



Universidad de Chile
Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas
Departamento de Ingeniería Mecánica

**ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y CALORIMÉTRICO DE
UNA ALEACIÓN SUPERELÁSTICA Cu-11.8 %p.Al-0.5 %p.Be
DEFORMADA A DISTINTAS TEMPERATURAS.**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

PABLO ROBERTO GODOY LÓPEZ

PROFESOR GUÍA:
SR. AQUILES SEPÚLVEDA

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
SR. ALEJANDRO ZUÑIGA
SR. RODRIGO PALMA

SANTIAGO DE CHILE
JUNIO 2010

RESUMEN DE LA MEMORIA
PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL MECÁNICO
POR: PABLO GODOY LÓPEZ
FECHA: JUNIO 2010
PROF. GUÍA: Sr. AQUILES SEPÚLVEDA

Estudio Microestructural Y Calorimétrico de una aleación superelástica
Cu-11.8 %p.Al-0.5 %p.Be deformada a distintas temperaturas.

Existe una familia de aleaciones que presentan un comportamiento llamado Memoria de Forma, las cuales después de una deformación plástica, recuperan su forma original. La recuperación se da tras un tratamiento térmico calentando el material produciéndose el Efecto de memoria de forma o EMF o al retirar la carga que produce la deformación al material dentro de un rango de temperatura, fenómeno llamado generalmente súper elasticidad o SE. Ambos tipos de recuperación de la forma tienen origen en la Transformación Martensítica, un cambio de fase que ocurre por efectos de la temperatura o la deformación. La aleación Cu-11,8 %p. Al-0,5 %p. Be presenta el comportamiento de memoria de forma mencionado anteriormente, es por esto que el estudio de esta aleación es interesante debido al amplio campo probable de aplicaciones. El objetivo de esta memoria es estudiar el efecto de distintos niveles de deformación impuesta por compresión a distintas temperaturas, en el rango superelástico y post-superelástico, y de tratamiento térmicos postdeformación, sobre la microestructura de una aleación superelástica Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be. Así, se realizaron ensayos de compresión hasta diferentes valores de deformación (10 valores diferentes) a distintas temperaturas (5, 20, y 50°C) y aplicaron tratamientos térmicos a algunas de las probetas deformadas, para evaluar la recuperación en longitud por estos tratamientos. Se analizó por DSC probetas altamente deformadas (15 %), para avanzar en el estudio e interpretación de peaks de transformación encontrados fuera de las zonas típicas en recientes ensayos de tracción de alta deformación. Además se analizó por microscopia óptica probetas altamente deformadas (12 %), y se determinó la fracción y comportamiento de fases en función de la temperatura del ensayo de compresión. Finalmente se realizó un análisis fractográfico utilizando un microscopio óptico estereoscópico. Una vez realizados los ensayos y análisis, se logró concluir una dependencia de la temperatura del ensayo de compresión en el comportamiento mecánico y microestructural. Se determinó que el nivel de deformación post-descarga es mayor en los casos que la temperatura del ensayo es menor. Asimismo la concentración de martensita retenida, tiende a aumentar con el aumento de la temperatura del ensayo, debido al aumento de la concentración de dislocaciones a menores temperaturas de deformación. Se determinó que para grandes deformaciones la acumulación de dislocaciones produce que la energía necesaria para lograr la transformación de martensita a austenita aumente considerablemente, además de impedir la transformación de ambas fases a las temperaturas típicas de transformación.

Le agradezco a Dios por haberme dado la oportunidad de estudiar en la mejor Universidad de este país, por haber puesto en mi vida a las personas que me inspiraron y motivaron he hicieron posible el término de este proceso y el comienzo de uno nuevo; mi abuelo, mis padres, mi esposa he hija, mi hermana, mis amigos, mi tía y mi comunidad.

Agradezco también a mis profesores, en especial a mi profesor guía, por su preocupación y paciencia, a mis compañeros, los cuales me acompañaron en muchas de las noches de trabajo.

Finalmente, le agradezco a mi hija e esposa sólo por el hecho de existir en mi vida.....

Índice general

1. Introducción	1
1.1. Introducción	1
1.2. Objetivos	2
1.2.1. Objetivo General	2
1.2.2. Objetivos Específicos	2
2. Antecedentes	3
2.1. Fundamentos Metalúrgicos Generales	3
2.1.1. Recocido	3
2.2. Transformación martensítica	7
2.2.1. Nivel microscópico	7
2.2.2. Nivel macroscópico	9
2.3. Martensita inducida por tensión: superelasticidad.	11
2.4. Comportamiento Mecánico de Aleaciones SMA sometidas a distintos niveles de Esfuerzo.	13
2.5. Efecto de la velocidad de deformación en aleaciones superelásticas	14
2.6. Propiedades microestructurales de algunas aleaciones de Cu	16
2.7. Estructura Cristalina	17

2.7.1.	Estructura Austenita	19
2.7.2.	Estructura Martensita	20
2.8.	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	21
2.8.1.	Curvas DSC	22
2.8.2.	Fracción Martensita-Austenita usando DSC	24
2.9.	Ensayo de Compresión	25
2.9.1.	Probetas para Compresión de Metales	25
3.	Metodología	27
3.1.	Metodología	27
3.1.1.	Material	27
3.1.2.	Obtención de las Probetas	27
3.1.3.	Verificación de material	27
3.1.4.	Variables en los ensayos de Compresión	27
3.1.5.	Tipos de ensayos	27
3.2.	Metodología Específica	28
3.2.1.	Puesta a Punto del Instrumental:	28
3.2.2.	Verificación de Material	28
3.2.3.	Elaboración de Probetas:	28
3.2.4.	Ensayos de Compresión	28
3.2.5.	Análisis DSC:	28
3.2.6.	Tratamiento Térmico:	28
3.2.7.	Microscopía:	28

