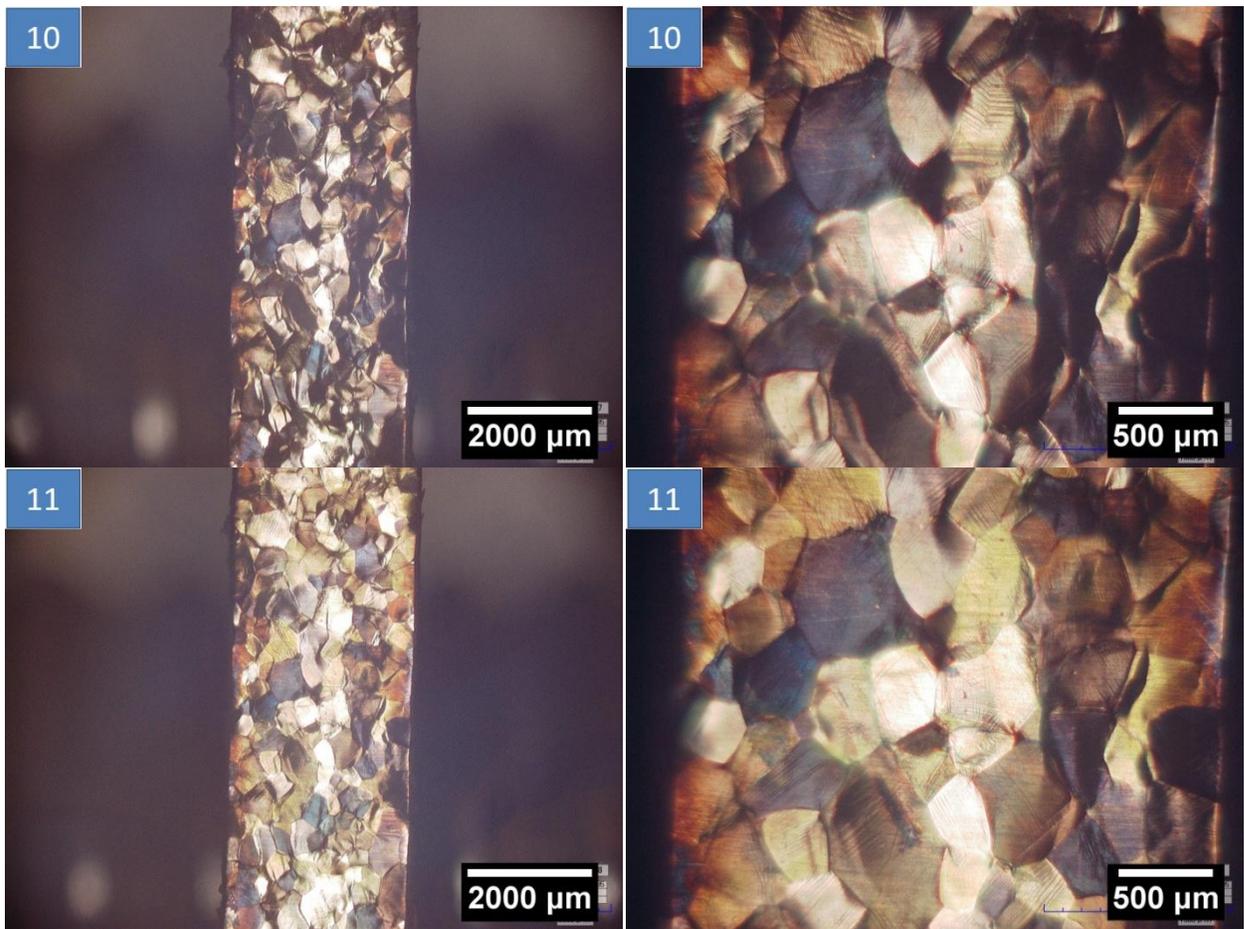


FIGURA 4-60: M.O. PARA LOS PUNTOS 10 Y 11 DE LA SEGUNDA PARTE DE LA PROBETA B1.

4.2.1.4. PROBETA B2

Esta probeta fue ensayada hasta la fractura sin parar a medida que se grababa un video por el microscopio. En la Figura 4-61 se puede apreciar el estado inicial de la probeta justo antes de realizarse el ensayo.

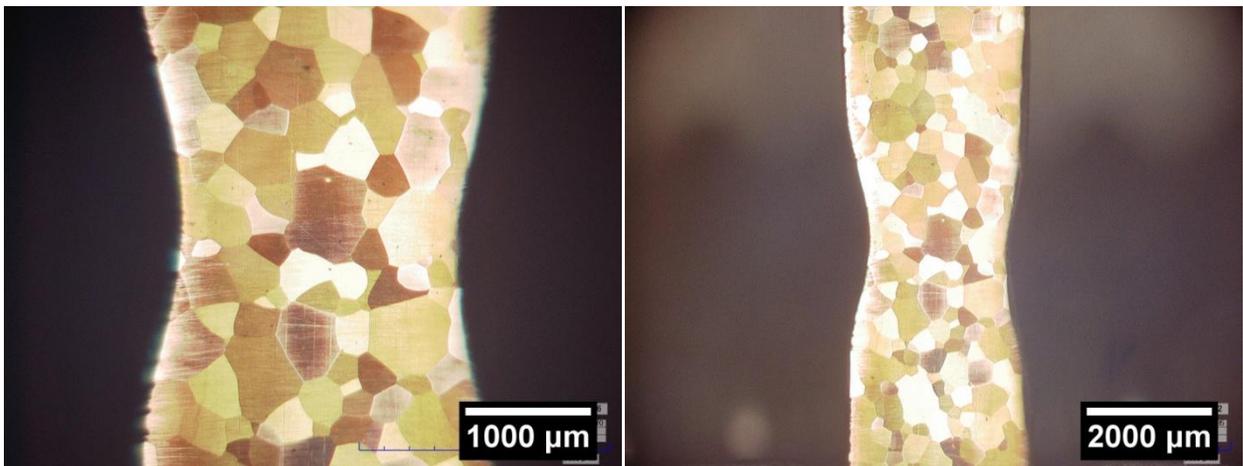


FIGURA 4-61: IMÁGENES DE LA PROBETA PREVIAS A SER ENSAYADA (0% DEFORMACIÓN).

En la Figura 4-62 se muestra la curva de esfuerzo-deformación de esta probeta y se señala en qué partes se extrajeron imágenes desde el video capturado. Los valores de deformación y esfuerzo de estos puntos están recopilados en la Tabla 4-8.

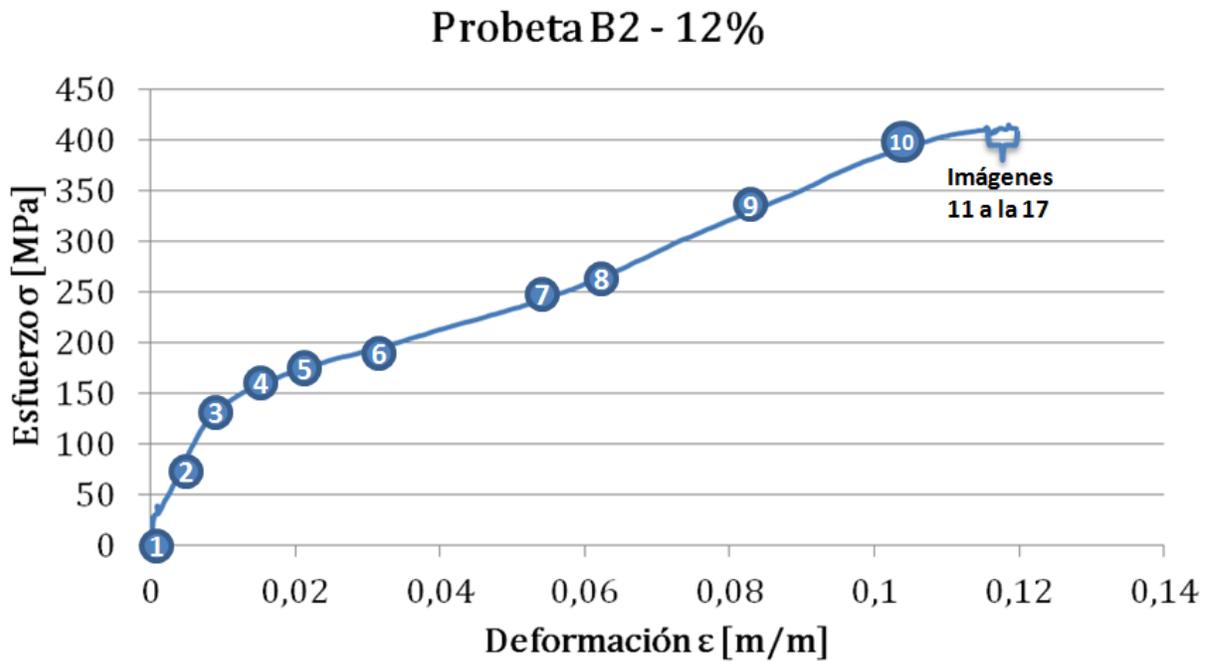


FIGURA 4-62: PUNTOS DESDE LOS CUALES SE OBTUVIERON IMÁGENES DE LA PROBETA B2.

TABLA 4-8: VALORES DE ESFUERZO Y DEFORMACIÓN PARA CADA UNA DE LAS DETENCIONES EN B2.

Fotos probeta B2		
Nº	Esfuerzos Corregido [Mpa]	Deformación [%]
1	8	0,04
2	78	0,63
3	138	0,88
4	156	1,42
5	176	1,95
6	192	3,12
7	246	5,45
8	254	6,18
9	338	8,11
10	397	10,41
11	407	11,53
12	407	11,60
13	407	11,66
14	407	11,79
15	407	11,85
16	407	11,88
17	407	11,96

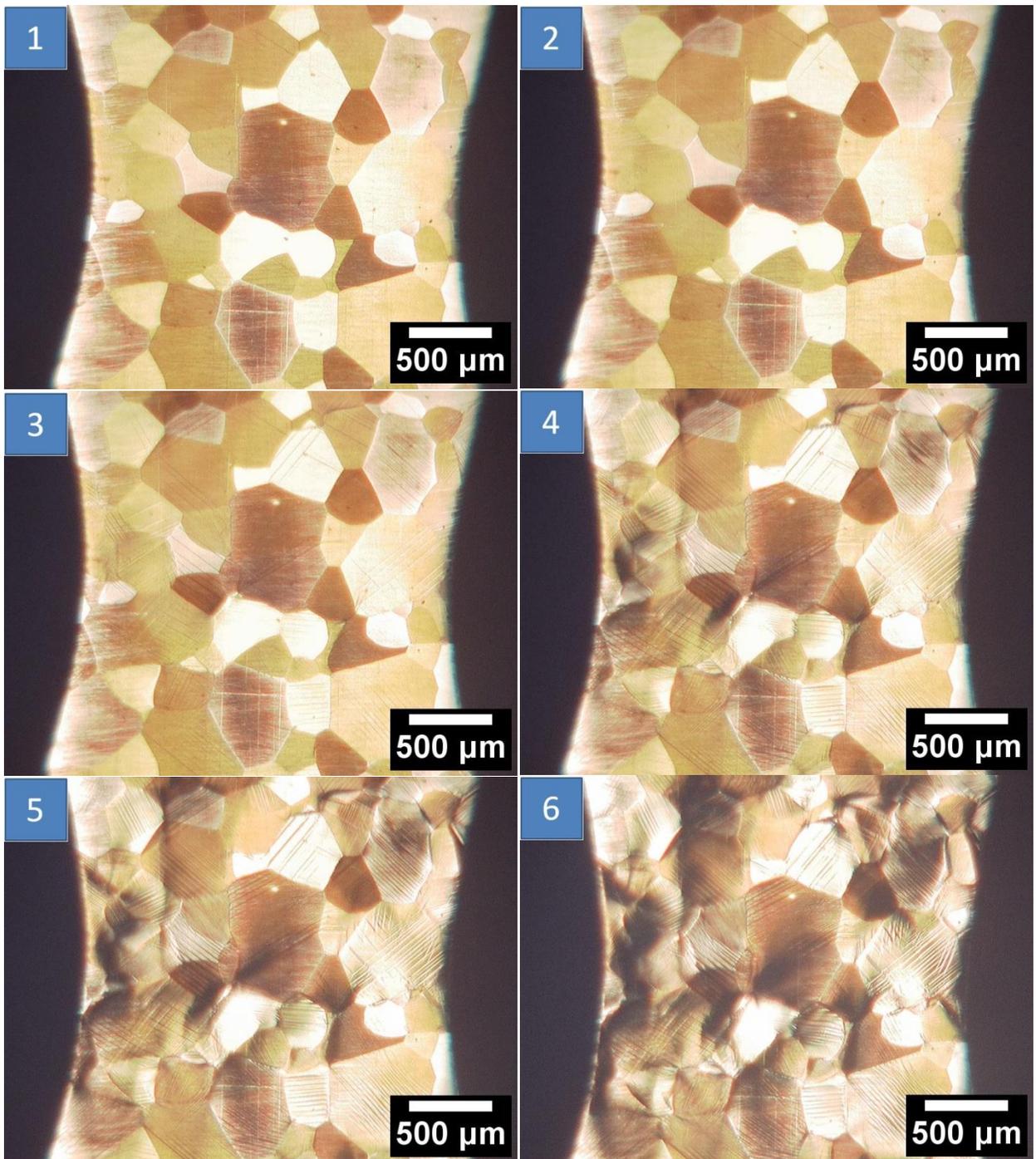


FIGURA 4-63: M.O. PARA LOS PUNTOS 1, 2, 3, 4, 5 Y 6 DE LA PROBETA B2.

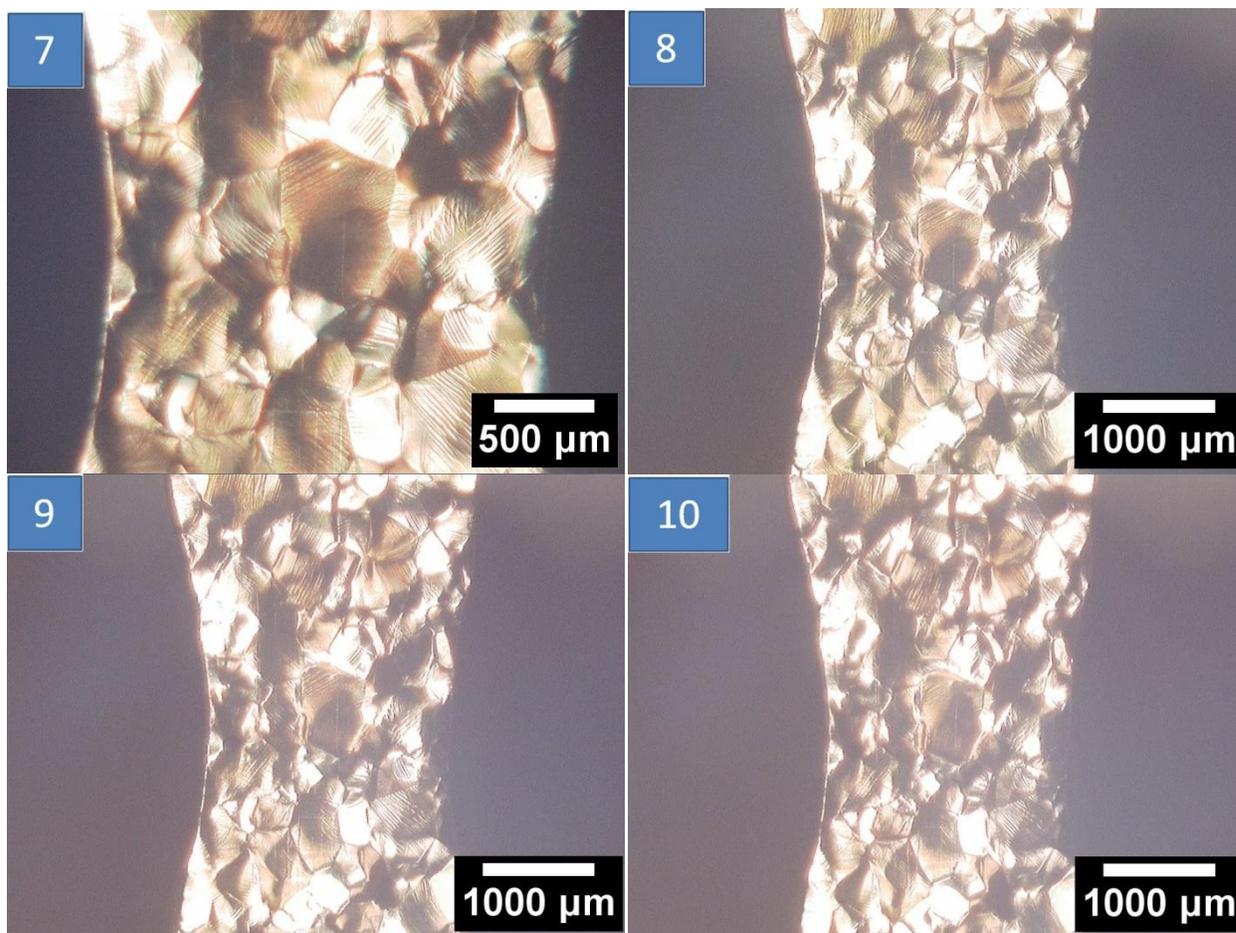


FIGURA 4-64: M.O. PARA LOS PUNTOS 7, 8, 9 Y 10 DE LA PROBETA B2.

En las Figuras anteriores (Figura 4-63 y Figura 4-64) es posible notar cómo van apareciendo las líneas de martensita a medida que se sube en los niveles de deformación impuesta. Se nota la aparición de las primeras martensitas en el punto 3 que se encuentra a una deformación del 0,88% y a un esfuerzo de 138 MPa. Esto quiere decir que el límite elástico de esta probeta está justo antes de éste punto. En los resultados esta y tesis anteriores se ha encontrado un valor promedio del límite elástico de 0,5% de deformación y de 247,7 MPa, la diferencia en el esfuerzo se debe al tamaño de grano en la muestra, ya que al tener un tamaño de grano promedio mayor sus niveles de esfuerzos alcanzados son menores. Pero por la comparación del nivel de deformación, encaja perfectamente con que sea la primera aparición de martensita reversible. A partir del punto 7 ya se ha sobrepasado el límite elástico, por lo que empieza el proceso en que se crea martensita remanente, la cual no volverá a su forma austenítica al descargar, a no ser de que se le aplique un tratamiento térmico.

En la Figura 4-65 es posible apreciar la secuencia de imágenes para 10 segundos antes de que se fracturara la probeta. Al ser imágenes estáticas es difícil de percibir las diferencias que provocan que finalmente se fracture la probeta. Es por esto que se señala el lugar por donde atravesará la fractura en el punto 11.

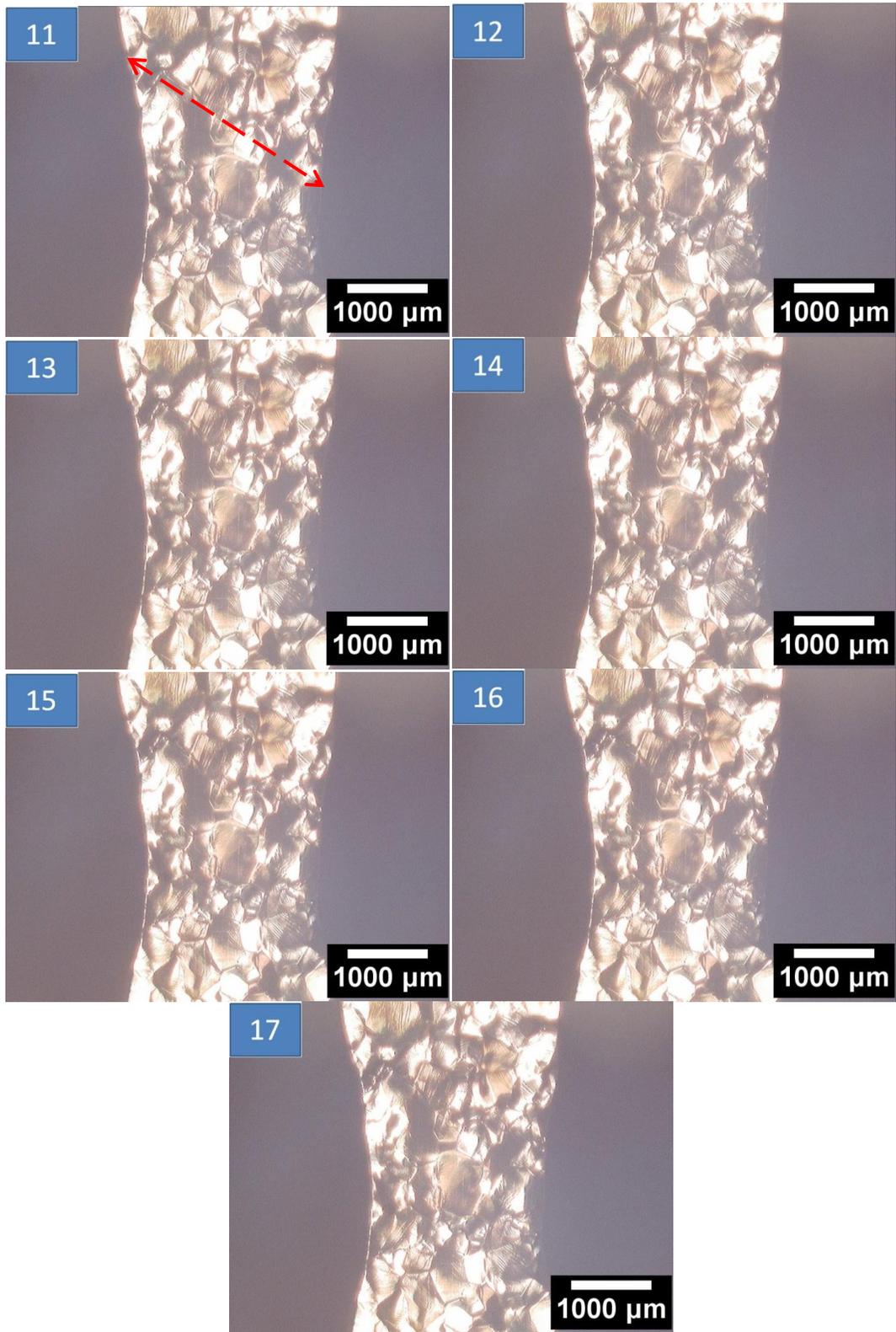


FIGURA 4-65: M.O. PARA LOS PUNTOS 11, 12, 13, 14, 15, 16 Y 17 DE LA PROBETA B2, DE LA SECUENCIA JUSTO 10 SEGUNDOS ANTES DE LA FRACTURA.