3.2.8. Estudio de Resultados:	28
4. Procedimiento Experimental	29
4.1. Etapa 1: Puesta a Punto de La Máquina Instron	29
4.1.1. Verificación de Punzones	29
4.1.2. Verificación y Calibración de la Celda de Carga	29
4.1.3. Verificación y Calibración del Extensómetro	29
4.2. Etapa 2: Diseño, Fabricación y Montaje del Sistema de Control de Temperatura . .	30
4.2.1. Diseño de la Caja Térmica	30
4.2.2. Diseño Sistema de Calentamiento	31
4.2.3. Diseño Sistema de Enfriamiento	33
4.3. Etapa 3: Verificación del Material	34
4.4. Etapa 4: Fabricación y Preparación de las Probetas	35
4.5. Etapa 5: Ensayos de Compresión	35
4.6. Etapa 6: Análisis Comportamiento Mecánico	38
4.6.1. Determinación del Límite Superelástico (LSE)	38
4.6.2. Mapeo del Nivel de Deformación Post-Descarga para cada Temperatura . .	39
4.7. Etapa 7: Obtención de Muestras	39
4.8. Etapa 8: Tratamiento Térmico y Nivel de Recuperación	39
4.9. Etapa 9: Microscopía Óptica y Microestructura	40
4.9.1. Fracción de Volumen de Martensita Retenida	40
4.10. Etapa 10: Análisis DSC y Microestructura	40
4.10.1. Preparación de Muestras para DSC	41

4.10.2. Ciclos Térmicos del Análisis DSC	41
4.10.3. Tratamiento de Datos	42
4.11. Etapa 11: Análisis Microscopía Estereoscópica y Fractografía	44
5. Resultados y Discusión	45
5.1. Resultados de Verificación de Material	45
5.1.1. Resultados de Tamaños de Grano	45
5.1.2. Resultados Microdureza de Vickers	47
5.2. Resultados Ensayos de Compresión y Comportamiento Mecánico	48
5.2.1. Ensayos de Compresión	48
5.2.2. Análisis del Nivel de Recuperación	52
5.2.3. Cálculo Límite Superelástico	54
5.3. Resultados Microscopía Óptica	59
5.3.1. Análisis	60
5.4. Resultados Recuperación de Forma por Tratamiento Térmico	60
5.4.1. Análisis	61
5.5. Resultados DSC	62
5.5.1. DSC para 5°C	62
5.5.2. DSC para 20°C	63
5.5.3. DSC para 50°C	63
5.5.4. Energías Intercambiadas y Temperaturas de Transformación	64
5.5.5. Análisis	66
5.6. Resultados Fractografía	78

5.6.1. Análisis	79
6. Conclusiones	84
A. Caja Térmica	87
B. Circuito del Sistema de Calentamiento	97
Bibliografía	99

Capítulo 1

Introducción

1.1. Introducción

Existe una familia de aleaciones que presentan un comportamiento llamado Memoria de Forma, las cuales después de una deformación plástica, recuperan su forma original. La recuperación se da tras un tratamiento térmico calentando el material produciéndose el Efecto de memoria de forma o EMF o al retirar la carga que produce la deformación al material dentro de un rango de temperatura, fenómeno llamado generalmente súper elasticidad o SE. Ambos tipos de recuperación de la forma tienen origen en la Transformación Martensítica, un cambio de fase que ocurre por efectos de la temperatura o la deformación.

La aleación Cu-11,8 %p. Al-0,5 %p. Be presenta el comportamiento de memoria de forma mencionado anteriormente, es por esto que el estudio de esta aleación es interesante debido al amplio campo probable de aplicaciones.

Para este tipo de aleaciones se han realizado una gran cantidad de estudios que caracterizan al material. Dentro de estos estudios se encuentran los comportamientos mecánicos y las microestructuras en los rangos sub-súper elástico y post-súper elásticos. Generalmente estos estudios utilizan ensayos de tracción ya sean monotónicos o cíclicos para determinar el comportamiento bajo estas determinadas circunstancias.

Así, se analizará el comportamiento mecánico de la aleación antes mencionada, sometida a deformaciones por compresión a distintas temperaturas. Se realizarán análisis fractográficos mediante microscopía óptica estereoscópica para estudiar el comportamiento en la rotura para distintas temperaturas. Además se estudiará por técnicas de calorimetría el comportamiento de las probetas deformadas. También se analizará la microestructura de las probetas ensayadas mecánicamente,

a través de microscopía óptica observando las estructuras de la martensita retenida, de la interfaz austenita/martensita.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo General

- Estudiar el efecto de distintos niveles de deformación impuesta por compresión a distintas temperatura, en el rango superelástico y post-superelástico, y de tratamiento térmicos postdeformación, sobre el comportamiento mecánico y la microestructura de una aleación superelástica Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be.

1.2.2. Objetivos Específicos

1. Poner a punto el equipo de compresión en la máquina Instron, dotado de un sistema de control de temperatura (5, 20 y 50°C).
2. Realizar ensayos de compresión hasta diferentes valores de deformación (10 valores diferentes) para determinar esfuerzos de transformación σ_T , límites superelásticos LSE, límites post-superelásticos LPSE y límites de fractura LF, para las temperaturas citadas.
3. Aplicar tratamientos térmicos, a algunas de las probetas deformadas, para evaluar la recuperación en longitud en función de la temperatura del ensayo de compresión.
4. Analizar por DSC probetas altamente deformadas (15%), para avanzar en el estudio e interpretación de máximos encontrados fuera de las zonas típicas, en recientes ensayos de tracción de alta deformación.
5. Analizar por microscopia óptica probetas altamente deformadas (12%), para determinar la fracción y comportamiento de fases en función de la temperatura del ensayo de compresión.
6. Para una deformación correspondiente a la fractura por compresión del material y para las tres temperaturas de compresión consideradas, estudiar y analizar las caras fracturadas del material mediante microscopía óptica estereoscópica.
7. Validar ensayos de compresión para este tipo de estudios, por su economía, tanto de recursos de ensaye y análisis como de material de ensaye.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Fundamentos Metalúrgicos Generales

2.1.1. Recocido

Tratamiento Térmico: Recocido

El Recocido [15] se define como un Tratamiento Térmico en el cual la probeta se calienta desde una temperatura T_1 hasta una temperatura T_2 , donde $T_1 < T_2$, por un tiempo determinado. En general, este proceso se realiza luego de que el material ha sido sometido a deformación en frío (por ejemplo un laminado o trefilado).