4.2.2. PROBETAS CILÍNDRICAS

En primer lugar se corroboró la granulometría del material, ya que debido a su proceso de manufactura, las probetas presentan distintos tamaños de grano. En la Figura 4-66, se muestran los resultados del tamaño de grano, que en promedio corresponde a $72 \mu\text{m}$ para las probetas cilíndricas.

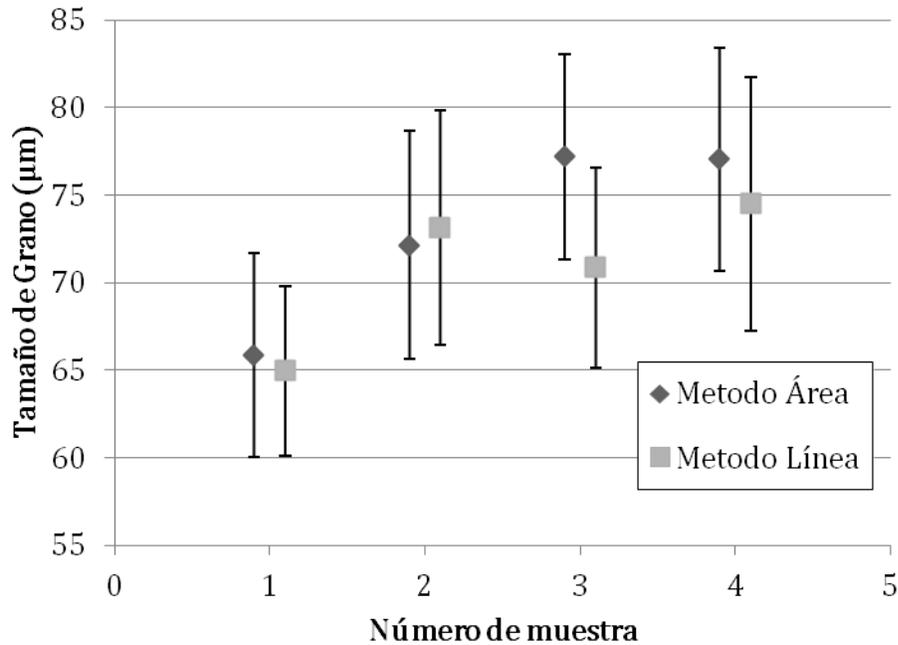


FIGURA 4-66: GRANULOMETRÍA DE PROBETAS CILÍNDRICAS.

También se utilizó microscopía óptica en las probetas cilíndricas para ver los cambios debido al tratamiento térmico de la aleación, los cuales serán mostrados y discutidos en la sección de tratamientos térmicos.

4.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Después de haber realizado los ensayos de tracción sobre las probetas cilíndricas, se procedió a realizar un tratamiento térmico (TT) sobre unos pedazos de las probetas. Uno de mayor extensión para medir con mayor precisión el cambio de tamaño al recuperarse el material debido al tratamiento y otro pequeño para ver vía microscopía óptica los cambios a nivel de grano y de concentración de martensita en la muestra.

Al tratarse de una aleación con comportamiento superelástico, es imposible conocer el tamaño original del trozo cortado para el tratamiento térmico. Es por esto que se definirán 4 longitudes para cada muestra:

- 1) L0: Es la longitud del trozo antes de que la probeta sea deformada.
- 2) L1: Es la longitud del trozo a la máxima deformación impuesta.
- 3) L2 sin TT: Es la longitud del trozo que se corta una vez ensayada la probeta, esta longitud será L0 más la deformación remanente de la probeta.

4) L2 con TT: Es la longitud del trozo cortado después de haber sido sometido al TT. En la Figura 4-67, se muestra un esquema de todas las longitudes y a qué momento de la probeta corresponden. En la Tabla 4-9, se muestran los resultados obtenidos para todas las muestras, de la columna 2 a la 5 se muestran las medidas de las distintas longitudes, tanto estimadas como medidas experimentalmente, en la columna 6 se muestra la deformación máxima impuesta que alcanzó la muestra, en la 7 se muestra el % de deformación remanente, en la 8 el % de deformación estimado después del TT y en la columna 9 el porcentaje de recuperación total de la muestra de L2 con respecto a L3. Por ejemplo, en la penúltima fila, se trata de una probeta que alcanzó una deformación máxima de 4% con una deformación remanente del 0,24%, que después de ser tratada térmicamente su longitud final corresponde a una deformación del 0,01% que es equivalente a decir que la muestra se recuperó en un 97,02% con respecto a la deformación que mostraba después de la tracción. Las casillas en amarillo en la Tabla, indican que son valores estimados de deformación remanente, ya que como la probeta alcanzó la fractura, fue imposible medir esta deformación.

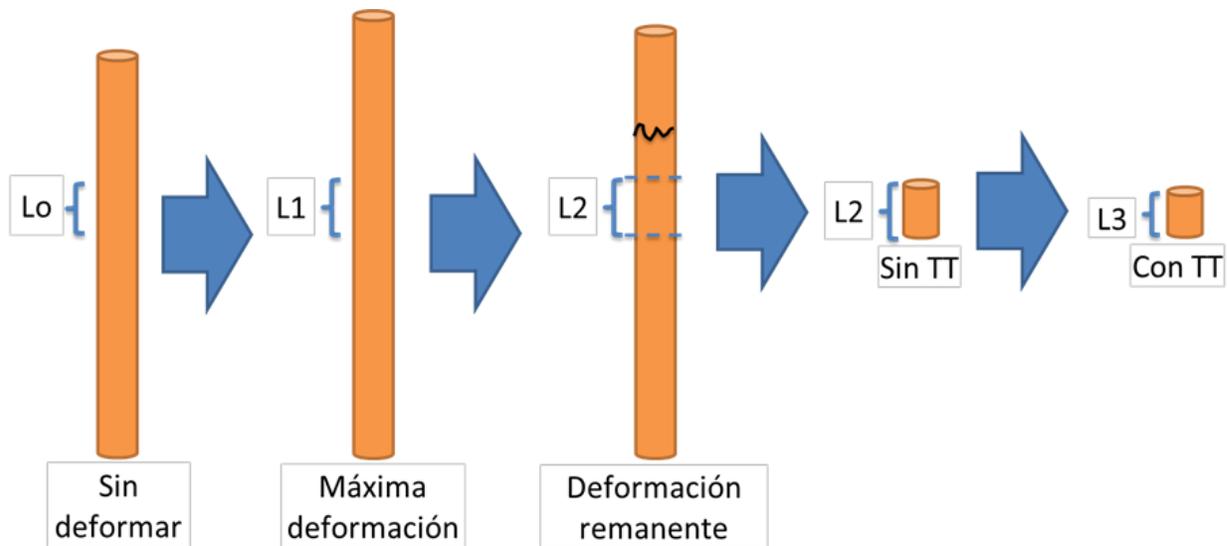


FIGURA 4-67: ESQUEMA DE LAS DISTANCIAS MEDIDAS Y CALCULADAS PARA LOS TT.

TABLA 4-9: RESULTADOS DEL TRATAMIENTO TÉRMICO.

En (mm)	L0 estimado	L1 max. Estimado	L2 remanente (experimental)	L3 con TT (experimental)	% def max	% def rem	% def con TT	% recup. L2/L3
13,7% L	17,01	19,34	18,68	17,65	13,70	9,84	3,78	61,55
13,7% C	3,99	4,53	4,38	4,13	13,70	9,84	3,57	63,71
9,5% L	17,10	18,73	18,06	17,25	9,50	5,61	0,87	84,48
9,5% C	4,01	4,40	4,24	4,06	9,50	5,61	1,12	79,96
4% L	17,27	17,96	17,31	17,27	4,00	0,24	0,01	97,02
4% C	4,56	4,74	4,57	4,56	4,00	0,24	0,02	91,87

El resumen de la tabla anterior se muestra en la Figura 4-69. A continuación en la Figura 4-68 se mostrarán las imágenes de microscopía óptica correspondientes a las distintas etapas del TT.

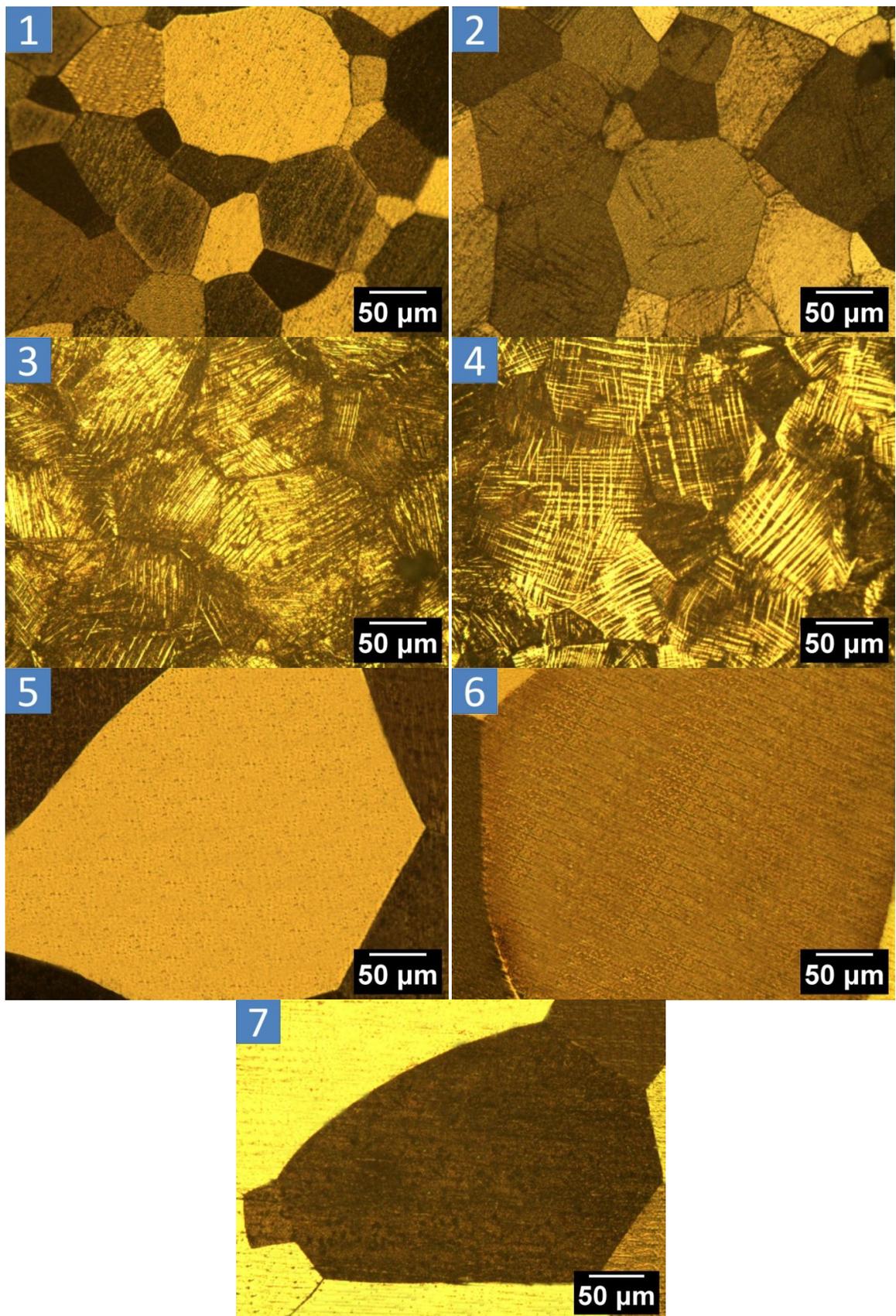


FIGURA 4-68: IMÁGENES PARA DISTINTOS ESTADOS DE DEFORMACIÓN Y TRATAMIENTOS TÉRMICOS. 1) SIN DEFORMACIÓN, 2) A UN 4% DEF., 3) A UN 9,5% DEF., 4) A UN 13,7% DEF., 5) 4% DEF. CON TT, 6) 9,5% DEF. CON TT, 7) 13,7% DEF. CON TT.

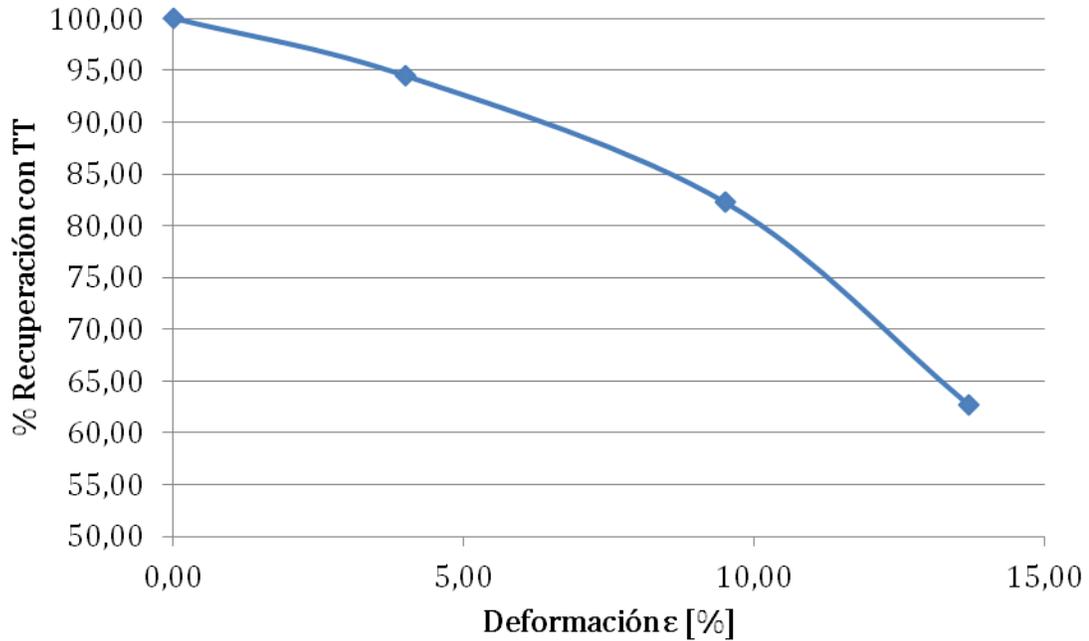


FIGURA 4-69: PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN DE LA MUESTRA DESPUÉS DE HABERSE SOMETIDO A TT.

Es posible notar que a medida que aumenta la deformación en las probetas, la concentración de martensita aumenta. Además, al ser sometidas a un TT, las muestras recuperan toda la martensita generada por deformación, la cual vuelve a ser austenita, ya que se calienta por sobre la temperatura A_f . Se ve también que el tamaño de grano crece con el tratamiento térmico, tal y como suele suceder habitualmente. En la Figura 4-70 se muestra un gráfico con la distribución del tamaño de grano.

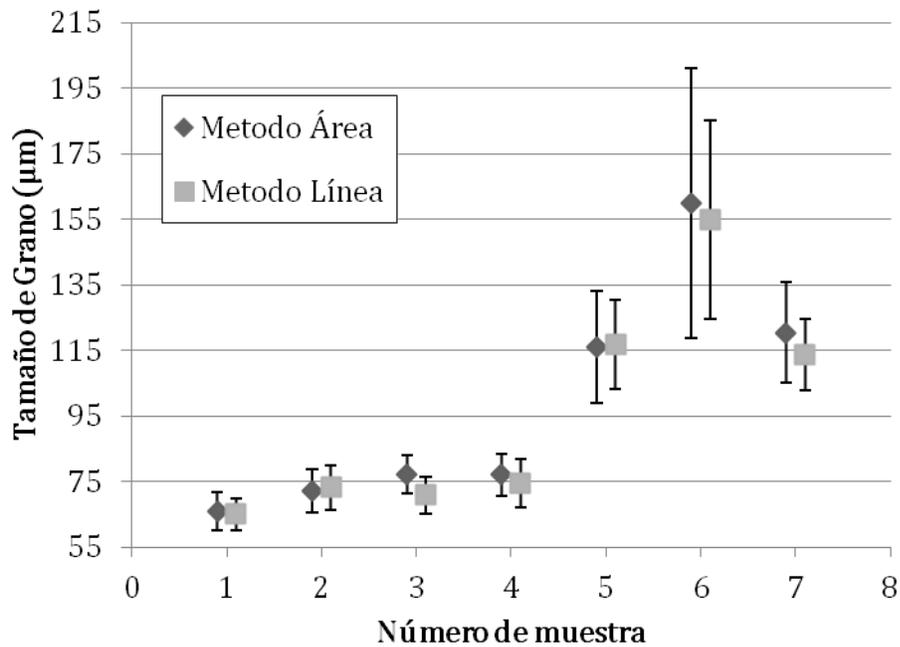


FIGURA 4-70: TAMAÑO DE GRANO DE LAS MUESTRAS. 1) SIN DEFORMACIÓN, 2) A UN 4% DEF., 3) A UN 9,5% DEF., 4) A UN 13,7% DEF., 5) 4% DEF. CON TT, 6) 9,5% DEF. CON TT, 7) 13,7% DEF. CON TT.

En la Figura 4-71 se muestra el resultado de la fracción volumétrica de Austenita observada a medida que aumenta la deformación. En este gráfico se comparan los resultados obtenidos en la tesis de A. Durán y los de las probetas cilíndricas de esta tesis.

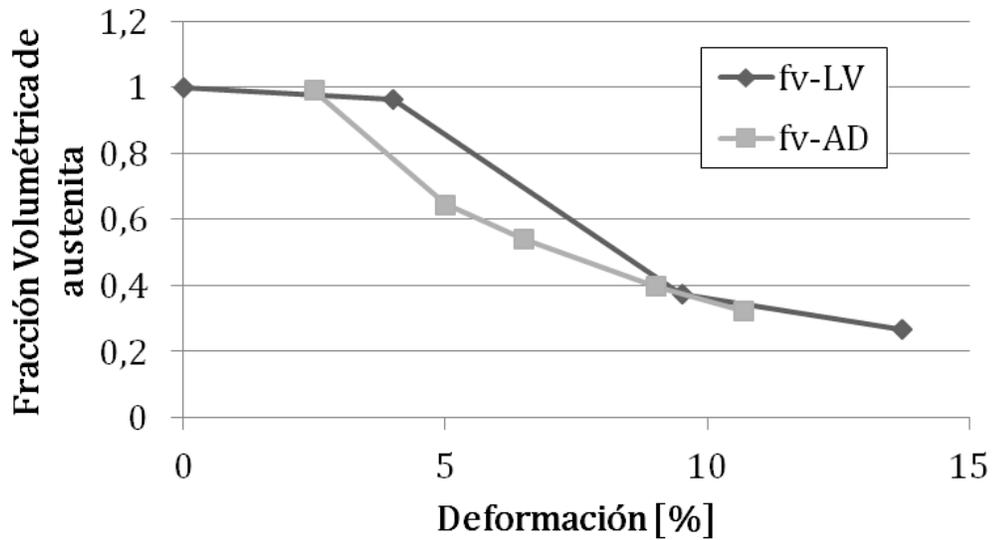


FIGURA 4-71: FRACCIÓN VOLUMÉTRICA DE AUSTENITA PARA DISTINTAS DEFORMACIONES IMPUESTAS.