Dependiendo de la deformación previa impuesta, lo que controla la densidad de dislocaciones presente, en el proceso de Recocido se pueden manifestar tres transformaciones: - Recuperación - Recristalización - Crecimiento de Grano En todos los casos, la fuerza motriz se relaciona con la disminución de los efectos metaestables en el material inicial.

- Recuperación

Este proceso se debe a la cancelación de distintos signos y al reordenamiento de las dislocaciones remanentes en subgranos o límites de celdas. En algunos casos este proceso se produce incluso durante la deformación plástica en caliente del material, lo que se conoce con el nombre de Recuperación Dinámica. En este periodo, las propiedades físicas y mecánicas afectadas por el trabajo en frío previo se recuperan. Esta recuperación decrece con el tiempo, en un principio es alta, sin embargo, a medida que el tiempo avanza, la fuerza impulsora que desencadena la reacción disminuye.

- Recristalización

Este proceso se define como la Nucleación y Crecimiento de granos nuevos (recristalizados) esencialmente libres de deformación (dislocaciones) a expensas de otros muy deformados debido a la deformación plástica. Una característica importante de este proceso es la Nucleación y Crecimiento. A diferencia de la Recuperación, este proceso comienza en forma lenta hasta llegar a una velocidad de reacción máxima, después de la cual decae.

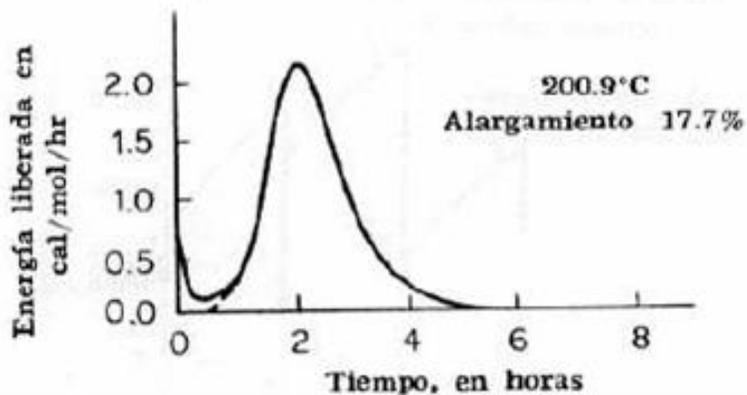


Figura 2.1: Recuperación y Recristalización ocurrido secuencialmente en un material deformado previamente en frío en forma severa [15]

En la figura 2.1, se muestra el comportamiento de la Energía liberada en función del tiempo en un proceso isotérmico. En este comportamiento, se puede diferenciar los fenómenos de Recuperación y el de Recristalización. El primero se caracteriza por un decaimiento en la liberación de energía (pendiente negativa), y el segundo por una gran liberación de energía, luego de un comienzo lento.

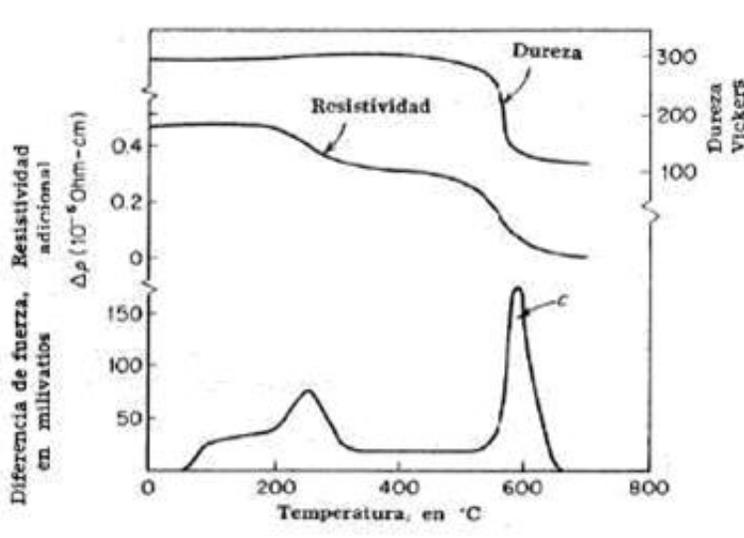


Figura 2.2: Recuperación [15]

En la figura 2.2 se muestra la variación en la diferencia de Fuerza, Resistividad y Dureza con respecto a la Temperatura, y la Recuperación de las Propiedades Mecánicas con el Tratamiento Térmico de Recocido. El punto \dot{c} indica el comienzo de la Recristalización. Por otro lado, la dureza se recupera antes del comienzo de la Recristalización y la Resistividad se recupera en forma simultánea con el inicio de la Recristalización.

La Recristalización es promovida con el aumento del trabajo en frío, pero el Tamaño de Grano Recristalizado se define como el tamaño de grano presente en la aleación en el momento que finaliza el proceso de Recristalización. Este tamaño decrece a medida que aumenta la deformación, pero es necesaria una deformación mínima para que se produzca la Recristalización, mas conocida como cantidad crítica de trabajo en frío.

- Crecimiento de grano

Una vez que el metal se encuentra completamente Recristalizado se entiende que la fuerza impulsora para el crecimiento de grano se almacena en la energía de superficie de los límites de grano. Como el crecimiento de grano produce una disminución de energía de superficie, la energía impulsora disminuye durante el proceso.