La figura anterior se puede complementar con los datos obtenidos en las tracciones realizadas para las probetas planas con microscopía *in-situ*, esto es lo que se puede apreciar en la Figura 4-72.

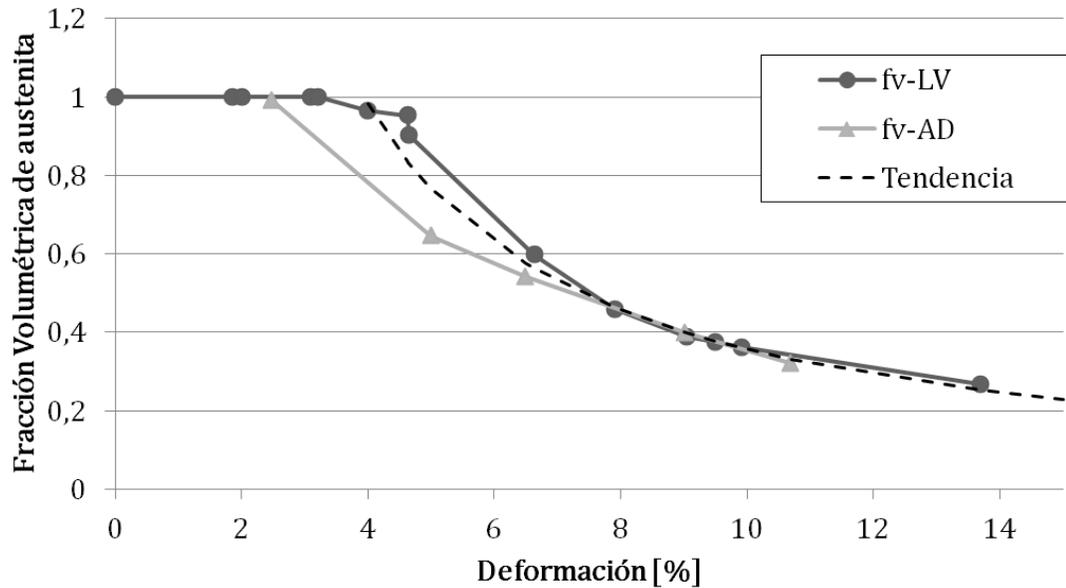


FIGURA 4-72: FRACCIÓN VOLUMÉTRICA DE AUSTENITA A MEDIDA QUE AUMENTA LA DEFORMACIÓN IMPUESTA.

Sin embargo, gracias a las imágenes tomadas en los ensayos de tracción sobre probetas planas con observación *in-situ*, es posible hacer un análisis de la fracción volumétrica de austenita cuando la probeta se encuentra en carga y no descargada en reposo como se mostró anteriormente. De esta manera, en la Figura 4-73 se muestran los resultados obtenidos para la

fracción volumétrica para un ensayo cíclico de tracción. De esta manera se puede observar que las ondulaciones se deben a carga y descarga, los puntos altos con una mayor fracción volumétrica corresponden a los estados en descarga, mientras que los bajos a los que fueron observables en estados de carga.

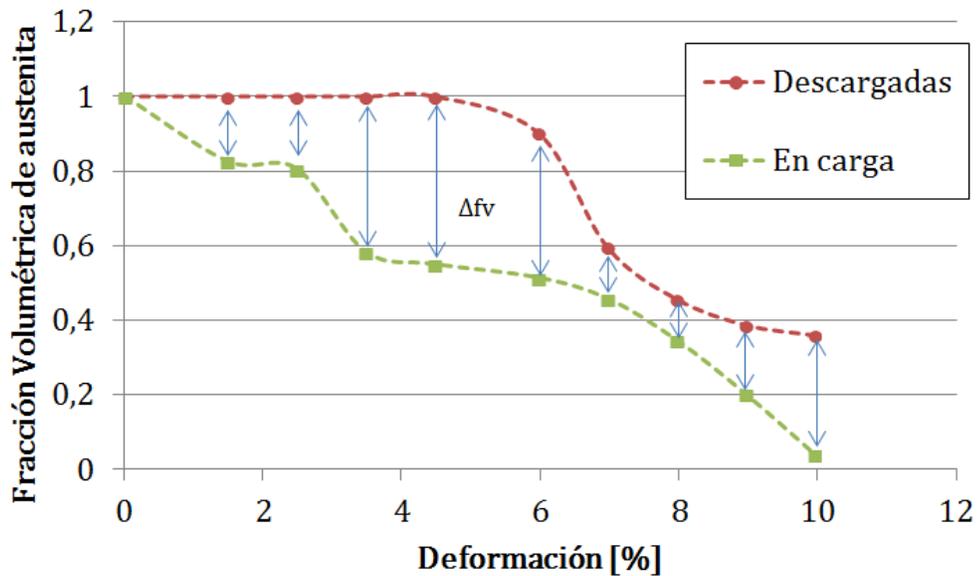


FIGURA 4-73: FRACCIÓN VOLUMÉTRICA DE AUSTENITA TANTO EN CARGA COMO EN DESCARGA PARA UN ENSAYO CÍCLICO.

En la Figura 4-74 se aprecia una comparación de las concentraciones de austenita observadas para estados descargados vistos en primer lugar con los estados en carga (con σ). Del cual se puede extraer que la fracción volumétrica de austenita alcanzaría una conversión completa a martensita alrededor del 10% de deformación. Sin embargo, es posible extraer también que al menos un 30% de esta martensita, correspondería a martensita reversible, ya que a niveles posteriores de deformación, siempre se observa al menos un 30% de austenita.

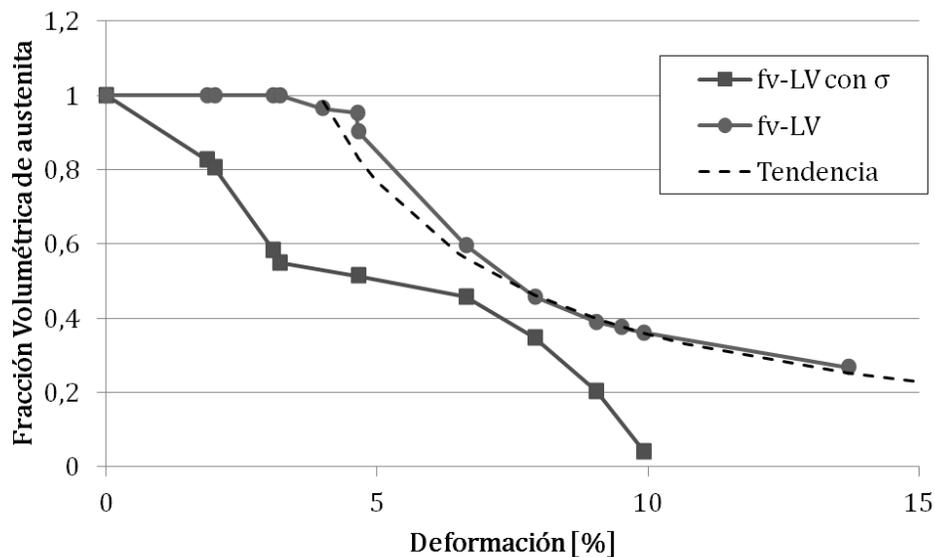


FIGURA 4-74: COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE FRACCIÓN VOLUMÉTRICA ANTERIORES CON LAS OBSERVADAS EN PROBETAS CARGADAS.

Estas mediciones se realizaron para muestras sin deformación previa (0%) y para otras con una deformación previa del 10,5% de deformación. En primer lugar, es necesario conocer las condiciones del indentador, es por esto que en la Figura 4-75 se muestra el área de contacto de la punta del indentador versus la profundidad de contacto h_c .

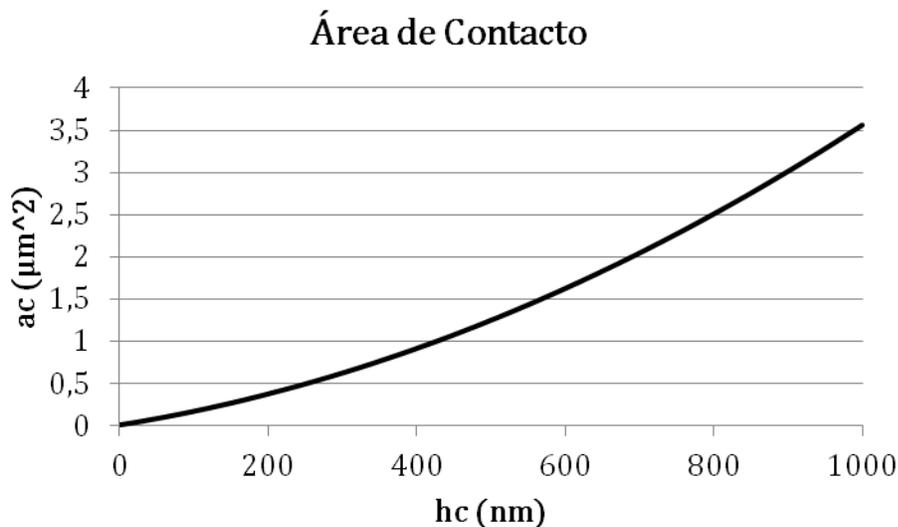


FIGURA 4-75: ÁREA DE CONTACTO A MEDIDA QUE SE INSERTA LA PUNTA DEL INDENTADOR.

4.4.1. MUESTRAS DE 0%

En la Figura 4-76 se muestra la microscopía óptica de a medida que se realizan las distintas cargas con el indentador. En la imagen de la izquierda se puede apreciar un pequeño triángulo en el punto verde, ya que fue el resultado de nanoindentar a $400 \mu N$, de esta misma manera hacia las imágenes de la derecha se ve cómo crece este triángulo para fuerzas aplicadas de 2000 y $4000 \mu N$ respectivamente.

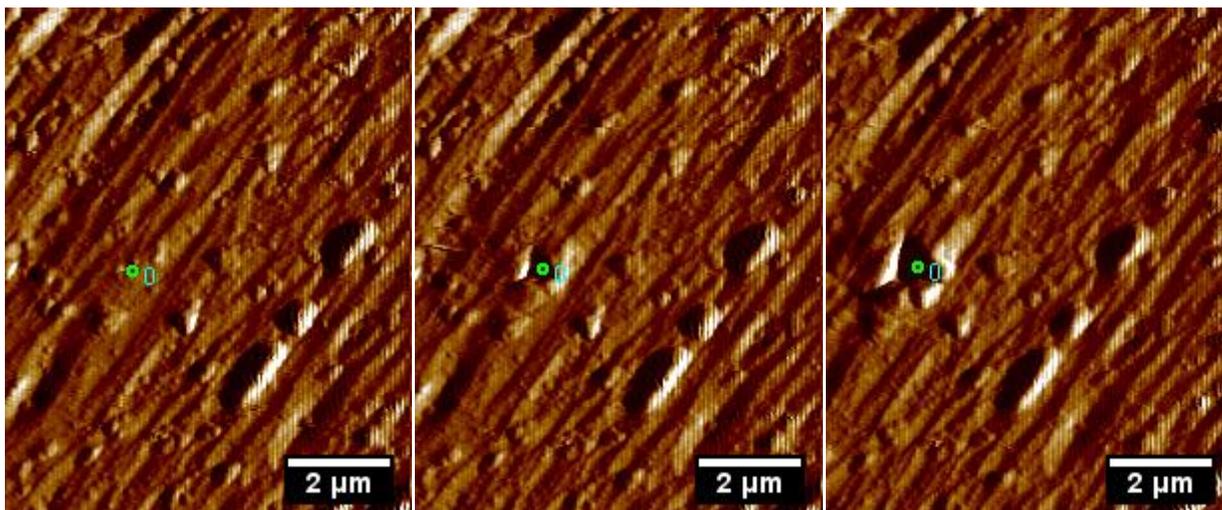


FIGURA 4-76: SECUENCIA DE LA REALIZACIÓN DE LA NANOINDENTACIÓN, PARA DISTINTOS NIVELES DE FUERZA. 1°) $400 \mu N$, 2°) $2000 \mu N$, 3°) $4000 \mu N$.

En la Figura 4-77 es posible apreciar un ensayo y el comportamiento típico bajo un ensayo cíclico de nanoindentación para un material superelástico. Se diferencia debido al ciclo de histéresis que presenta al ser cargado y descargado hasta la misma fuerza.

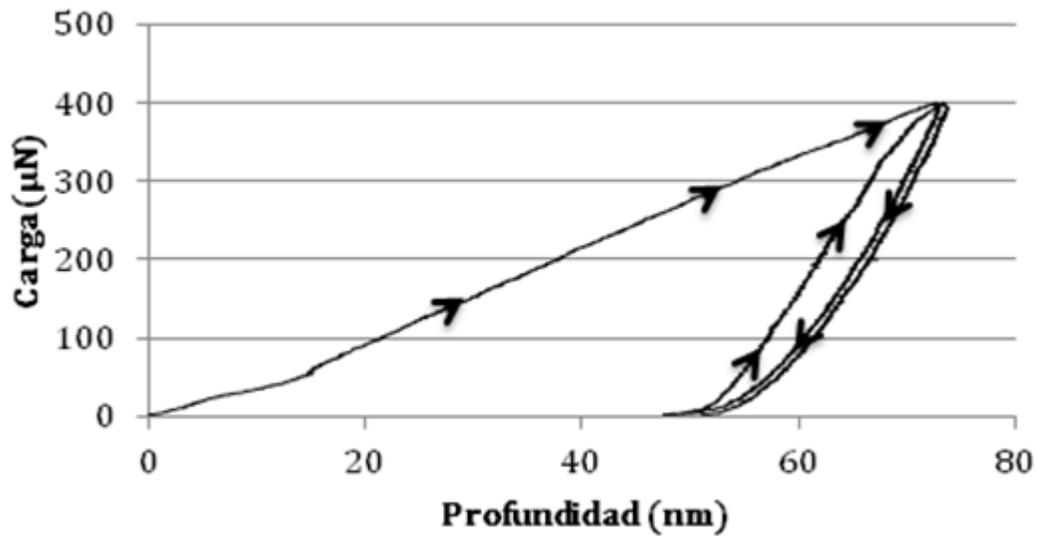


FIGURA 4-77: CURVAS TÍPICAS PARA UN MATERIAL SUPERELÁSTICO.

En la Figura 4-78, Figura 4-79 y Figura 4-80 se muestran todos los resultados para las muestras de 0% de deformación.

Todos los ensayos de 0% a 400 μN

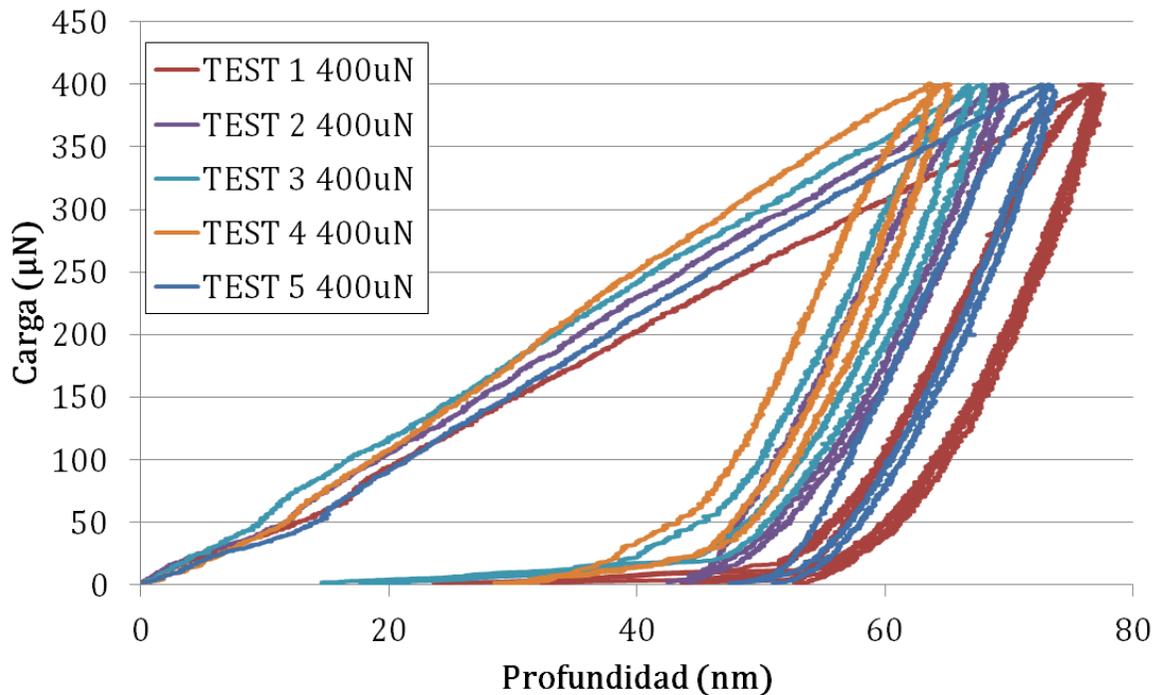


FIGURA 4-78: TODOS LOS ENSAYOS A 400 μN .

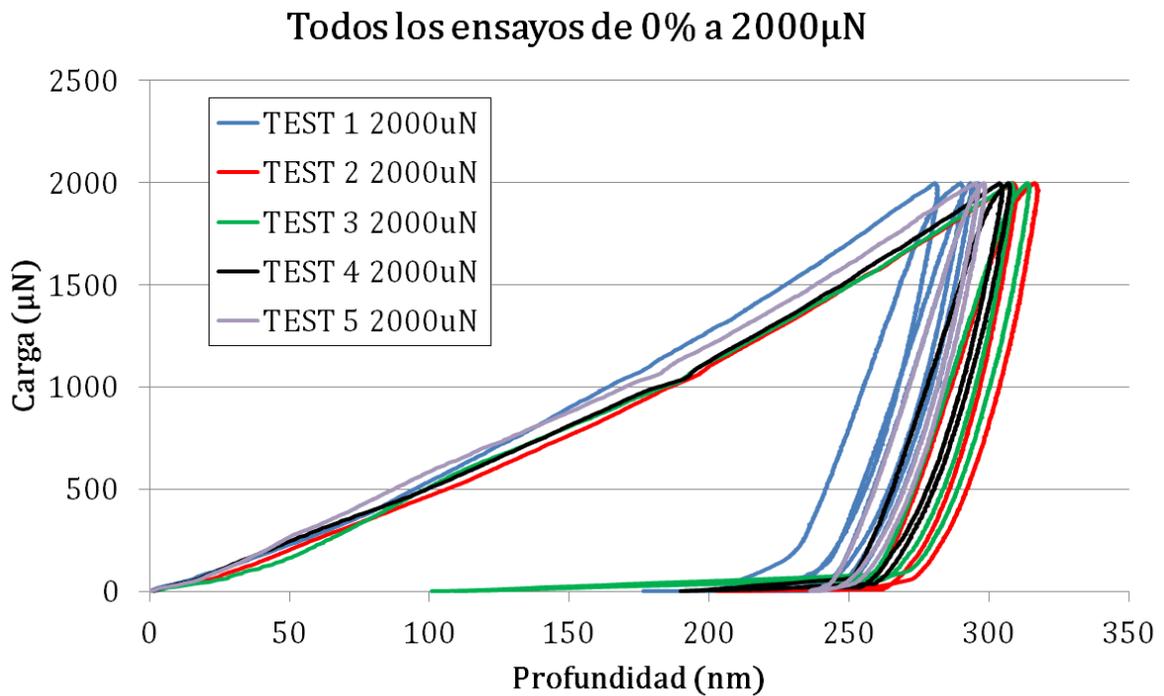


FIGURA 4-79: TODOS LOS ENSAYOS A 2000 μ N.

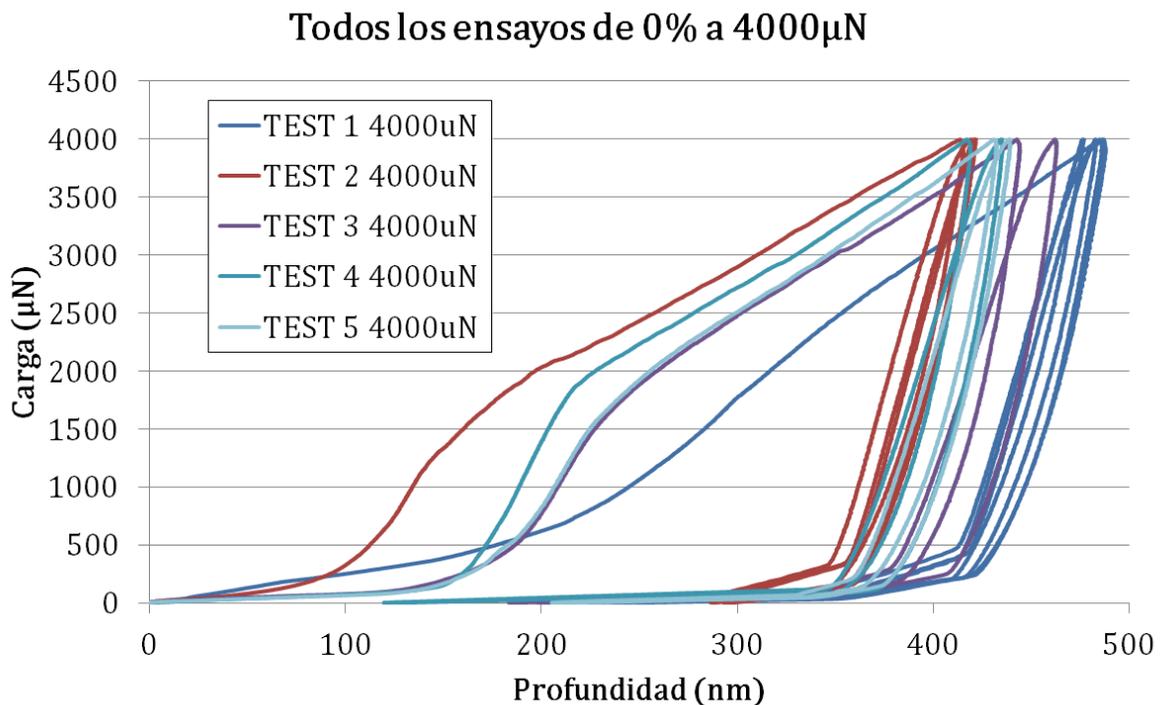


FIGURA 4-80: TODOS LOS ENSAYOS A 4000 μ N.

Es posible medir un módulo de Young para la muestra nanoindentada, estos se muestran en la Figura 4-81. Es importante señalar que este no es un módulo elástico clásico, ni tampoco muy acertado, ya que el estado de sollicitaciones a las cuales está sometida una muestra bajo el indentador es muy distinto a la de un ensayo de tracción. Sin embargo, la proporcionalidad entre las distintas propiedades del material se mantiene casi en su totalidad.

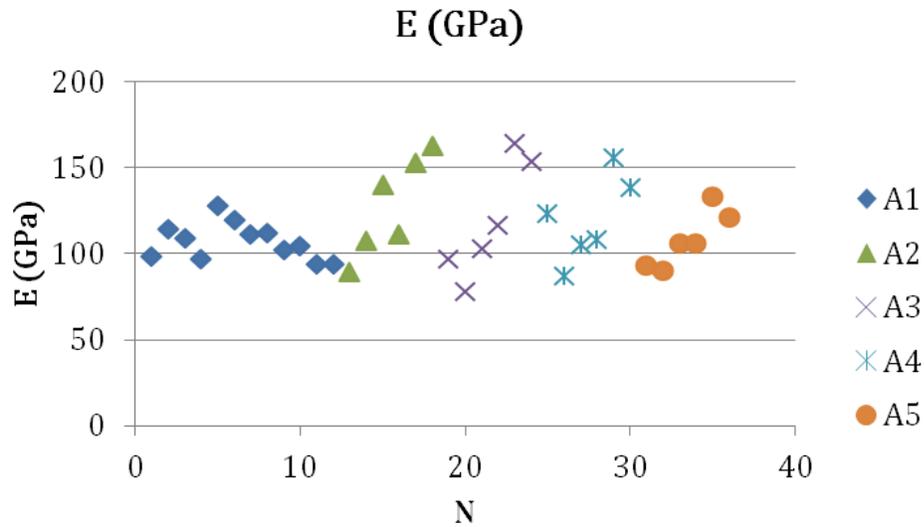


FIGURA 4-81: MÓDULO ELÁSTICO PARA MUESTRAS SIN DEFORMACIÓN.

En la Figura 4-82 se muestran los resultados de nanodureza calculados sobre la muestra. Es importante recordar que la relevancia de tomar nanoindentación sobre una aleación superelástica radica en que para las mediciones de durezas clásicas existe un sesgo que es imposible tomar en cuenta, ya que al tener la propiedad de recuperar su nivel de deformación en una gran medida, es imposible obtener valores de dureza reales mediante los métodos clásicos. Por ejemplo, al medir mediante dureza o microdureza, al indentar y luego sacar el indentador para medir la marca dejada se estaría midiendo una dureza mucho mayor a la real, ya que la marca disminuirá su tamaño al remover el indentador. Por el contrario, para la nanodureza se obtiene una curva de fuerza versus profundidad de penetración, por lo que es posible medir la dureza con gran exactitud para distintos niveles de profundidad.

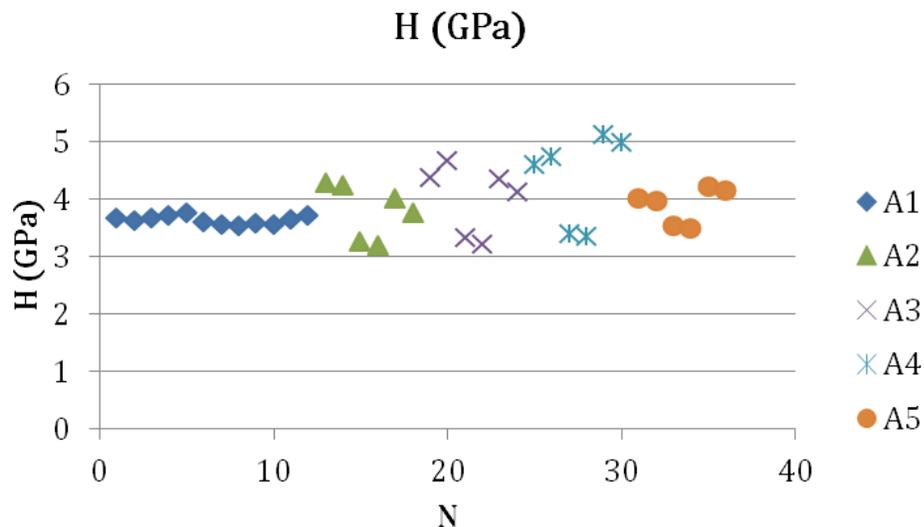


FIGURA 4-82: NANODUREZA EN MUESTRA SIN DEFORMACIÓN.

En la Figura 4-83 se muestran tanto el módulo elástico como la dureza del material y su desviación estándar obtenida por el método del 95% de confiabilidad.

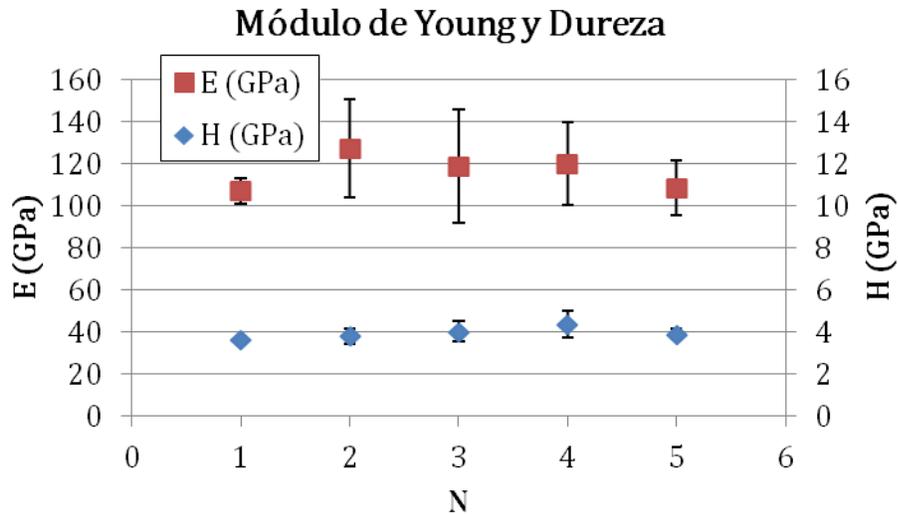


FIGURA 4-83: RESUMEN DEL MÓDULO DE YOUNG Y NANODUREZA PARA UNA MUESTRA SIN DEFORMACIÓN.

En la Figura 4-84 se muestran las distintas distancias de recuperación promedio para distintas cargas máximas de indentación. Es posible rescatar que a pequeñas cargas, el porcentaje de recuperación es mayor que para cargas mayores, por lo que sigue una distribución logarítmica en la cual la pendiente de recuperación es cada vez menor.

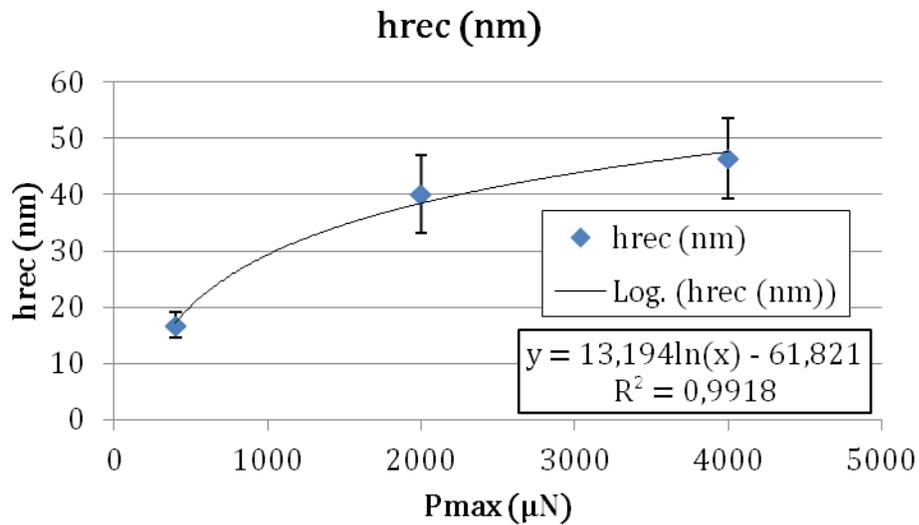


FIGURA 4-84: DISTANCIA DE RECUPERACIÓN DE LA PROBETA UNA VEZ QUE SE SUELTA LA CARGA.

4.4.2. MUESTRAS DE 10,5%

En la Figura 4-85 se muestran dos microscopías ópticas de la marca obtenida por indentar a 2000 μN en una muestra previamente deformada a un 10,5%. En ambas imágenes se pueden apreciar triángulos en los puntos verdes que son la marca dejada por el indentador.

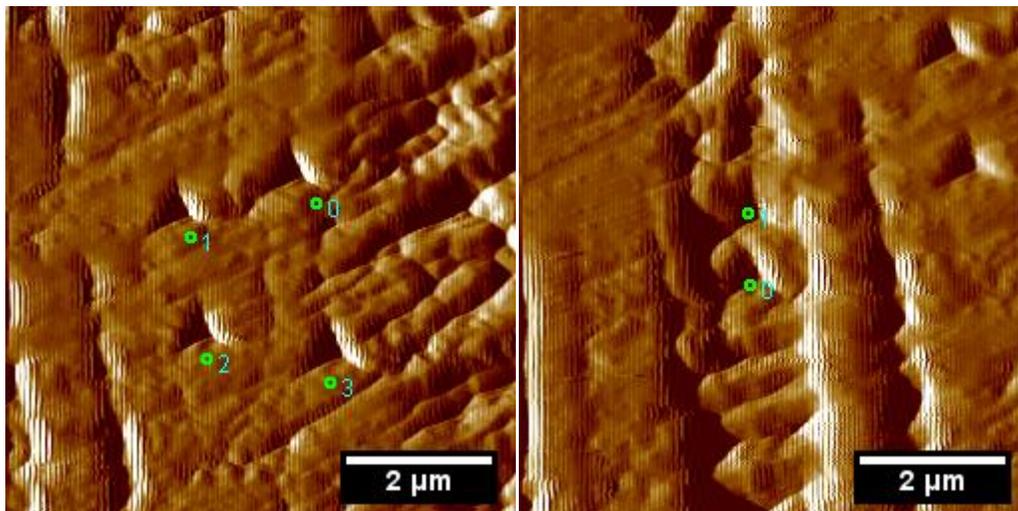


FIGURA 4-85: MICROSCOPIA ÓPTICA DE MUESTRAS NANOINDENTADAS A $2000 \mu N$ CON UN 10,5% DE DEFORMACIÓN.

En la Figura 4-86 se muestran todos los resultados para las muestras de 10,5% de deformación.

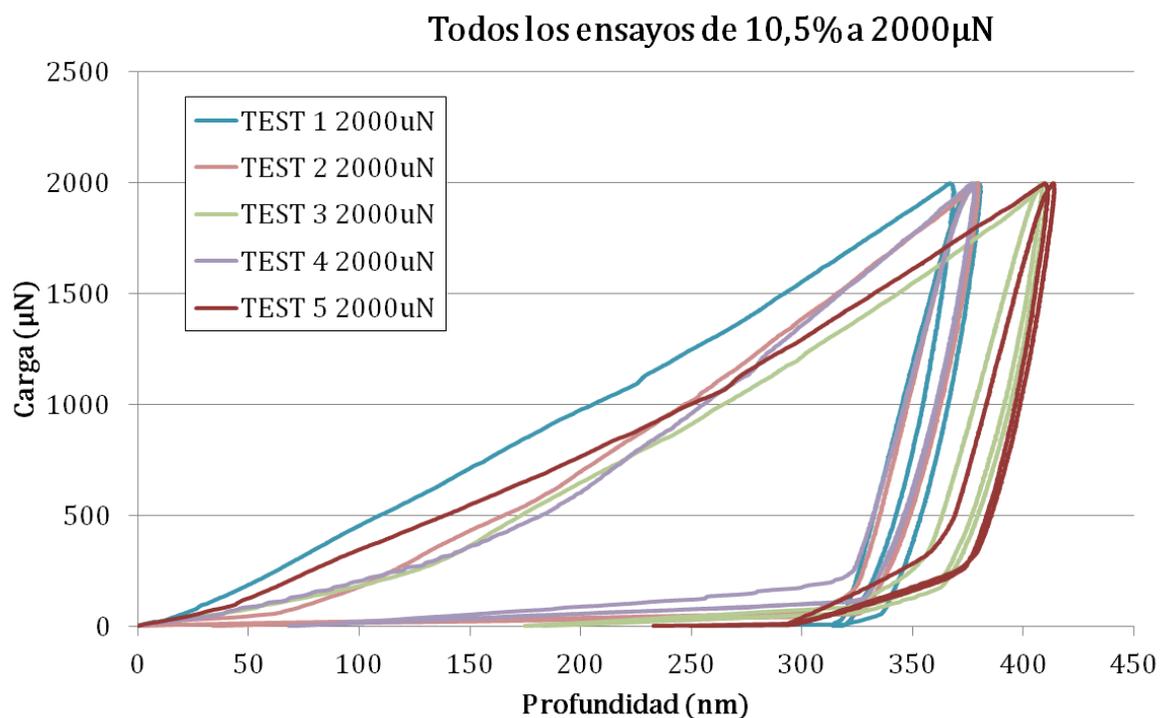


FIGURA 4-86: TODOS LOS ENSAYOS REALIZADOS A $2000 \mu N$ PARA UNA MUESTRA PREVIAMENTE DEFORMADA HASTA UN 10,5%.

En la Figura 4-87 se muestran tanto el módulo elástico como la dureza del material y su desviación estándar obtenida por el método del 95% de confiabilidad.

Módulo de Young y dureza

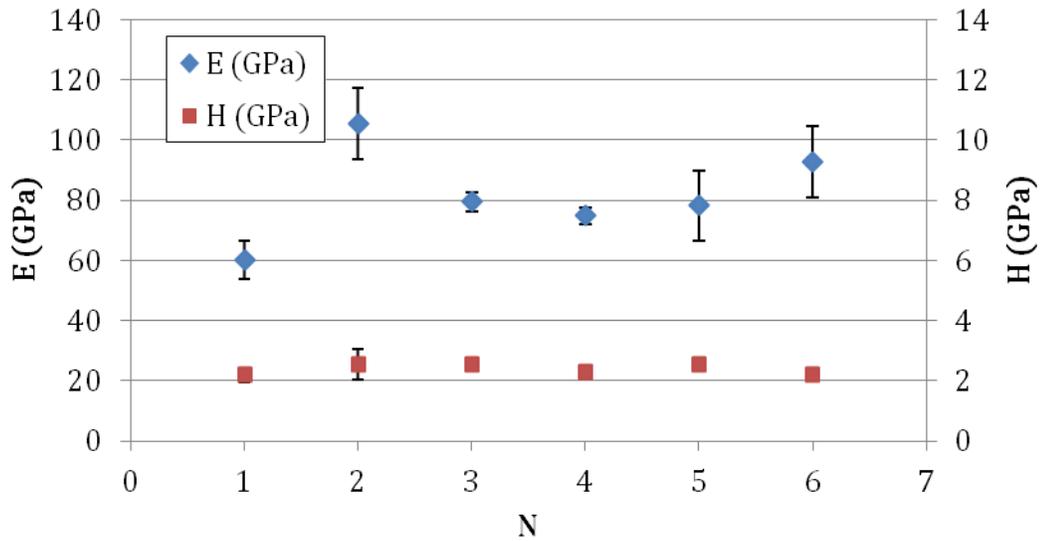


FIGURA 4-87: RESULTADOS DEL MÓDULO ELÁSTICO Y DUREZA PARA UNA MUESTRA DEFORMADA PREVIAMENTE HASTA UN 10,5%.

En la Figura 4-88 se muestran las distintas distancias de recuperación para distintas posiciones de indentación. Es posible rescatar existe una recuperación promedio de un poco menos de 40 nm, muy parecida a la que se presenta en la muestra de 0% de deformación previa. Esto se debe a que a medida que el indentador penetra la superficie se genera un sistema bifásico de austenita con martensita, el cual provoca que a partir de un cierto nivel de carga, la recuperación será la misma para ambas muestras ya que presentan un mecanismo de recuperación en el cual aporta tanto la austenita como la martensita creada.

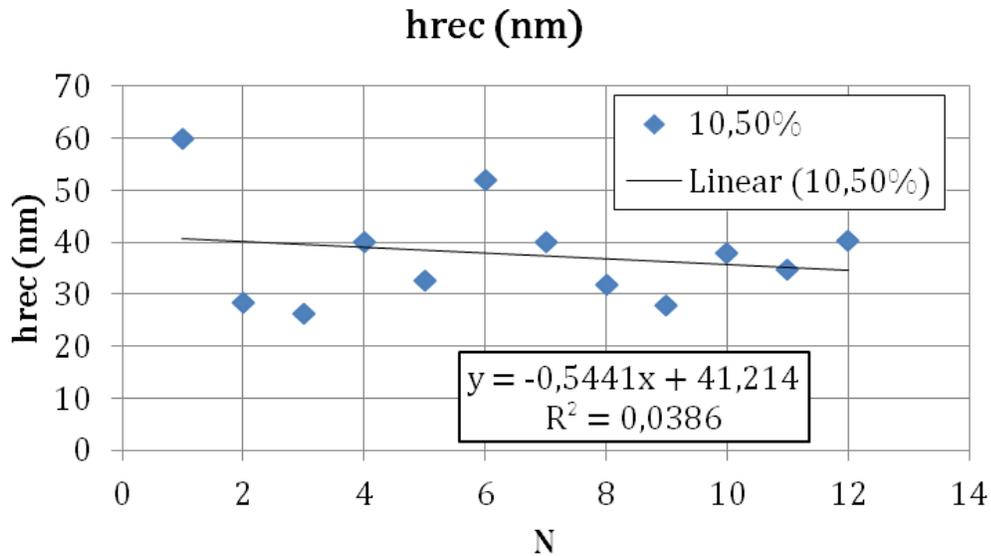


FIGURA 4-88: DISTANCIA QUE SE RECUPERA LA MUESTRA.

4.4.3. COMPARACIÓN DE AMBAS

En la Figura 4-89 se muestran los resultados tanto de la muestra sin deformación previa como la que presentaba un 10,5%. A partir de ésta es simple concluir que la muestra sin deformación previa presenta un módulo elástico y dureza superior. A partir de esto es posible concluir que la austenita es más frágil que la martensita, lo cual será muy importante para analizar y discutir los mecanismos de fractura vistos en la sección del SEM.