Ley de crecimiento de grano

El término "Tamaño de Grano" se refiere al promedio del diámetro de grano de un grupo de granos de un cristal. Para medirlo existen diversos métodos, como "La Línea Interceptada", el cual se consideró para determinar el tamaño de grano obtenido del tratamiento térmico en cuestión. La ley de crecimiento de tamaño de grano se define como:

$$D^n - D_o^n = K * t \quad (2.1)$$

Donde D es el tamaño de grano promedio, D_o es el tamaño de grano inicial (finalizada la Recristalización), t el tiempo y K es una constante a una temperatura dada. El exponente n depende del mecanismo de difusión involucrado en el crecimiento y para materiales monofásicos usualmente se tiene $n = 2$. En la figura 2.3 se muestra el gráfico de la ecuación de la ley de crecimiento. En dicha Figura se observa cómo al disminuir la energía de superficie disminuye la energía que activa el proceso, hasta un máximo dado, en el caso de alambres, cuando el tamaño de grano se acerca al orden de magnitud del diámetro del alambre.

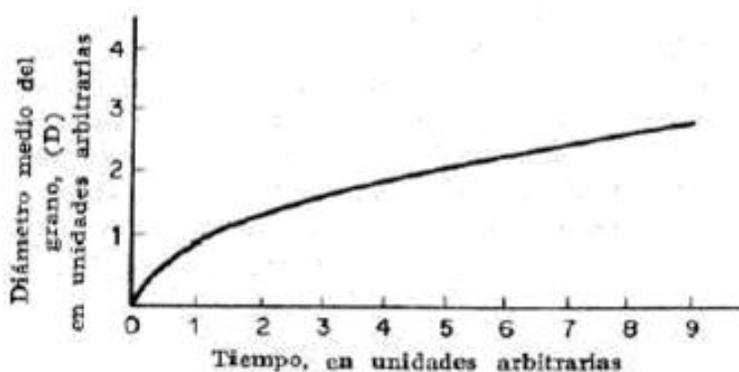


Figura 2.3: Representación gráfica de la Ley de Crecimiento de Grano[15]

Crecimiento del Tamaño de Grano en aleaciones base Cobre

La importancia del crecimiento del Tamaño de Grano radica en la dependencia de las propiedades, en particular de las Mecánicas. En aplicaciones de materiales estructurales a bajas temperaturas, generalmente se prefiere un tamaño de grano fino para optimizar la Resistencia y la Tenacidad. Sin embargo, se requiere un tamaño de grano Grueso para mejorar la resistencia al creep a alta temperatura. Las Aleaciones Austeníticas, con Memoria de Forma basadas en Cu, son conocidas por su crecimiento de tamaño de grano excesivo cuando son tratadas térmicamente a temperaturas correspondientes a la región monofásica de la fase . Es deseable un refinamiento del Tamaño de Grano como requerimiento de las propiedades mecánicas y esto puede lograrse por la adición de elementos adecuados de refinación y por la aplicación de tratamientos termomecánicos adecuados.

El Tamaño de Grano produce cambios en las temperaturas de transformación y en la transformación martensítica inducida por esfuerzo. Lo ideal es evitar tamaños de grano gruesos, esto dado que decrece la uniformidad y reproducibilidad de las propiedades, además pueden producir fragilidad pseudo-elástica debido a los altos esfuerzos de compactibilización entre los granos vecinos, lo

cual lleva a fracturas intergranulares y a la disminución de la resistencia a la corrosión bajo tensión.

2.2. Transformación martensítica

La transformación martensítica [4] es una transformación de fase de primer orden sin difusión en el estado sólido. La nueva fase, denominada martensita, se forma por procesos de nucleación y crecimiento. Una condición necesaria para que la transformación martensítica tenga lugar es que aumente la estabilidad termodinámica. Para dar un acercamiento y mejor entendimiento a esta transformación se analizarán dos visiones: microscópica y macroscópica.

2.2.1. Nivel microscópico

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

Transformaciones por difusión son aquellos en las que solo se puede formar una nueva fase moviendo átomos aleatoriamente a distancias relativamente grande. Se requiere un amplio rango de difusión porque la nueva fase es de diferente composición química que la matriz de la forma. Dado que se requiere una migración atómica, la evolución de este tipo de transformación y la temperatura. Transformaciones por desplazamiento (transformación martensítica) son aquellas en no se requiere un amplio rango de movimientos y en este caso los átomos se reordenan para llegar a una nueva estructura cristalina mas estable pero sin cambiar la naturaleza química de la matriz. Dado que no es necesaria una migración atómica, estas transformaciones por desplazamiento generalmente son independientes del tiempo y del movimiento de la interfase entre las dos fases es muy rápido, estando limitado por la velocidad del sonido. Se suelen llamar transformaciones atérmicas, dado que la cantidad de nueva fase creada depende solo de la temperatura y no de la cantidad de tiempo a esta temperatura. Las transformaciones martensíticas son generalmente del tipo por desplazamiento, Son independiente de la difusión, que se produce de modo instantáneo y manteniendo una relación entre la fase austenita y la martensítica. Desde el punto de vista cristalográfico la transformación de austenita a martensita se puede explicar en dos partes: deformación de la red cristalina y cizalladura invariante de la red. Se esquematiza en la figura 2.4 la estructura austenita en el diagrama (a) y la progresión hacia una estructura totalmente martensítica se produce de (b) a (d). La segunda parte de la transformación martensítica cizalladura invariante de la red, es un paso de acomodación: la estructura martensítica producida por el paso anterior es de diferente forma, y frecuentemente volumen y forma.

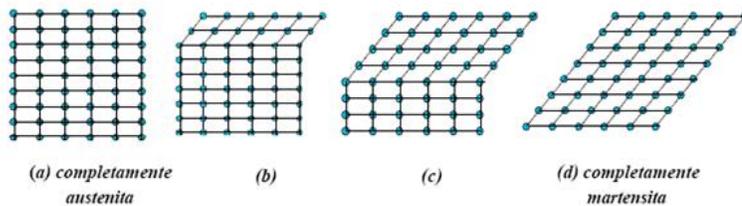


Figura 2.4: Se muestra esquemáticamente en dos dimensiones, transformación de austenita a martensita. (a) siendo completamente austenita, (d) completamente martensita. En (c) a medida que la interfase avanza, cada capa de átomos se desplaza solo una pequeña distancia.

Tanto la forma de la nueva fase, como la austenita circundante, deben ser alteradas para acomodarse a una nueva estructura. Hay dos mecanismos generales por los cuales esto puede pasar: por deslizamiento o por Maclado. En ambos casos, cada celda individual, o paralelogramo, tiene la nueva estructura martensítica pero la forma en conjunto es la de la austenita original. El deslizamiento es un proceso permanente y es un mecanismo común en la mayoría de las martensitas. El maclado es incapaz de acomodar cambios de volumen pero puede acomodar cambios de forma en un modo reversible. Para que la memoria de forma ocurra de un modo significativo, se requiere que la acomodación sea completamente reversible. Solo se requieren dos dimensiones de cizalladura (o variantes) para restaurar la forma completa original de la matriz. En tres dimensiones es más complicada y se pueden requerir cuatro variantes martensíticas. La transformación martensítica se efectúa mediante un proceso de cizalladura que forma placas monocristales coherentes con la fase originaria.

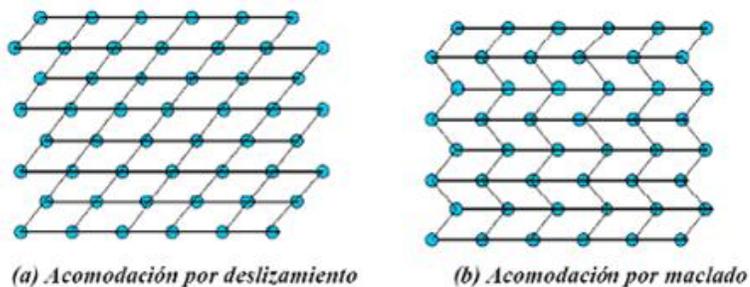


Figura 2.5: Los dos mecanismos de acomodación a la forma del cambio debido al cortante atómico de la transformación Martensítica. En deslizamiento (izquierda), la microestructura es dañada irreversiblemente. En el caso de maclado (derecha) la acomodación es reversible, pero no se pueden alcanzar cambios de volumen sustanciales [4].

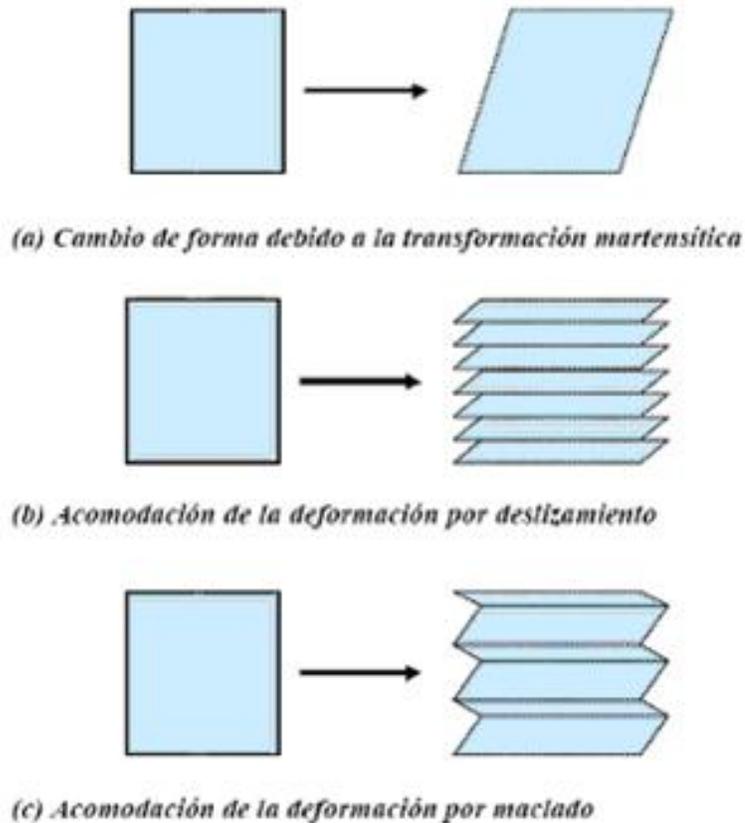


Figura 2.6: Forma gráfica de representación de los mecanismos de acomodación.

Aunque existe un desplazamiento de la red original a lo largo de las placas de martensita, este se produce sin discontinuidad en la intercara que separan las dos estructuras. Esto significa que la superficie de separación entre la 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 aplanado de acomodo existiendo. Pues diversas posibilidades de orientación de la martensita que se corresponde con las diferentes orientaciones de los planos de acomodo de las direcciones de cizalladura.

2.2.2. 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 2.7 se refieren a las temperaturas a la cual la transformación martensítica comienza y acaba, y la temperatura a la cual la transformación austenítica empieza y termina. No existe una determinada temperatura sino un rango de temperaturas. Existen muchas propiedades de las SMA que varían con la transformación martensítica, pero una de las que cambia de modo mas significativo es el límite elástico. La estructura martensítica puede deformarse moviendo fronteras de maclado, que son bastante móviles. Por ello el límite elástico es mucho mas bajo que el de la austenita que debe formarse por generación de dislocaciones y movimiento. Solo una cierta cantidad de deformación martensítica puede ser acomodada por este proceso de movimiento de maclado y, una vez excedido el material se deformara de nuevo elásticamente y, eventualmente, cederá por segunda vez de modo irreversible (movimiento de dislocación).