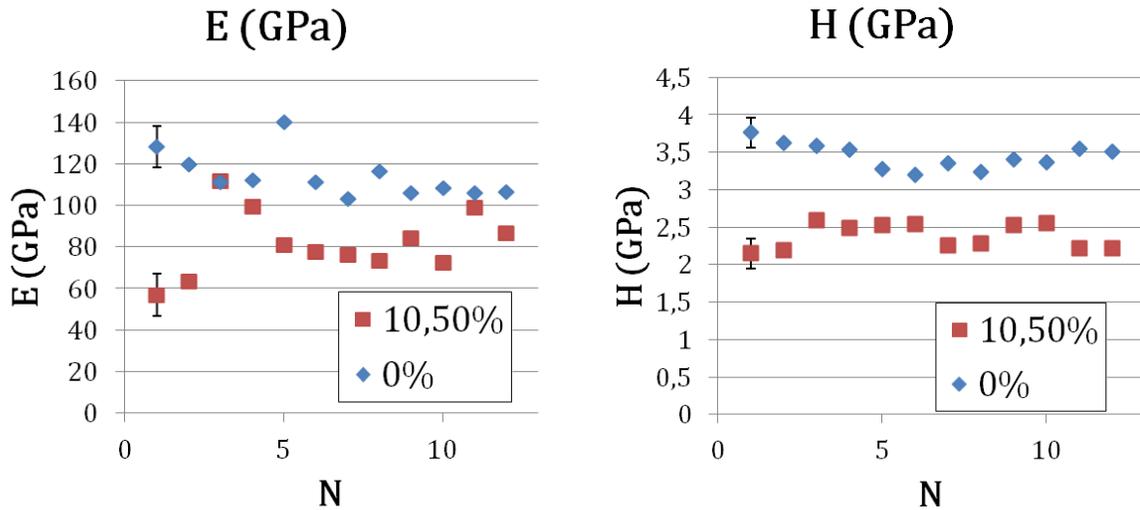


FIGURA 4-89: MÓDULOS ELÁSTICOS Y DUREZAS PARA AMBAS MUESTRAS.

Tal y como se mencionó antes, la distancia de recuperación de la muestra deformada previamente hasta un 10,5% de deformación presenta casi la misma recuperación que la no deformada previamente. Esto se muestra en la Figura 4-90.

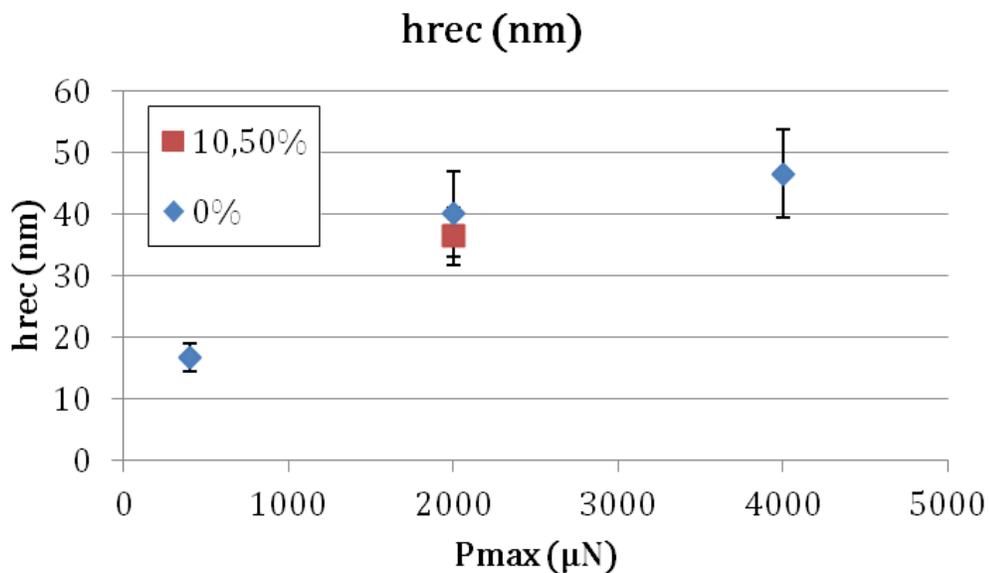


FIGURA 4-90: COMPARACIÓN DE LA DISTANCIA DE RECUPERACIÓN PARA AMBAS MUESTRAS.

En la Figura 4-91 se muestra la comparación entre algunos ensayos para las distintas muestras. A partir de éste gráfico es posible reforzar el resultado de la mayor ductilidad de la martensita, esto debido a que para un mismo nivel de carga, siempre la martensita presenta una mayor deformación, que en este caso es medida en profundidad alcanzada por el indentador.

Comparacion 0% y 10,5%

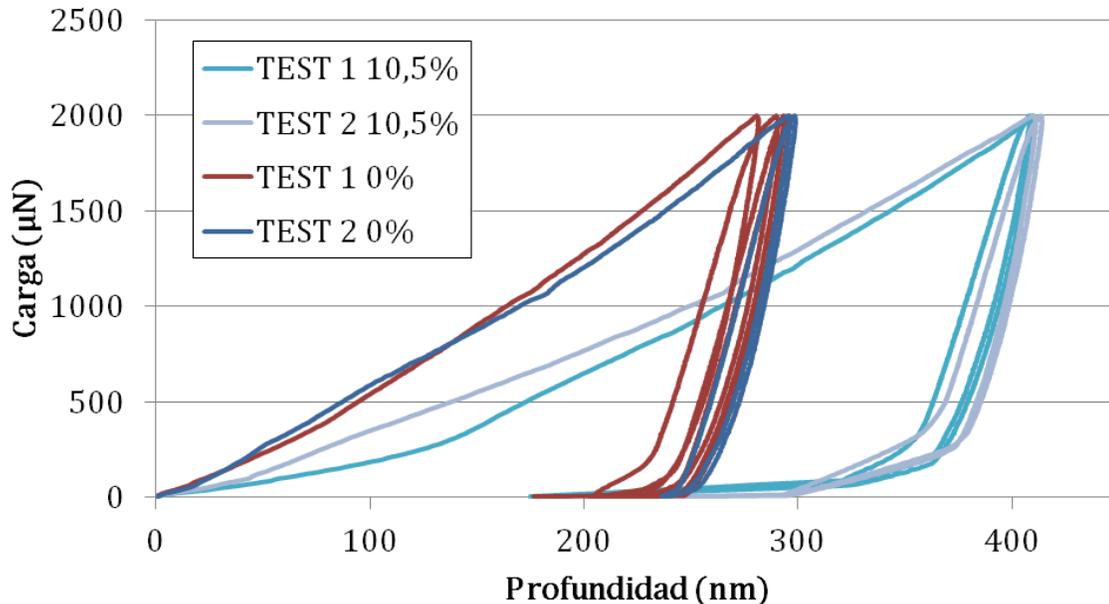


FIGURA 4-91: COMPARACIÓN DE ENSAYOS REPRESENTATIVOS PARA AMBAS MUESTRAS.

4.5. SEM

El análisis de microscopía electrónica de barrido se llevó a cabo en las probetas B2 y C1. Estas observaciones tienen por objetivo reconocer mecanismos de fractura, concentración de martensita, entre otros. Para guiar la discusión de los mecanismos de fractura, se muestran a continuación la lista de los mecanismos que se explicarán:

- Hoyuelos alineados (HA) en la superficie de fractura.
- Hoyuelos formados debido a un comportamiento bifásico martensita-austenita (H).
- Terrazas formadas debido al deslizamiento de bandas sucesivas de martensita (S).
- Separación total por clivaje de bandas de martensita(C).
- Placas de martensita paralelas fracturadas (PPF).
- Fractura por borde de grano (FBG).
- Fractura por dentro del grano (FG).

En la Figura 4-92 se muestra una imagen general de la superficie de fractura a la izquierda y a su derecha un aumento sobre una sección en la cual se aprecia una serie de “hoyuelos alineados” a lo largo de la superficie, los cuales se mantienen unidos gracias a algunos filamentos que envuelven cada hoyo.

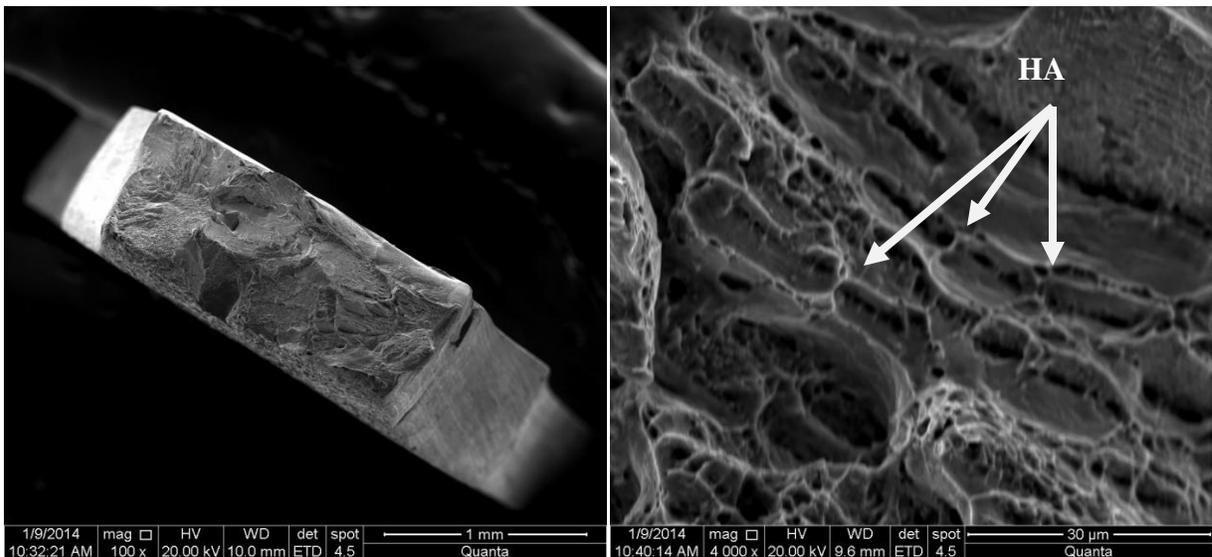


FIGURA 4-92: SUPERFICIE DE FRACTURA DE UNA PROBETA PLANA, EN LA IMAGEN DE LA DERECHA ES POSIBLE APRECIAR HOYUELOS QUE SE MANTIENEN UNIDOS POR BANDAS DE MARTENSITA.

En la Figura 4-93 se muestra un esquema para explicar la formación de dichos HA, correspondientes al inicio de una grieta secundaria que se desarrolla entre dos placas de martensita contiguas y paralelas entre sí. Además, tales placas son casi perpendiculares a la dirección de tracción, con un pequeño ángulo con respecto a la superficie principal de fractura.

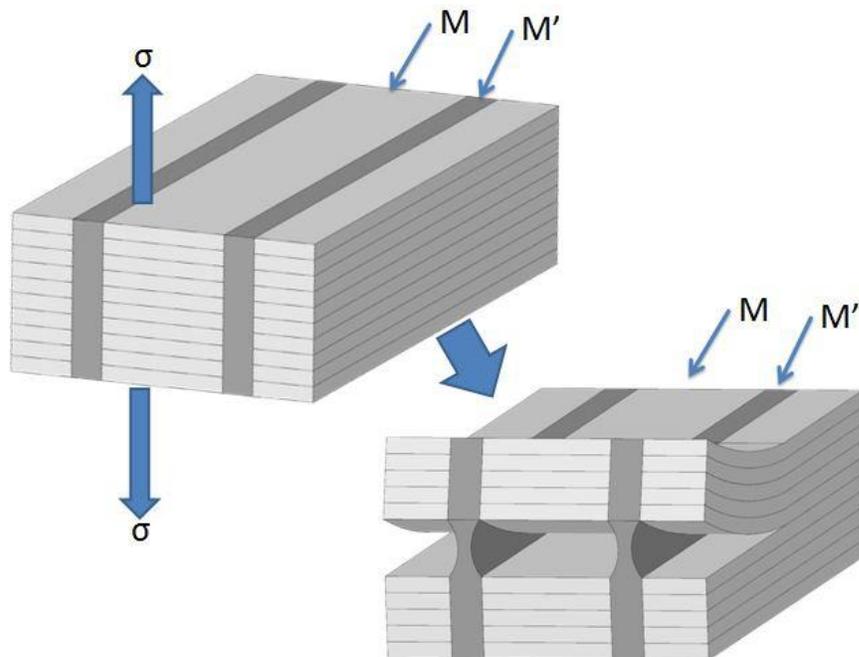


FIGURA 4-93: ESQUEMA DE LA FORMACIÓN DE HOYUELOS EN LA SUPERFICIE DE FRACTURA DE LA ALEACIÓN.

La Figura 4-94 muestra la superficie lateral de la muestra sobre atacada químicamente, para mostrar el sistema bifásico que se tiene durante la fractura. Cabe destacar que las imágenes son tomadas en un lugar lejano a la fractura, y como la muestra tenía un rebaje en el centro para la concentración de esfuerzos y llevarla a fracturarse en este punto, la concentración de martensita

mostradas en estas imágenes es inferior a lo que se aprecia en la zona de fractura, pero en estas imágenes es posible una mejor apreciación de la diferencia y disposición de las distintas fases.

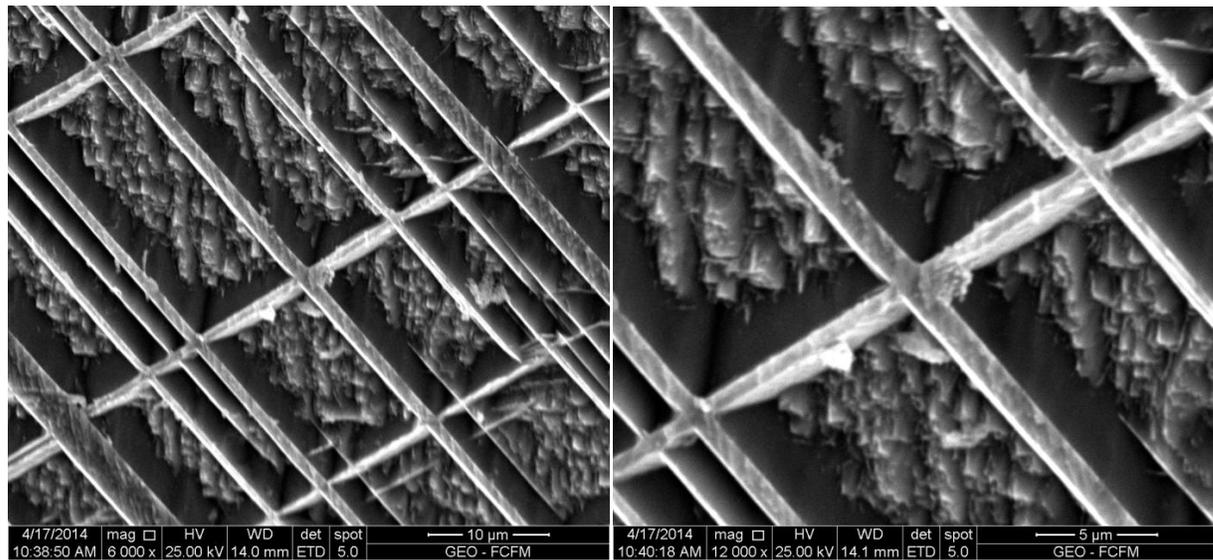


FIGURA 4-94: SUPERFICIE LATERAL DE LA MUESTRA SOBRE ATACADA QUÍMICAMENTE.

Debido a este sistema bifásico, que se encuentra incluso a nivel de fractura, ya que la fracción volumétrica de austenita alcanza a bajar hasta un 20% aproximadamente para niveles de un 14% de deformación (cuando se encuentra sin carga aplicada), es posible encontrar otros hoyuelos que se propician debido a este fenómeno.

En la Figura 4-95 se muestra un esquema para explicar dicho comportamiento, en la primera imagen se muestra un cubo bifásico con bandas de martensita e intersticios de austenita al cual se le aplican esfuerzos replicando a la tracción. En la imagen que le sigue a la derecha se muestra lo que provocaría alcanzar la fractura en este sistema bifásico, debido a que en los resultados de nanoindentación se concluyó que la martensita era más dúctil que la austenita, esto provocaría que la austenita se fractura rápidamente debido a su fragilidad mientras que la martensita se deforma de manera dúctil alargándose y formando una especie de estricción en sus bandas las cuales forman los hoyuelos mostrados en la última imagen de la esquina inferior izquierda.

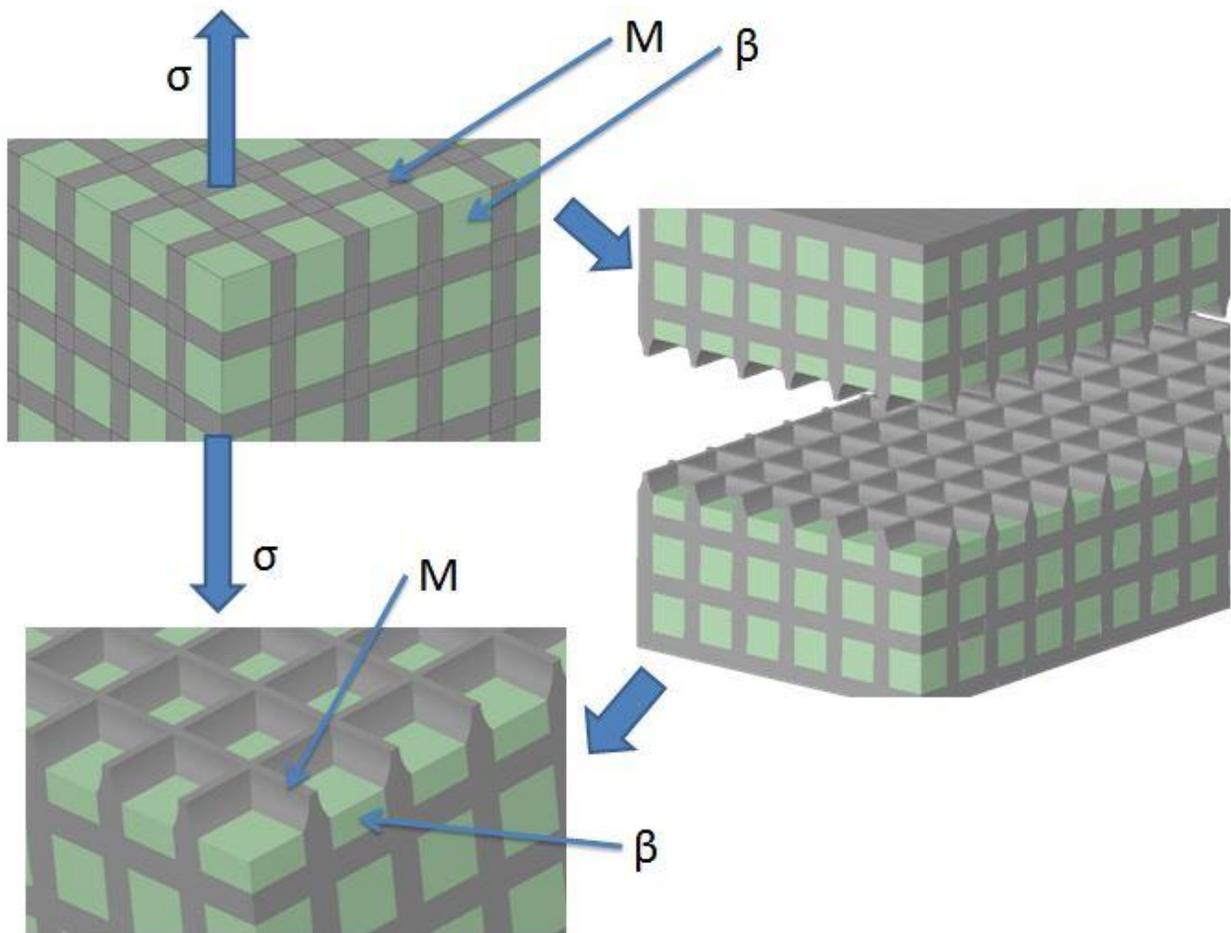


FIGURA 4-95: ESQUEMA DE CREACIÓN DE HOYUELOS DEBIDO AL SISTEMA BIFÁSICO.

A simple vista en el SEM es muy difícil identificar si los hoyuelos que se observan en la superficie de fractura se deben al fenómeno de hoyuelos alineados o al fenómeno de hoyuelos por el comportamiento bifásico de la aleación. Sin embargo, se podría inducir que la mayor parte corresponde al fenómeno de hoyuelos alineados, ya que el porcentaje de austenita que se encuentra aun en la aleación al momento de la fractura reduce las posibilidades del fenómeno de hoyuelos debido al comportamiento bifásico de la aleación.

En la Figura 4-96 se aprecian superficies planas o con una moderada curvatura (terrazas), aquí denominadas S, que presentan líneas aproximadamente paralelas y eventualmente también con una moderada curvatura.