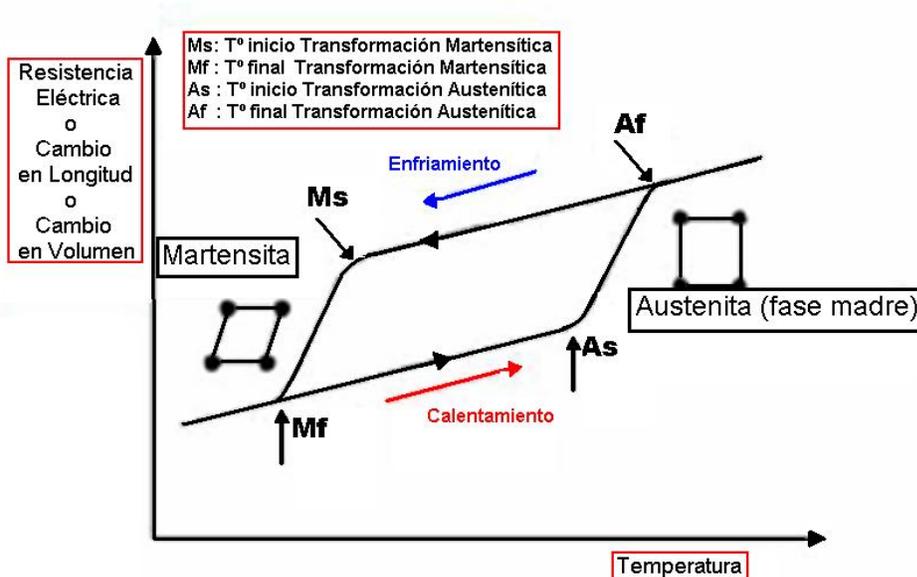


Figura 2.7: Representación hipotética de los cambios en las propiedades Vs. Temperatura en la transformación Martensítica de una aleación con memoria de forma. La fase madre (austenita) se representa por un retículo cuadrado, y la martensita por uno romboidal, se marcan en las temperaturas características.

Donde:

- M_s = Temperatura de comienzo de la Transformación Martensítica.
- M_f = Temperatura de termino de la Transformación Martensítica.
- A_s = Temperatura de comienzo de la Transformación Austenítica.
- A_f = Temperatura de termino de la Transformación Austenítica.

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

2.3. Martensita inducida por tensión: superelasticidad.

Cuando se habla de memoria de forma independiente de la temperatura, estamos hablando de superelasticidad. La formación de martensita es un proceso termoelástico lo que quiere decir que un descenso incremental de la temperatura entre M_s y M_f produce un ligero crecimiento de las láminas de martensita existentes y la nucleación de algunas nuevas. Pero, cuando la temperatura asciende incrementalmente, las nuevas láminas nucleadas desaparecen y aquellas que crecieron ligeramente en el enfriamiento, se reducen un poco. Dicho de otra forma, hay una equivalencia entre temperatura y la tensión: un decrecimiento en la temperatura es equivalente a un crecimiento de la tensión, ambas estabilizando la martensita. La martensita es también cristalográficamente reversible, lo cual significa que la reversión de una lámina en el calentamiento es justo la inversa del proceso de formación: la lámina sufre un cortante regresivo y luego desaparece.

Normalmente, en el enfriamiento, la martensita puede formarse en M_s bajo ninguna tensión. Pero en el mismo material, la martensita puede formarse por encima de M_s si se le aplica una tensión, y la martensita así formada se le llama martensita inducida por tensión (SIM). La fuerza impulsora para la transformación es ahora mecánica, y opuesta a la térmica. Por encima de M_s , la tensión requerida para producir SIM se eleva al incrementar la temperatura, de hecho, la variación en la tensión necesaria para producir SIM incrementa linealmente con la temperatura por encima de M_s y si se extrapola la tensión, ésta disminuirá hasta cero para el valor M_s . La variación lineal de la tensión para inducir martensita en función de la temperatura, obedece la ecuación de Clausius-Clapeyron, expresada usualmente como en la ecuación:

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H}{\Delta V} \quad (2.2)$$

Donde P es la presión. T la temperatura, H es el calor latente de transformación y V el cambio

de volumen en la transformación quedando la ecuación:

$$\frac{d\sigma}{dM_s} = -\frac{\Delta H}{\epsilon_o} \quad (2.3)$$

Donde σ es la tensión aplicada y ϵ_o la deformación de transformación a lo largo de la tensión aplicada. El incremento de la dificultad para inducir martensita por tensión continúa aumentando con la temperatura hasta M_d , por encima de la cual la tensión crítica para inducir martensita es mayor que la necesaria para mover dislocaciones. Esto hace que M_d sea la temperatura más alta a la cual es posible obtener martensita. Por ello el rango de temperaturas para SIM es desde M_s hasta M_d . Si se representan esta relación en un gráfico tensión-temperatura (figura 2.8) 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.

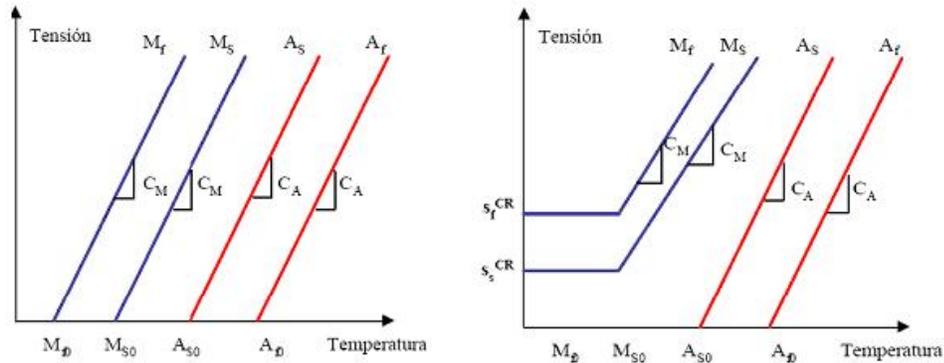
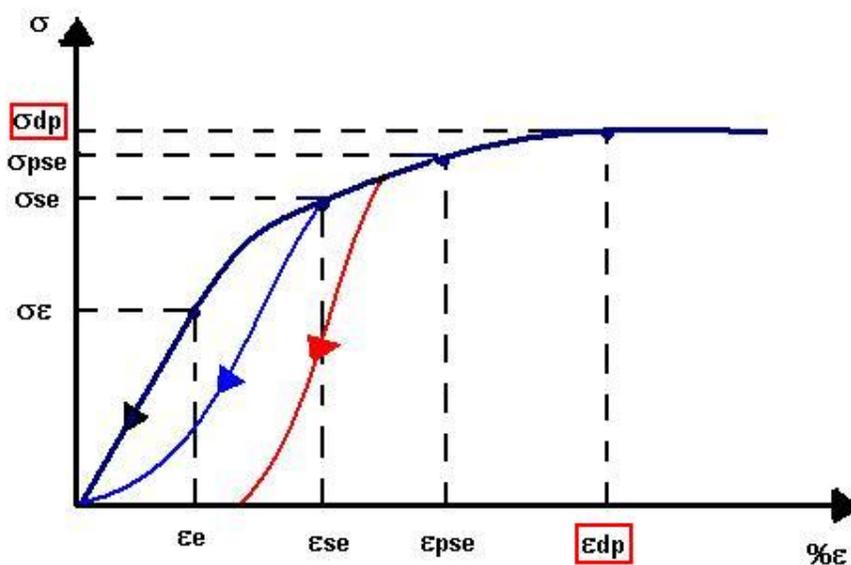