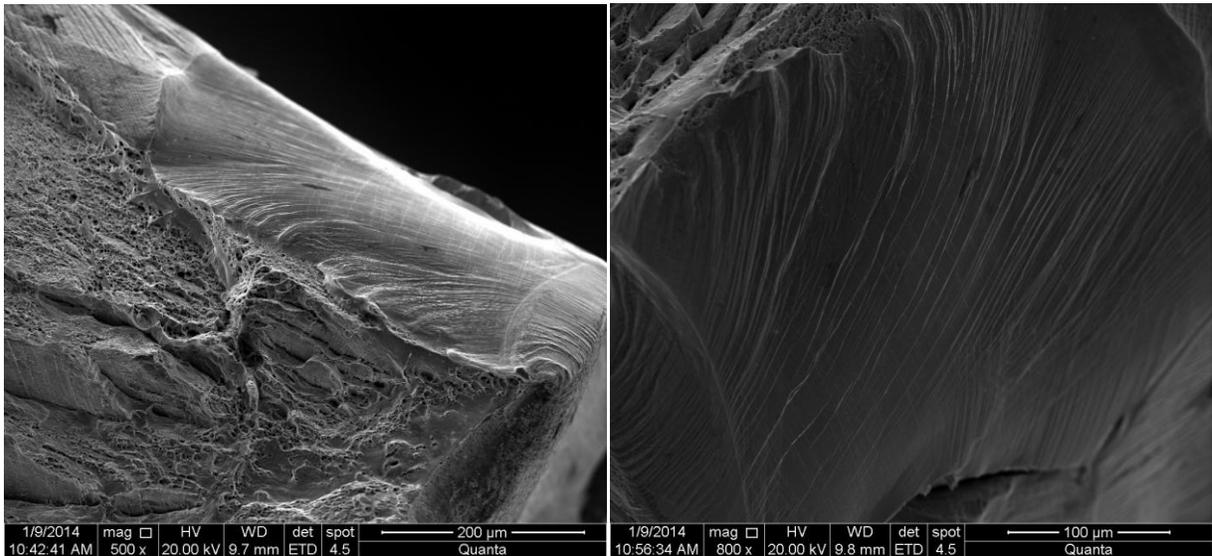


FIGURA 4-96: SUPERFICIES PLANAS CON MODERADA CURVATURA, CON LÍNEAS PARALELAS.

En el esquema de la Figura 4-97 se explica la formación de dichas superficies. Éstas se producen por clivaje entre placas de martensita cercanas que son 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.

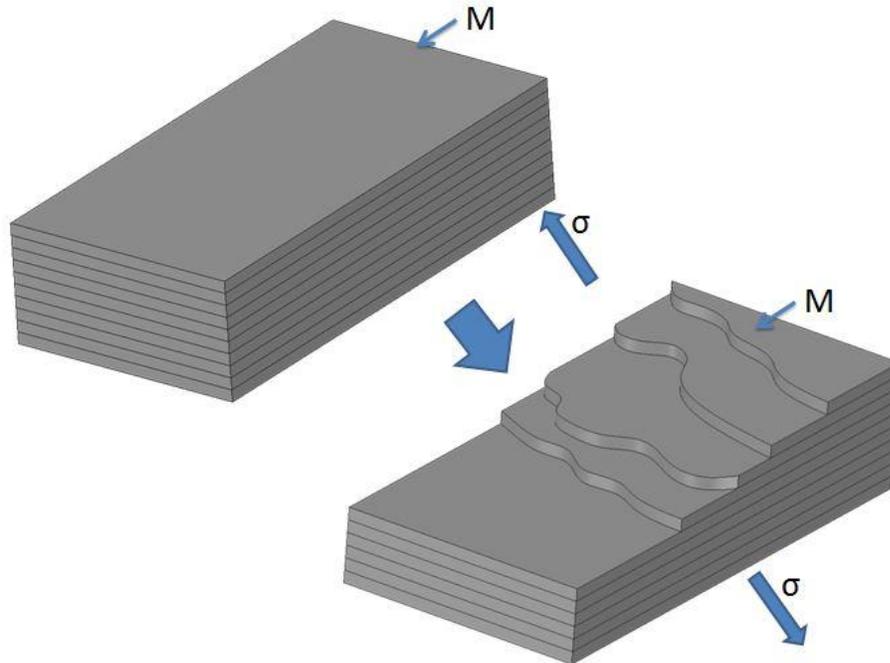


FIGURA 4-97: ESQUEMA DE LA FORMACIÓN DE LAS TERRAZAS.

En la Figura 4-98 se muestran zonas de placas paralelas fracturadas (PPF) de martensita, donde las placas son aproximadamente perpendiculares o inclinadas respecto del plano principal de fractura.

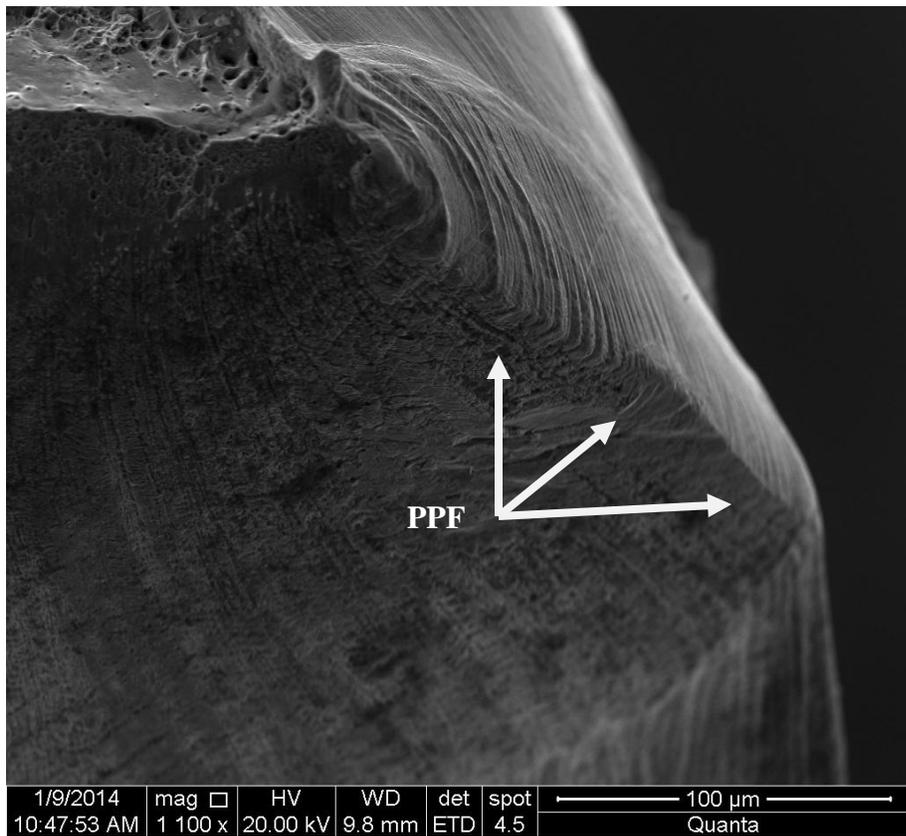


FIGURA 4-98: SUPERFICIE DE FRACTURA EN QUE SE APRECIAN LAS PLACAS PARALELAS FRACTURADAS.

En la Figura 4-99 se presentan metalografías casi 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 estas metalografías se observan grietas secundarias que se han 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.

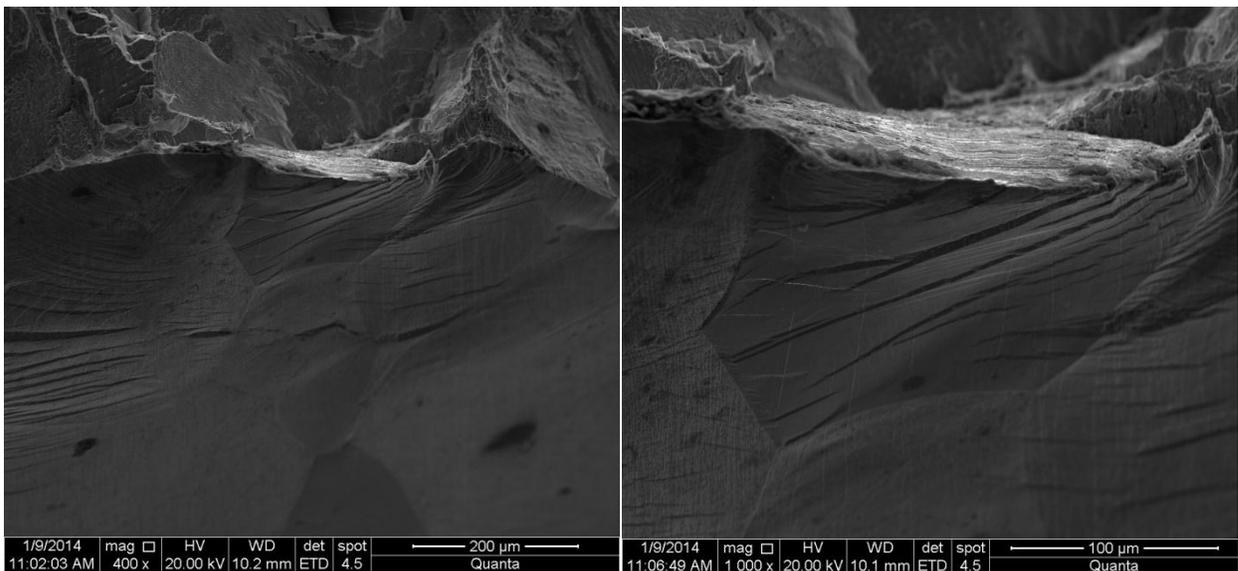


FIGURA 4-99: GRIETAS SECUNDARIAS FORMADAS POR CLIVAJE.

En la Figura 4-100 se muestra un esquema para explicar dicho comportamiento de clivaje, como ya hemos visto, la martensita y sus variantes son bandas casi superficiales que crecen dentro de un grano, al aplicárseles un nivel de esfuerzo suficiente de manera perpendicular a estas bandas, éstas se separarán de manera abrupta, llegando incluso a traspasar el borde de grano en algunas ocasiones.

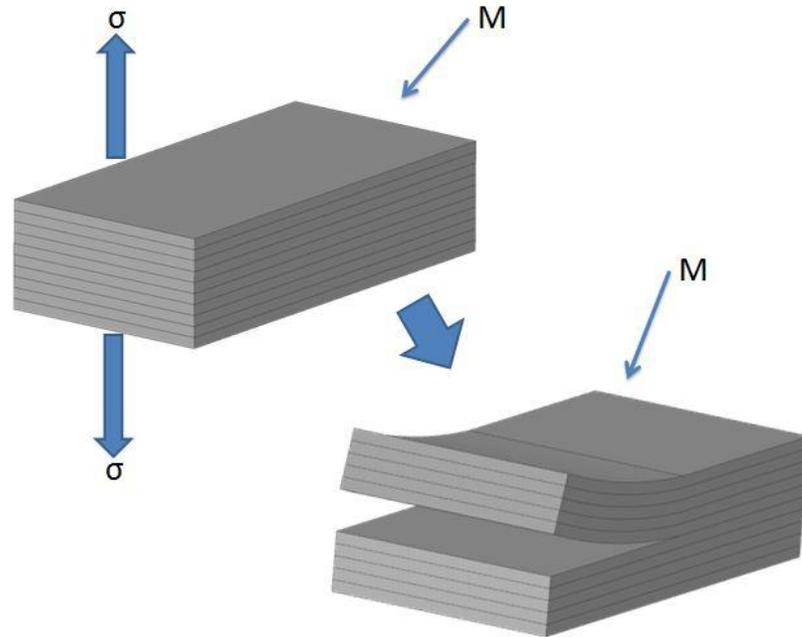


FIGURA 4-100: ESQUEMA DE LA FRACTURA POR CLIVAJE ENTRE PLACAS DE MARTENSITA PARALELAS.

En la Figura 4-101 se muestra la superficie de fractura a la izquierda y un zoom a una fractura por borde de grano (FBG) a la derecha. Es identificable debido a su superficie casi lisa y su concavidad debido a la esfericidad del grano. Este tipo de fractura sucede de forma ocasional y no se ve en todas las superficies de fractura, la mayor parte del camino de la fractura pasa por dentro de los granos tal como se vio en los casos de HA, H, PPF, S y C.

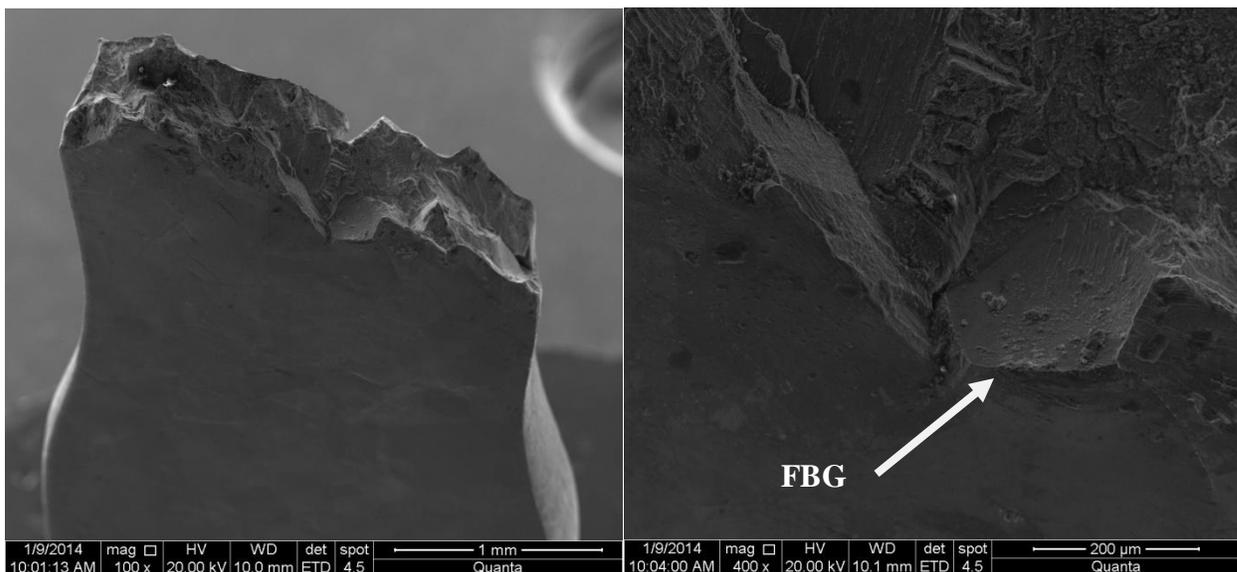


FIGURA 4-101: SUPERFICIE DE FRACTURA Y FRACTURA POR BORDE DE GRANO (FBG)

5. CONCLUSIONES

A partir de los ensayos de tracción cíclica con visión *in-situ* de la probeta fue posible identificar con claridad el punto de comienzo de formación y la cantidad de martensita a medida que se aumentaba la deformación impuesta de la probeta. En la Figura 4-71 es posible apreciar la evolución de la fracción volumétrica de austenita, de la cual se puede extraer que empieza a decaer una vez que se alcanza el LSE (esto es debido a que se mide la fracción volumétrica con la muestra sin esfuerzos aplicados, ya que si se tomara con estos para tales deformaciones la concentración de martensita reversible sería mayor) hasta alcanzar un 30% de fracción para un 14% de deformación (extensión máxima alcanzada para una probeta con rebaje en la zona útil).

Los ensayos de tracción sobre las probetas cilíndricas sirvieron para conocer con claridad y exactitud los parámetros de deformación de la parte útil ya que se contaba con un extensómetro de precisión en la probeta. De esta manera fue posible determinar que el módulo de Young fue de 80,4[GPa], con un límite elástico promedio del 0,54% a 258 [MPa] mientras que el superelástico fue alcanzado alrededor del 4,16% a 440 [MPa].

A partir de los ensayos de tracción fue posible observar que después del rango post-superelástico que sigue al superelástico, es posible identificar una disminución en la pendiente de la curva, este cambio puede ser atribuido a plasticidad debido al deslizamiento cruzado de dislocaciones helicoidales y un posible ablandamiento dinámico (dynamic softening) causado por los niveles altos de deformación y esfuerzos, tal como se aprecia en metales con deformación plástica al alcanzar la fractura.

El análisis de temperatura hecho simultáneamente con el ensayo de tracción refleja un aumento de temperatura en la muestra hasta alcanzar el LSE, esto debido al perfil exotérmico de la transformación de austenita a martensita, seguido por una pequeña baja debido a la pérdida de calor hacia el ambiente, para luego a partir del 11% volver a subir, esta subida en la temperatura se le adjudica al comienzo de la deformación plástica clásica en la aleación. Cuando se comprime la probeta para volver a un nivel sin esfuerzos se genera una bajada de temperatura, atribuible al carácter endotérmico de la transformación de martensita a austenita. También fue posible observar que a medida que aumentaba la temperatura ambiente en que se realizaban los ensayos el esfuerzo de transición aumentaba de la misma manera, tal como era de esperarse.

Los ensayos de amortiguamiento interno reflejaron que éste aumenta incluso después de haber alcanzado el LSE, sin embargo alcanza su máximo alrededor de un 6% según el factor de Chopra y un 5% según el de Liu, tal como se ve en la Figura 4-24. Esto se debe a que el ciclo de histéresis se va haciendo cada vez más “delgado” a medida que aumenta la deformación después de estos puntos mencionados, lo que provoca una caída en el amortiguamiento interno. Esta inflexión ocurre cuando la fracción volumétrica de austenita baja del 50% (en estado de carga) y sigue disminuyendo el amortiguamiento a medida que decrece esta fracción, también lo hace el amortiguamiento interno, por lo que es posible deducir inductivamente que la transformación austenita/martensita representa en gran medida el valor del amortiguamiento interno de la aleación. Además, la histéresis que se mantiene pasado niveles de 10% de deformación estaría principalmente ligada al 30% de martensita reversible “permanente” que se observó en la aleación.

Los tratamientos térmicos buscaban inducir la recuperación de la muestra debido al efecto de memoria de forma (EMF) explicado brevemente en la Figura 2-5. Esto resultó tal a lo esperado, teniendo una recuperación completa de la martensita remanente y provocando un aumento en el tamaño de grano desde 75 [μm] hasta alcanzar tamaños de alrededor de 150 [μm].

La nanoindentación reflejó que la martensita tiene un módulo elástico y dureza inferiores a los de la austenita, lo que se traduce en un comportamiento más dúctil que ésta última, lo que sirve para explicar varios fenómenos observados en la fractura.

Con las imágenes rescatadas del SEM para las probetas planas ensayadas fue posible analizar la fractura y los mecanismos existentes en esta etapa. En primer lugar, a partir de un video tomado para un ensayo de deformación fue posible observar que la fractura comienza a partir de pequeñas grietas creadas en el borde de la muestra, la cual se propaga tanto como dentro de granos como en el borde de éstos. La fractura en esta aleación es frágil y no presenta un alto nivel de estricción. Debido a la mayor ductilidad de la martensita se generan hoyuelos en la superficie de fractura, ya que éstas tienen una mayor estricción que la austenita presente para esos niveles de deformación. También se generan una especie de terrazas, creada por el deslizamiento de bandas sucesivas de martensita durante la fractura. Aparecen grietas por clivaje debido a la separación de bandas de martensita, las cuales son apreciables fácilmente en zonas cercanas a la fractura, y se forman en una dirección casi perpendicular a la del esfuerzo aplicado.

6. TRABAJOS FUTUROS

Realización de microscopía electrónica de transmisión para ver la evolución de la fracción volumétrica de austenita a altas deformaciones, alcanzando idealmente deformaciones del orden del 14%.

A partir del TEM, encontrar variantes de martensita para altas deformaciones, lo que explicaría aún más en detalle el comportamiento del amortiguamiento interno de la aleación.

Encontrar una explicación de por qué se vuelve irreversible la martensita en el rango post-superelástico.