Figura 2.8: Diferentes consideraciones para el diagrama crítico tensión-temperatura para la variación de las temperaturas de transformación con la tensión.

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

2.4. Comportamiento Mecánico de Aleaciones SMA sometidas a distintos niveles de Esfuerzo.

En general e independientemente de la temperatura las SMA presentan un comportamiento común [18]. Como en la mayoría de los metales existe un rango de esfuerzo/deformación en el cual el material tiene un comportamiento elástico siguiendo la ley de Hooke. Al incrementar el esfuerzo el material entra en el rango llamado superelástico. En este rango se pueden alcanzar deformaciones de entre 3-8% dependiendo de la aleación. Al retirar la carga del material (en el rango superelástico) este tiene la capacidad de volver a su forma original, pero sin seguir la ley de Hooke. El comportamiento en este rango sigue ciclos de histéresis los cuales dependen del esfuerzo al cual fue sometido el material. Para esfuerzos mayores se entra en el rango post-superelástico, para el cual el material no recupera la totalidad de su forma original al retirar la carga. En este rango también existen ciclos de histéresis dependientes de la carga. Finalmente para esfuerzos excesivos, se entra en el rango en el cual existe deformación plástica permanente. Esquemáticamente se puede observar el comportamiento mecánico de una SMA en la siguiente figura (figura 2.19):



$\epsilon < \epsilon_e$: Rango Elástico

$\epsilon_e < \epsilon < \epsilon_{se}$: Rango Superelástico

$\epsilon_{se} < \epsilon < \epsilon_{pse}$: Rango Post-Superelástico

$\epsilon > \epsilon_{pse}$: Rango Deformación Plástica Permanente

Figura 2.9: Comportamiento mecánico de una SMA para distintos rangos de esfuerzo /deformación.

Para esfuerzos mayores al rango superelástico existe un cierto grado de deformación que no se recupera al retirar la carga. Esto se debe a que en este rango existe una cierta cantidad de martensita que no se retransforma en austenita al retirar la carga. Esta martensita se conoce como martensita retenida. Sin embargo, y dependiendo de la carga, es posible transformar la martensita retenida en austenita mediante un tratamiento térmico. Si existe deformación plástica como tal, esta no se puede recuperar mediante tratamiento térmico. Este comportamiento se esquematiza en la siguiente figura (figura 2.10):

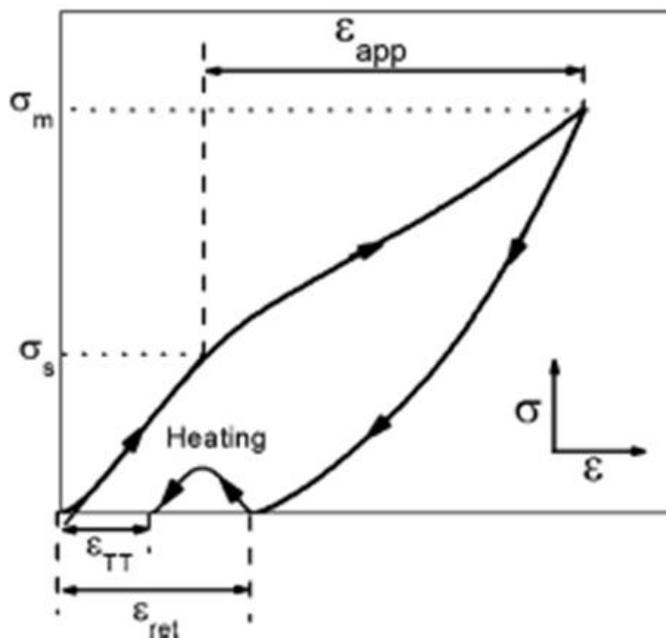


Figura 2.10: Comportamiento mecánico de una SMA para rangos de esfuerzo mayores al superelástico, donde se observa el comportamiento al aplicar un tratamiento térmico.

2.5. 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.

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.

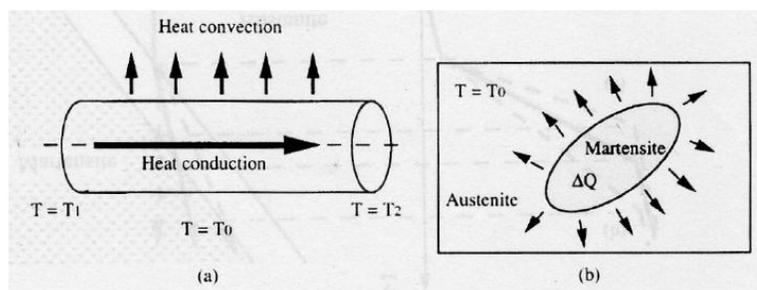


Figura 2.11: Diferentes origen para las heterogeneidades observadas en aleación con memoria de forma. (a)

Heterogeneidades extrínsecas generadas por condiciones de borde térmicas y factores geométricos. (b)

Heterogeneidades intrínsecas originadas por el calor latente de las transformaciones.