Examinar si existe un aumento del nivel de dislocaciones en la aleación para grandes deformaciones, que estaría relacionado con el comportamiento de deformación plástica inferido en esta Tesis.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] K. Otsuka and C. M. Wayman, Ed. K. Otsuka and C. M. Wyman, Shape Memory Materials, Chichester, Cambridge University Press, Cambridge, U.K., (1998).
- [2] Song G., Ma N., Li H. (2005). “Applications of Shape Memory Alloys in Civil Structures”, Engineering Structures 28 (2006), pp 1266-1274.
- [3] F. Casciati, Variability in mechanical properties and microstructure. Characterization of CuAlBe shape memory alloys for vibration mitigation, Smart Structures and Systems, 4 N°2 (2008) 103-121.
- [4] R. Araya, O. Moroni, M. Marivil, A. Sepúlveda, Temperature and grain size effects on the behavior of CuAlBe SMA wires under cyclic loading, Materials Science and Engineering, A496 (2008) 209-213.
- [5] R. A. Araya, Microestructura y comportamiento mecánico de una aleación superelástica Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be en ensayos de tracción monotónicos y cíclicos, R. A. Araya, Memoria para optar al grado de Magíster en Ciencias de la Ingeniería, mención Mecánica, Universidad de Chile, (2009).
- [6] S. Montecinos, A. Cuniberti, Thermomechanical behavior of a CuAlBe shape memory alloy, Journal of Alloys and Compounds, 457 (2008) 332-336.
- [7] S. Montecinos, M. Moroni, A. Sepúlveda. Superelastic Behavior and Damping Capacity of CuAlBe Alloys, Materials Science and Engineering.
- [8] Sepúlveda, 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 civil, Universidad de Chile.
- [9] Marco Marivil, Comportamiento superelástico de una aleación Cu-11.8%p.Al-0.5 %p.Be, para aplicaciones en ingeniería antisísmica. Universidad de Chile, Facultad de Ingeniería, 2007.
- [10] A. Morawiecb, E. Bouzya, J.S. Lecomte, Polycrystal orientation maps from TEM, J.-J. Fundenbergera,* , Ultramicroscopy 96 (2003) 127–137, November 2002
- [11] H.H. Kuo , W.H. Wang , Y.F. Hsu, Microstructural characterization of precipitates in Cu–10 wt.%Al–0.8 wt.%Be shape-memory alloy Materials Science and Engineering A 430 (2006) 292–300, Mayo 2006
- [12] SMITH, W. and HASHEMI, J. 2006. Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales. México. Cuarta Edición, McGraw-Hill. 380p.

- [13] P. Gill, T. T. Moghadam, and B. Ranjbar. Differential scanning calorimetry techniques: Applications in biology and nanoscience. *Journal of Biomolecular Techniques*, 21:167–193, Dec 2010.
- [14] X. Federspiel. Contribution à l'étude des réactions interfaciales et des contraintes mécaniques dans les couches minces aluminium - titane. Institut National Polytechnique de Grenoble, 2001.
- [15] H.E. Kissinger. Variation of peak temperature with heating rate in differential thermal analysis. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 57:217, Oct 1956.
- [16] G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness. *Materials Characterization*, 59(10):1425 – 1428, 2008.
- [17] Do Kyung Kim, Nanoindentation, Lecture 1, Basic principle. Department of Materials Science and Engineering, KAIST, 2004.
- [18] George F. Vander Voort, *Metallography, Principles and Practice*, ASM International, 1984. 624.

ANEXO A – PROGRAMA MATLAB

Programa de Matlab que utiliza dos funciones para la medición de temperatura utilizando el Data-Logger.

```
function [T] = Medicion2(n,tt,dt,PORT)
%
%           LEO TECHNOLOGIES 2.0 ;)
%           -----
%
%Esta funcion utiliza la función 'Leo' para comunicarse con el Logger y
%tomar datos seguidos de temperatura. Las variables de entrada son:
%
%   -n es un arreglo de 12 datos horizontal en que se indica cuáles
entradas
%   se medirán, 0 no mide, 1 mide. ej: n=[0 1 0 1 0 0 0 0 0 0 0 0], se mide
%   las entradas 2 y 4. (por el momento esta función esta hecha para tomar
%   las entradas 2, 3, 4 y 5, la 1 esta mala)
%
%   -tt es el tiempo de medición. ej: t=10, se medirá durante 10 segundos.
%
%   -dt es el intervalo de medicion en segundos. ej: dt=1, se medirá cada 1
segundo.
%
%   -PORT es el puerto del computador al cual está conectado el Logger. ej:
%   PORT='COM10', el logger esta conectado a COM10.
%
strxo=num2str(n);
ava=[strxo(1) strxo(4) strxo(7) strxo(10) strxo(13) strxo(16) strxo(19)
strxo(22) strxo(25) strxo(28) strxo(31) strxo(34)];
[RRR,rrr,nnn,TTT] = Leo(PORT,['S01SE ' ava], 'A_STX');% Se activan los
puertos a medir en el logger
t=[0 tt]; %[mm ss], tiempo total de medicion de datos
C=(t(1)*60+t(2))/dt;% cantidad de datos tomados
T2=zeros(C,1);% Definicion de vectores de temperatura vacios
T3=zeros(C,1);
T4=zeros(C,1);
T5=zeros(C,1);
T6=zeros(C,1);
    tim=timer;% Inicio un temporizador, que se utilizará para comprobar el
tiempo final de medición
    tim.StartDelay=t(2);
    strx=num2str(t(2));
    tim.TimerFcn=@(myTimerObj, thisEvent) disp([strx ' seconds have
elapsed']);
    start(tim); %Se incia el temporizador

for i=1:C %Se inicia la medición de temperatura
    [Rch,Rint,ntx,nrx] = Leo(PORT,'S01R6', 'A_STX');% Este comando le
solicita al logger la medición de todas sus entradas.
    comma=findstr(Rch,',');% Busca las comas en la respuesta dada por el
logger (para luego separar las entradas obtenidas)
    if n(2)==1
        num2=str2num(Rch((comma(1)+1):(comma(1)+4)))
```

```

        T2(i)=num2;
    end
    if n(3)==1
        num3=str2num(Rch((comma(2)+1):(comma(2)+4)))
        T3(i)=num3;
    end
    if n(4)==1
        num4=str2num(Rch((comma(3)+1):(comma(3)+4)))
        T4(i)=num4;
    end
    if n(5)==1
        num5=str2num(Rch((comma(4)+1):(comma(4)+4)))
        T5(i)=num5;
    end
    if n(6)==1
        num6=str2num(Rch((comma(5)+1):(comma(5)+4)))
        T6(i)=num6;
    end

    pause(0.105); % Pausa del intervalo de medicion.
end

T=[T2 T3 T4 T5 T6]; %Junta todos los vectores columna en una matriz
X=1:tt;

%Aproximación por polinomios de las curvas
G=8; %grado del polinomio
p2 = polyfit(X,T2',G);
x2 = 1:.1:tt;
y2 = polyval(p2,x2);
p3 = polyfit(X,T3',G);
y3 = polyval(p3,x2);
p4 = polyfit(X,T4',G);
y4 = polyval(p4,x2);
p5 = polyfit(X,T5',G);
y5 = polyval(p5,x2);
p6 = polyfit(X,T6',G);
y6 = polyval(p6,x2);

%Spline de las curvas
x2 = 1:.1:tt;
yy2 = spline(X,T2',x2);
yy3 = spline(X,T3',x2);
yy4 = spline(X,T4',x2);
yy5 = spline(X,T5',x2);
yy6 = spline(X,T6',x2);
%plot(X,T2,'o',x2,yy2)

```

```

subplot(3,1,1); plot(X,T(:,1),X,T(:,2),X,T(:,3),X,T(:,4))
xlabel('Tiempo [s]')
ylabel('Temperatura [°C]')
legend('T2','T3','T4','T5')
title('Real')
subplot(3,1,2); %plot(X,T2,'o',x2,y2,X,T3,'x',x2,y3,X,T4,'*',x2,y4,X,T5,'-
',x2,y5,X,T6,'.',x2,y6)
%plot(x2,y2,x2,y3,x2,y4,x2,y5,x2,y6)
plot(x2,yy2,x2,yy3,x2,yy4,x2,yy5)
grid on
xlabel('Tiempo [s]')
ylabel('Temperatura [°C]')
%legend('T2','T2 polyfit','T3','T3 polyfit','T4','T4 polyfit','T5','T5
polyfit','T6','T6 polyfit')
legend('T2 spline','T3 spline','T4 spline','T5 spline')
title('Splines')
subplot(3,1,3); %plot(X,T2,'o',x2,y2,X,T3,'x',x2,y3,X,T4,'*',x2,y4,X,T5,'-
',x2,y5,X,T6,'.',x2,y6)
plot(x2,y2,x2,y3,x2,y4,x2,y5)
grid on
xlabel('Tiempo [s]')
ylabel('Temperatura [°C]')
legend('T2 polyfit','T3 polyfit','T4 polyfit','T5 polyfit')
title('Polyfit')

delete(tim);% se elimina el temporizador
end

```

```

function [RCV_char,RCV_int,sent,rxbuffer] = Leo(PORT,TXT,COMANDO)

%
%           LEO TECHNOLOGIES 2.0 ;)
%
%
% Seleciona tu puerto COM y escribe un mensaje en ascii con el siguiente
% formato:
%
% [RECEPCION_char, RECEPCION_int, ntx, nrx] = Leo(PORT,'texto',COMANDO)
%
% RECEPCION_xxx: tiene la respuesta del logger luego de 100 [ms] de espera
% en formato 'char' y en 'int'.
% n: es el numero bytes enviados al logger tx/rx.
%
% Si el comando es ENQ u otro que no requiera texto ni <CR>, el texto
% ingresado será ignorado.
%
% Ejemplo:
%
% [Rch,Rint,ntx,nrx] = Leo('COM3','S01R1[0][0]','A_STX')
%
% Leo 2.0 enviará: <STX>S01R1[0][0]<CR>
%
%
% -----TABLA DE COMANDOS-----
% <STX> = 'A_STX'; <ENQ> = 'A_ENQ'; <ACK> = 'A_ACK';
% <XON> = 'A_XON'; <XOFF> = 'A_XOFF'; <NAK> = 'A_NAK';
% <CAN> = 'A_CAN';
% -----
%
A_STX = 2; A_ENQ = 5; A_ACK = 6; A_CR = 13;
A_XON = 17; A_XOFF = 19; A_NAK = 21; A_CAN = 24;

% A_NULL = 0; A_SOH = 1; A_STX = 2; A_ETX = 3; A_EOT = 4; A_ENQ = 5;
% A_ACK = 6; A_BEL = 7; A_BS = 8; A_TAB = 9; A_LF = 10; A_VT =11;
% A_FF = 12; A_CR = 13; A_SO = 14; A_SI = 15; A_DLE =16; A_XON =17;
% A_DC2 = 18; A_XOFF=19; A_DC4 =20; A_NAK =21; A_SYN =22; A_ETB =23;
% A_CAN = 24; A_EM = 25; A_SUB =26; A_ESC =27; A_FS =28; A_GS = 29;
% A_RS = 30; A_US = 31; A_SPC =32;

texto = 1;

switch COMANDO
    case 'A_STX'
        START = A_STX;
    case 'A_ACK'
        START = A_ACK;
    case 'A_ENQ'
        START = A_ENQ;
        texto = 0;           %Elimina mensaje y <CR>
    case 'A_NAK'
        START = A_NAK;

```

```

    case 'A_CAN'
        START = A_CAN;
    case 'A_XON'
        START = A_XON;
    case 'A_XOFF'
        START = A_XOFF;
    otherwise
        START = A_STX;
end

LOGGER = serial(PORT, 'BaudRate', 19200, 'parity', 'odd', 'databits',
7, 'Terminator', A_CR);

fopen(LOGGER);
readasynch(LOGGER);

fwrite(LOGGER, START);

if (texto == 1)
    fprintf(LOGGER, TXT);           %Envía el <CR> automáticamente
end

pause(0.17); % Pausa 100 ms.
%while rxbuffer == 0
%    rxbuffer = LOGGER.BytesAvailable;
%end

rxbuffer = LOGGER.BytesAvailable;
if rxbuffer == 0
    RCV_int = fread(LOGGER, 24, 'int8');
    RCV_char = char(RCV_int);
    RCV_char = RCV_char';
else
    RCV_int = fread(LOGGER, rxbuffer, 'int8');
    RCV_char = char(RCV_int);
    RCV_char = RCV_char';
end

sent = LOGGER.ValuesSent; %Numero de Bytes enviados
rxbuffer = LOGGER.BytesAvailable;
if (rxbuffer ~= 0)

end

fclose(LOGGER);

end

```

ANEXO B – DATASHEET DATALOGGER

Especificaciones del Datalogger de 12 entradas.

TWELVE CHANNEL THERMOCOUPLE SCANNER SERIAL COMMUNICATION DESCRIPTION

CATALOG NO. 92000-00, 92000-05, 92001-00, 92001-05
692-0000, 692-0230, 692-1000, 692-1230

Contents

- 1.0 - Linkable Instrument Network**
- 1.1 - Serial Connections**
- 1.2 - Serial Data Format**
- 1.3 - Serial Protocol**
- 1.4 - Start Up Sequence**
- 1.5 - Remote / Local Operation**
- 1.6 - Command Format**
- 1.7 - Control Computer Parameter Fields**
- 1.8 - Scanner Status Request**
- 1.9 - Scanner Response**
- 1.10 - Error Handling**
- 1.11 - Scanner Request To Send**
- 1.12 - Software (Xon,Xoff) Handshaking**
- 1.13 - ASCII Control Characters Used**
- 2.0 - Field Calibration Sequence**

1.0 - LINKABLE INSTRUMENT NETWORK

The Linkable Instrument Network is a serial communications system consisting of a control computer with one RS-232 port and one or more satellite units. A satellite unit can be a scanner or any other product that conforms to the communications protocol defined in this description. With special consideration, Masterflex pumps and Servodyne mixers may be added to this link. (Refer to section 1.2). This description describes all the information needed to communicate with a scanner. Since much of this information applies to other products, the term "satellite unit" will be used as a generic term for all devices compatible with the Linkable Instrument Network. The term "scanner" will be used when the information applies only to Digi-Sense Scanning Thermometers.

All communications between the control computer and satellite units is based on a pseudo daisy chain principle. The transmission line of the control computer will pass through the input and output buffers in each of the satellite units. Each satellite unit will have the ability to turn the buffers on and off to block communications from other units below it in the daisy chain. The output of the control computer would pass through each of the scanners without software assistance from the scanner. Power must be applied to all scanners in the daisy chain for proper operation by the control computer.

The receive line of the control computer will originate in the transmitter of the last satellite in the chain. It will also be double buffered through each satellite. Each of the scanners will have the ability to turn off its input receive line and place its own transmitter on the receive line to the control computer. A third line, the Request To Send (RTS), will be a similarly buffered line. Each satellite will have the ability to set this line to signal the computer its request to send.

The maximum number of scanners is limited to 8 by the Linkable Instrument Network software to minimize communication time. However, up to 89 satellites could be controlled by a single RS232 port using custom software since satellite units can be assigned any number from 01 to 89.

1.1 - SERIAL CONNECTIONS

The satellite units have two 4-wire, 6 position modular phone jacks labeled "IN" and "OUT". The control computer's typical serial RS-232 connection will be either a DB-25 plug or a DE-9 plug. Adapters to convert DE-9 to RJ-11 or DB-25 to RJ-11 are available.

DB-25 PLUG ON COMPUTER	DE-9 PLUG ON COMPUTER	PC/IN JACK ON SATELLITE	OUT/INK JACK ON SATELLITE
		Pin 1 No connection	Pin 6 No connection
Pin 2 Transmitted data to satellite	Pin 3 Transmitted data to satellite	Pin 2 Receive signal from computer	Pin 5 Transmit signal to the next satellite
Pin 3 Received data from satellite	Pin 2 Received data from satellite	Pin 3 Transmit signal to computer	Pin 4 Receive signal from the next satellite
Pin 7 Ground	Pin 5 Ground	Pin 4 Ground	Pin 3 Ground
Pin 5 Clear to send - RTS from satellite	Pin 8 Clear to send - RTS from satellite	Pin 5 Request to send (RTS) to computer	Pin 2 Request to send (RTS) from the next satellite
		Pin 6 No connection	Pin 1 No connection

TABLE 1: Satellite and Computer RS-232 connections.

THIS DOCUMENT IS CONFIDENTIAL, THE PROPERTY OF THE BARNANT COMPANY, AND IS NOT TO BE USED FOR ANY PURPOSE OR REPRODUCED WITHOUT THE EXPRESSED WRITTEN PERMISSION OF THE BARNANT COMPANY.

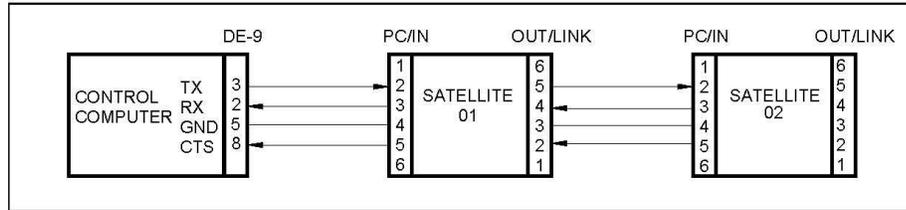


Figure 1 - Serial daisy chain connections

The serial line and connectors are standard telephone 4 wire cables and RJ-11 connectors. In-line adapters are available to connect two cables together to facilitate the interconnection of two cables if a satellite is removed.

The serial lines between units will be passed from unit to unit by a hardware buffer on the input and connecting it directly to the output driver through a hardware gate. This way any output only sees one input load. If the power is turned off on any scanner, communications will be lost to all satellites connected on its output chain.

1.2 - SERIAL DATA FORMAT

The serial data format is full duplex (simultaneously transmit and receive), 1 start bit, 7 data bits, one odd parity bit, and one stop bit at 19,200 bits per second. All data transmitted will consist of characters from the standard ASCII character set. See section 1.13 for special control characters used. Note: odd parity is defined such that the sum of the eight individual bits is an odd number (1,3,5 or 7).

Other satellites such as pumps and mixers have a fixed communication baud rate of 4800 bits per second. If these are to be added to a scanner daisy chain, the control computer must first initialize all scanners at 19,200 baud then send a command to set all scanners to 4800 baud. The control computer must then change its baud rate to 4800 and then continue to initialize all the pumps and mixers. (Refer to EPD 40 for pump and mixer protocol).

1.3 - SERIAL PROTOCOL

All transmissions originate or are requested by the control computer (master). It may issue commands directly and it may request that the satellites report. When asked to report, the satellite would send the data requested. Should a satellite require communication with the computer, it has the ability to operate the request to send (RTS) line. Upon receiving the request, the computer would respond via the serial line. Refer to section 1.11 for a detailed description of RTS operation and refer to section 1.12 for the software handshake protocol.

1.4 - START UP SEQUENCE

Normal start up would consist of turning on all the satellite units first and then the control computer. Each satellite will enable its receive and transmit buffers and activate its RTS line. The control computer would then send the enquire <ENQ> command in response to the active RTS line. Upon receiving the <ENQ> command, all satellites with an active RTS line would disable its receive and transmit buffers to the satellites below it in the daisy chain. Next the scanners would respond with one of the following strings depending on its model number and version.

<STX>S?0<CR> = Thermocouple Bench Scanner
<STX>S?1<CR> = Thermocouple Wall Scanner
<STX>S?2<CR> = Platinum RTD Bench Scanner
<STX>S?3<CR> = Platinum RTD Wall Scanner
<STX>S?4<CR> = Thermistor Bench Scanner
<STX>S?5<CR> = Thermistor Wall Scanner

The control computer would only see the response from the first satellite in the chain since communications with the others is now blocked. The control computer would then send back <STX>Snn<CR> with nn being a number starting with 01 for the first satellite and incrementing for each satellite up to a maximum of 8. If the scanner receives the data without errors it will perform the following steps:

1. Deactivate its RTS line and enable the receive buffers to the next satellite.
2. Send an <ACK> to the control computer.
3. Enable the transmit buffer from the next satellite within 10 bit times after the last byte has been sent.

After the control computer receives the <ACK> it will see the RTS from the next satellite and again issue the <ENQ> command. The above process will be repeated until all satellites are numbered.

If a satellite does not receive valid data from the control computer or detects a transmission error, it will send a <NAK>. When the control computer receives the <NAK> it resends the <STX>Snn<CR> to the satellite. Section 1.10 on error handling describes the maximum retries the control computer will perform.

If a satellite is turned on after all the other satellites have been numbered, it will be numbered the same as described above with the next available number if no commands have been sent to the other satellites. If commands have been issued, the satellite is assigned a temporary number starting with 89 and decrementing for each subsequent satellite. This will cause the satellite to release its RTS so normal communication can proceed. The operator will be alerted to the condition that another satellite has come on-line and needs to be numbered. The operator will then be able to assign the new satellites a number so that they will appear correctly in the system. The control computer will use the following commands to renumber a satellite:

<STX>SooUnn<CR> Where oo is the old satellite number and nn the new number.

If a satellite is requesting to be numbered and the control computer has already issued 8 satellite numbers, the control computer will assign the satellite the number 89 as described in the paragraph above and alert

THIS DOCUMENT IS CONFIDENTIAL, THE PROPERTY OF THE BARNANT COMPANY, AND IS NOT TO BE USED FOR ANY PURPOSE OR REPRODUCED WITHOUT THE EXPRESSED WRITTEN PERMISSION OF THE BARNANT COMPANY.

the operator to the situation.

If a satellite is powered down after it has been numbered, it will be treated as a new unit as described above when it is powered up again.

1.5 - REMOTE / LOCAL OPERATION

The scanner will default to LOCAL mode when power is turned on. Only commands from the control computer can set the scanner to REMOTE operation and back to LOCAL.

1.6 - COMMAND FORMAT

Most commands from the control computer are preceded with the start of text <STX> control character (see section 1.13), a satellite identification letter (S for scanner, P for pump, M for mixer) and a two digit satellite number (01 through 89). Numbers 00 and 90 through 99 are reserved for special cases. When the same command is to be executed by all scanners, 99 is sent for the satellite number. After the command character is the parameter field, which varies in size from zero characters to 18, depending on the command. A carriage return <CR> character is used to indicate the end of a command string. (Note the exceptions to this computer issued command format are <ENQ>, <ACK>, and <NAK>.)

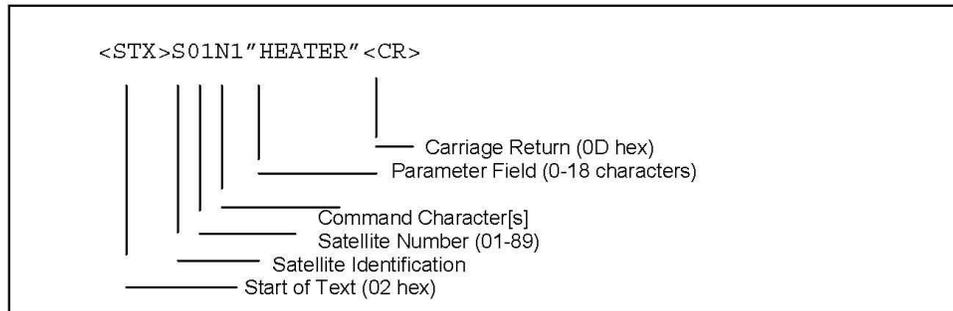


Figure 2 - Command Format

More than one command can be put in a command string as shown below:

```
<STX>S01ZF1SI00:30PI00:30P1<CR>
```

The above multiple command string example would communicate with satellite number 01 and set the display to °F with 1° resolution, set the channel scan interval to 30 seconds, set the print interval to 30 seconds and enable the printer. The maximum number of characters allowed in one scanner command string is 24, including <STX>, Snn and <CR>.

COMMAND	REPLY	DESCRIPTION
Alarm Modes		
AM	x	Request Alarm Mode x: 0=off, 1=auto, 2=manual
AM0	<ACK>	Set Alarms Off
AM1	<ACK>	Set Alarms On (bench unit) or Alarm Auto reset (wall unit)
AM2	<ACK>	Set Alarm Manual reset (wall unit)
Alarm Operation		
AK[n]	<ACK>	Acknowledge all alarms or channel n alarm
ASH	xxxxxxxxxxxx	Request Hi alarming status for all channels x: 0=ok, 1=alarming
ASL	xxxxxxxxxxxx	Request Low alarming status for all channels x: 0=ok, 1=alarming
AST	xxxxxxxxxxxx	Request TC alarming status for all channels x: 0=ok, 1=alarming
Alarm Settings		
AI	xxxxxxxxxxxx	Request Hi alarm enable status for all channels x: 0=off, 1=on
AI xxxxxxxxxxxx	<ACK>	Set Hi alarm enable status for all channels x: 0=off, 1=on
AH n	x	Request Hi alarm for channel n
AH n x	<ACK>	Set Hi alarm to x for channel n
AW	xxxxxxxxxxxx	Request Low alarm enable status for all channels x: 0=off, 1=on
AW xxxxxxxxxxxx	<ACK>	Set Low alarm enable status for all channels x: 0=off, 1=on
AL n	x	Request Low alarm for channel n
AL n x	<ACK>	Set Low alarm to x for channel n
AY	x	Request Alarm Hysteresis
AY x	<ACK>	Set Alarm Hysteresis to x
Buzzer Control		
AE	x	Request Beeper enable status x: 0=disabled, 1=enabled
AE0	<ACK>	Disable Beeper
AE1	<ACK>	Enable Beeper
AB	x	Request Beeper on/off status x: 0=off, 1=on
AB0	<ACK>	Turn Beeper Off
AB1	<ACK>	Turn Beeper On

THIS DOCUMENT IS CONFIDENTIAL, THE PROPERTY OF THE BARNANT COMPANY, AND IS NOT TO BE USED FOR ANY PURPOSE OR REPRODUCED WITHOUT THE EXPRESSED WRITTEN PERMISSION OF THE BARNANT COMPANY.

Table 2: Scanner Commands

COMMAND	REPLY	DESCRIPTION
<i>Display Modes</i>		
H	x	Request Hold mode x: 0=disabled, 1=enabled
H0	<ACK>	Disable Hold mode
H1	<ACK>	Enable Hold mode
V	<ACK>	Set View to display each channel for 3 seconds
V n	<ACK>	Set View to display channel n
<i>Data Retrieval</i>		
R0	<ACK>	Terminate recall
R1[n][x]	x,hh:mm:ss,mm/dd/yy	Request stored/logged data, n: Channel number, 0=all channels x: Log/Store number, 0=all stored readings {x1,x2,...,x12,time,date}
R2[n]	x,hh:mm:ss,mm/dd/yy	Request Minimum temperature[s], all channels sent if n is omitted {x1,time1,date1,x2,time2,date2,...}
R3[n]	x,hh:mm:ss,mm/dd/yy	Request Maximum temperature[s], all channels sent if n is omitted {x1,time1,date1,x2,time2,date2,...}
R4[n]	x,s	Request Average Temperature[s], all channels sent if n is omitted s: samples averaged {x1,s1,x2,s2,...,x12,s12}
R5[n]	x	Request Hold Temperature[s], all channels sent if n is omitted {x1,x2,...,x12}
R6[n]	x	Request Temperature[s], all channels sent if n is omitted x: 999.9,open,over,under,off {x1,x2,...,x12}
<i>Printing</i>		
P	x	Request Interval Print status x: 0=disabled, 1=enabled
P0	<ACK>	Disable Interval Printing
P1	<ACK>	Enable Interval Printing (bench unit only)
PA	X (See note 2 below)	Request Print on Alarm status x: 0=disabled, 1=enabled
PA0	<ACK>	Disable Printing on Alarms
PA1	<ACK>	Enable Printing on Alarms
PI	mm:ss	Request Print Interval
PI mm:ss	<ACK>	Set Print Interval to minutes:seconds

THIS DOCUMENT IS CONFIDENTIAL, THE PROPERTY OF THE BARNANT COMPANY, AND IS NOT TO BE USED FOR ANY PURPOSE OR REPRODUCED WITHOUT THE EXPRESSED WRITTEN PERMISSION OF THE BARNANT COMPANY.

Table 2: Scanner Commands (continued)

COMMAND	REPLY	DESCRIPTION
Memory Management		
K1	<ACK>	Clear All Store/Log Memory
K2	<ACK>	Clear All Minimum Temperatures
K3	<ACK>	Clear All Maximum Temperatures
K4	<ACK>	Clear All Average Temperatures
Log/Store Modes		
L	x	Request Logging Status x: 0=disabled, 1=enabled
L0	<ACK>	Disable Logging
L1	<ACK>	Enable Logging
L2	<ACK>	Store all channels now
LC	x	Request Log/Store count
LI	mm:ss	Request Log Interval
LI mm:ss	<ACK>	Set Log Interval to minutes:seconds
Scan Modes		
SM	x	Request Scan status x: 0=stopped, 1=scanning
SM0	<ACK>	Stop Auto Scanning
SM1	<ACK>	Execute a single scan
SM2	<ACK>	Enable auto scan
External Trigger		
TM	x	Request Trigger Mode x: 1=start/stop, 2=pulse
TM1	<ACK>	Set Trigger Mode to Start/Stop
TM2	<ACK>	Set Trigger Mode to Pulse
TT	x	Request Trigger Type x: 0=off, 1=print, 2=store
TT0	<ACK>	Set Trigger Type to Off
TT1	<ACK>	Set Trigger Type to Print
TT2	<ACK>	Set Trigger Type to Store

THIS DOCUMENT IS CONFIDENTIAL, THE PROPERTY OF THE BARNANT COMPANY, AND IS NOT TO BE USED FOR ANY PURPOSE OR REPRODUCED WITHOUT THE EXPRESSED WRITTEN PERMISSION OF THE BARNANT COMPANY.

Table 2: Scanner Commands (continued)

COMMAND	REPLY	DESCRIPTION
Time/Date		
C	hh:mm:ss	Request Clock Time, 24 hour format
C hh:mm[:ss]	<ACK>	Set Clock Time hr:min:sec, 24 hour format, seconds optional
D	mm/dd/yy or dd/mm/yy	Request Date
D mm/dd/yy or dd/mm/yy	<ACK>	Set Date
DF	x	Request Date format x: 0=mm/dd/yy, 1=dd/mm/yy
DF0	<ACK>	Set Date format to mm/dd/yy
DF1	<ACK>	Set Date format to dd/mm/yy
Field Calibration		
F1 n x	<ACK>	Set Field Calibration Point 1 for channel n to x (Required for single or 2 point cal)
F2 n x	<ACK>	Set Field Calibration Point 2 for channel n to x (Not required for single point calibration)
F3 n	<ACK>	Calculate New Field Calibration
F4 n	<ACK>	Clear Field Calibration for channel n
F5	<ACK>	Print Field Calibration Report (Benchtop only)
F6	Calibration Report	Request a detailed calibration report
Satellite Status		
I	Syy\xxxxxxx	Request System status; Hi Alarm, Lo Alarm, TC Alarm, Log Full, Com Stat, Scan Stat, Extended System Stat, yy: = Scanner Number x: 0=false, 1=true except for Com Stat where x: 0 to 5
IE	xxxxxxx	Request Extended System Status; Setup Error, No Cal, Bad Service Cal, Bad Firmware Checksum, Verify Error, A/D Timeout, Flash Write Error, Bad Battery, Bad Field Cal x: 0=false, 1=true
IT	x	Request Scanner Model code x: Model code, [0 ... 5]

Table 2: Scanner Commands (continued)

COMMAND	REPLY	DESCRIPTION
<i>Satellite Setup</i>		
Z	xn	Request Scale and Resolution
Z xn	<ACK>	Set Temperature Scale and Resolution x: F,C,R,K n: 0=1°, 1=0.1°
B x	<ACK>	Set serial communication BAUD rate x: 300,600,1200,2400,4800,9600,19200
X	<ACK>	Exit Remote mode, To enter Remote mode you must Enquire and assign a satellite number.
Uxx	<ACK>	Change Unit number to xx, 1 to 89
W	<ACK>	Write all setup data to non-volatile memory
Q	x.x	Request scanner firmware version number
<i>Channel Setup</i>		
Y	xxxxxxxxxxxx	Request Thermocouple Type for all channels
Y xxxxxxxxxxxx	<ACK>	Set thermocouple Type for all channels x: J,K,T,E,N,R,S,B
SE	xxxxxxxxxxxx	Request Channel Scan Status for all channels x: 0=skip,1=scan
SE xxxxxxxxxxxx	<ACK>	Set Channel Scan Status for all channels x: 0=skip,1=scan
N n	"ABCDEF"	Request label for channel n
N n "ABCDEF"	<ACK>	Set label for channel n to "ABCDEF" (6 character maximum)
SI	mm:ss	Request Channel Scan Interval
SI mm:ss	<ACK>	Set Channel Scan Interval to minutes:seconds

Table 2: Scanner Commands

Notes: 1) All “Set” commands are temporary and will remain in effect until power is turned off. To retain the settings during power down, use the W command to write the settings to non-volatile memory.

2) For the “PA” command and all firmware versions prior to 1.4: this command returns the status followed by <ACK><CR>.

1.6.1 – LEGEND FOR TABLE 2:

- n = channel number (01-12)
- x = data (numeric or text, as required)
- [x] = optional data, not required
- mm/dd/yy = month/day/year (date format, the / is a required separator)
- hh:mm:ss = hours:minutes:seconds (24 hour time format, the : is a required separator)
- Command string must be preceded with <STX>Syy where yy=satellite number (01-89 or 99 for all satellites).
- Command string must be terminated with <CR>
- Command string is limited to 24 characters including the <STX and <CR>
- Responses will be a single character <ACK>, <NAK> or a data string followed by a <CR>. Any data that a satellite sends to the control computer will have leading zeros suppressed.

1.7 - CONTROL COMPUTER PARAMETER FIELDS

There is some flexibility in the parameter field that is sent by the control computer to the satellite. The control computer will have the option of using leading zeroes, leading spaces, or no padding at all. A comma or one or more spaces must separate multiple parameters for the command. For example, to set the high alarm for channel 5 to 200 degrees on scanner number 1, any of the following command strings could be used:

```
<STX>S1AH1_200<CR>  
<STX>S1AH_1_200<CR>  
<STX>S01AH01_200.00<CR>  
<STX>S01AH_1__200<CR>
```

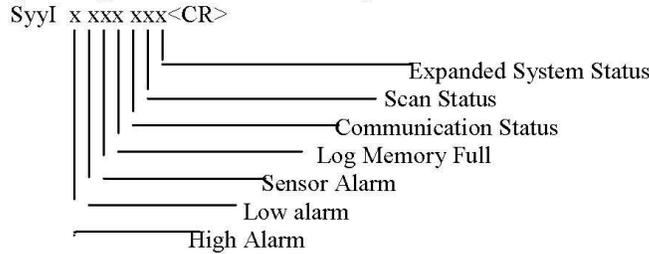
_ = comma or space or spaces

1.7.1 - SATELLITE DATA FIELDS

Any data that a satellite sends to the control computer will have leading zeros suppressed and multiple parameters will be comma separated.

1.8 - SCANNER STATUS REQUEST

The control computer can request status from the scanner at any time with the I command. The satellite will respond by echoing the command followed by the status information:



In all cases, x=0 is the normal, no error or false condition. With the exception of Communication Status, x=1 indicates an error, alarm or true condition. Table 3 details the communication status error codes.

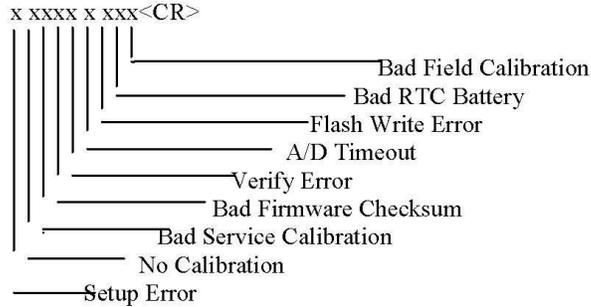
CODE	Communication
x	Error
0	No error
1	Parity error
2	Framing error
3	Overrun error
4	Invalid command
5	Invalid data

Table 3: Communication Status Codes

When a scanner raises its RTS line to indicate an alarm condition, the control computer will send the <ENQ> command to determine which scanner is requesting service. The alarming scanner will respond with <STX>SyyI followed by the status information above. SyyI identifies the scanner sending the status information. (yy=satellite number)

When the satellite sends the status information, the control computer must respond with an <ACK> Snn <CR> to acknowledge receipt of the status and to clear the communications status conditions that are latched by the satellite. NOTE: For firmware versions 1.0, 1.1 and 1.2 (all models), a delay of 150 milliseconds is required following this <CR> prior to sending any command to any attached scanner.

If the Extended System Status is true, the scanner is indicating it has more status information available. The control computer can request the extended status from the scanner with the IE command. The satellite will respond with the following status information:



In all cases for the extended status, x=0 is the normal, no error condition and x=1 indicates an error or true condition.

1.9 - SATELLITE RESPONSE

When the satellite correctly receives a command, it will send back an <ACK> if it was not an all scanners command (S99). If data has to be sent back to the master in response to the command, it will be sent as shown in table 2. If the satellite detected an error while receiving a command, it will respond with a <NAK>.

1.10 - ERROR HANDLING

Depending on the error code received from the satellite, the control computer would have to take appropriate action to try to eliminate the error condition. Communication errors of type 1, 2 or 3 indicate a hardware type error: noisy communication lines, bad connection, glitches or circuit failure. Communication error codes 4 or 5 could be hardware errors as described above, software errors caused by incorrect commands or data being sent by the control computer. For hardware type errors the control computer would try sending the same command to see if the problem was only momentary. If an error code is returned four times in a row or if there is no response at all, the control computer would abort trying to send the command and notify the operator of the type of error.

If a satellite does not respond at all, the control computer can assume one of the following:

1. If all other satellites connected after the satellite in question also doesn't respond, the communication link is broken at that point or the satellite is defective.
2. If all other satellites respond, the un-responding satellite is either turned off, removed from the loop, or defective.

1.11 - SATELLITE REQUEST TO SEND

When a satellite wants to communicate with the control computer, it will turn on its request to send RTS line and then wait for the enquire <ENQ> command from the control computer. The following list shows the possible conditions that would cause the scanner to activate its RTS line.

1. Power up
2. New High or Low Alarm
3. Sensor Alarm (open, over, under)
4. Log Memory Full

The following is the sequence of events for when RTS is activated by a scanner:

1. Satellite enables RTS line.
2. When control computer detects RTS, it will transmit the <ENQ> command after it completes any communications it may be in the process of doing.
3. When the satellite that has its RTS line enabled receives the <ENQ> it will disable its RS232 buffers to block the other satellites below it in the daisy chain from communicating with the control computer. This would give the satellite closest to the control computer the highest priority if more than one satellite enabled its RTS line at the same time.
4. Next the scanner will send the response from the I command as shown in section 1.8.
5. If the control computer received the satellite response without any errors (parity, overrun etc.) it will send an acknowledge <ACK>Snn<CR> which will cause the satellite to release its RTS line and enable the RS232 buffers allowing the satellites below it in the daisy chain to communicate. If the control computer detected any error during the transmission it would send the <ENQ> again which would cause the satellite to re-send its response. The control computer will retry a maximum of four times before aborting and reporting the error to the operator.
6. If more than one satellite had its RTS line enabled, the control computer would see only the response from the satellite closest to it. After the closest satellite sent its response and released the RTS line, the control computer would see the RTS of the other satellite and again issue the enquire command which would allow the next satellite with RTS active to respond.
7. If a satellite was responding to an enquire command and another satellite with higher priority also started to respond, cutting off the first responding satellite, the control computer would receive invalid data and get some type of error (parity or framing). This would cause the control computer to re-send the <ENQ> command, but this time only the higher priority satellite would respond since the communications with the lower satellites is blocked.

1.12 – SOFTWARE (XON,XOFF) HANDSHAKING

The scanner will never send an <XON> or <XOFF> to the control computer. However, if the control computer needs to pause a transmission from the scanner, it can send the scanner an <XOFF>. The scanner will then stop transmitting until it receives an <XON> from the control computer.

1.13 - ASCII CONTROL CHARACTERS USED

Table 4 shows the decimal and hexadecimal codes for the special commands as well as the keystrokes required on the keyboard. CTRL-B indicates that you press and hold the control CTRL key down then press the letter key B.

DECIMAL	HEX	CHARACTER	KEYSTROKE
2	02	STX Start of Text	(CTRL-B)
6	06	ACK Acknowledge	(CTRL-F)
5	05	ENQ Enquire	(CTRL-E)
13	0D	CR Carriage Return	(CTRL-M) (Enter)
17	11	XON Resume Transmission	(CTRL-Q)
19	13	XOFF Pause Transmission	(CTRL-S)
21	15	NAK Negative Acknowledge	(CTRL-U)
24	18	CAN Cancel	(CTRL-X)

Table 4 - ASCII control codes used

2.0 – FIELD CALIBRATION SEQUENCE

To perform a field calibration, the probe(s) being calibrated are placed at a reference temperature. When the temperature reading(s) have stabilized, the F1 command is sent with the channel number and reference temperature. For example, if channel 6 was being calibrated in ice water and the temperature units are Fahrenheit, the command string would be:

```
<STX>S01F1 6 32<CR>
```

If any other channels were also being calibrated, this command string would be repeated for each one. For a single point calibration (offset only), the next step would be to send the command to calculate a new field calibration (F3) for each calibrated channel. This would complete the single point field calibration.

For a dual point calibration (offset and slope), the probes being calibrated would be placed at a second reference temperature. The second reference temperature can be higher or lower than the first reference. When the temperature reading(s) have stabilized, the F2 command is sent with the channel number and reference temperature. For example, if channel 6 was being calibrated in boiling water and the temperature units are Fahrenheit, the command string would be:

```
<STX>S01F2 6 212<CR>
```

If any other channels were also being calibrated, this command string would be repeated for each one. To complete the dual point calibration, the command to calculate a new field calibration (F3) would be sent for each channel being calibrated.

The F3 command will send an <ACK> if the calibration was successful. A <NAK> will be sent if the F1 command was not previously sent or if the channel is open, over, under, or not being scanned.

Sending an incorrect reference temperature for the F1 or F2 command may cause the channel to read incorrectly or display OVER or UNDER. To correct the erroneous calibration, first send the F4 command to clear the bad calibration data before attempting another calibration.

To achieve the best results with a dual point field calibration, use reference temperatures that are near your lower and upper operating range.