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 la particularidades de la geometría de la figura 2.11. Heterogeneidades intrínsecas están directamente relacionadas con las características de la transformación martensítica, grandes producciones de calor está asociada a la transformación desde austenita a martensita así como también a un efecto endotérmico equivalente está asociado con la transformación inversa 2.11. 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 2.12, 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.

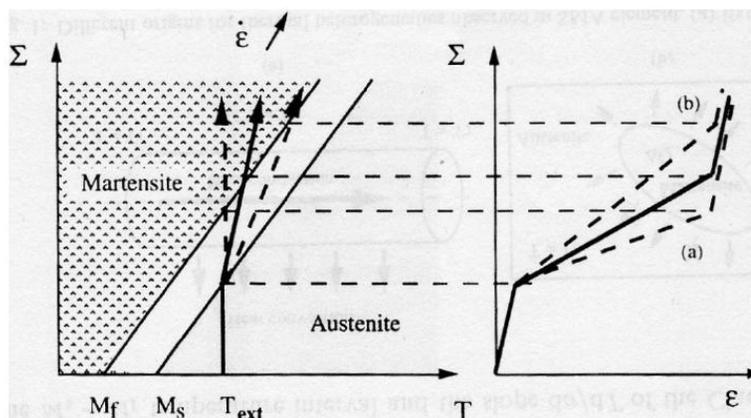


Figura 2.12: El efecto exotérmico de la transformación martensítica en aleaciones con memoria de forma durante la carga a temperatura T_{ext} , incrementa la temperatura del material y por lo tanto se requiere un esfuerzo mayor para finalizar la transformación. Las curvas esfuerzo-deformación en condiciones (a) isotérmica y (b) adiabática son los límites mínimos y máximos para la curva real.

2.6. Propiedades microestructurales de algunas aleaciones de Cu

En el estudio desarrollado por Montecinos [18], 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 una relación tipo Hall-Petch. 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.

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[11] y Marivil[10]. 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 μm de diámetro y con los tamaños de granos considerados en estos dos estudios (entre 80 y 260 μm), 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.

2.7. 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 mas pequeño ó bien cuando contiene únicamente puntos en cada vértice de la celda, ó un solo punto equivalente, tomando en cuenta que cada punto se comparte entre 8 celdas vecinas. Por lo tanto una red unitaria puede ser primitiva pero no todas las celdas son primitivas.
- **Vectores base primitivos:** Los vectores base primitivos definen a la celda unitaria primitiva, los parámetros de la celda unitaria lo constituyen tanto la magnitud de los vectores como los ángulos interfaciales α , β y γ entre vectores.

El número de redes espaciales posibles no es infinito, puesto que su geometría debe ser capaz de llenar todo el espacio sin dejar huecos. En tres dimensiones, se puede demostrar que solo ex-

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 2.13 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.

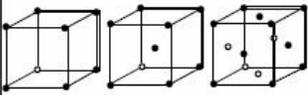
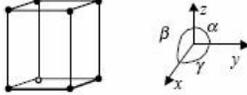
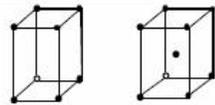
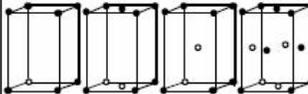
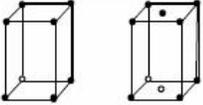
Sistema	Redes	Malla	Redes de Bravais
Cúbico	Simple Centrado en cuerpo Centrado en caras	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Trigonal	Romboédrico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	
Hexagonal	Simple	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	
Tetragonal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

Figura 2.13: Celdas Unitarias correspondientes a 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 a 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.

$$H \times K \times l = N \quad (2.4)$$

$$\frac{N}{H} = h; \frac{N}{K} = k; \frac{N}{L} = l \quad (2.5)$$

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

2.7.1. Estructura Austenita

La austenita presenta una estructura DO3 a temperatura ambiente [2] (ver figura 2.14).

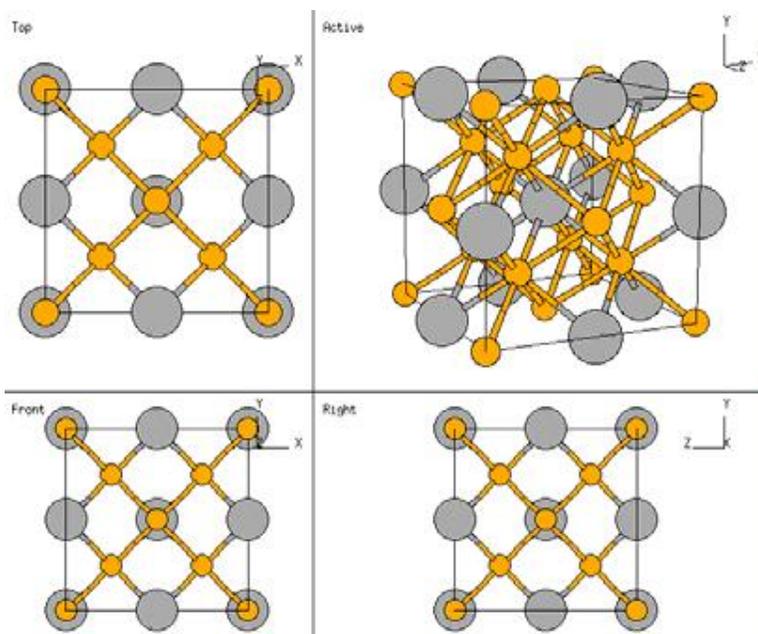


Figura 2.14: Estructura cristalina DO3.

El caso particular del CuAlBe se observa en la figura 2.15:

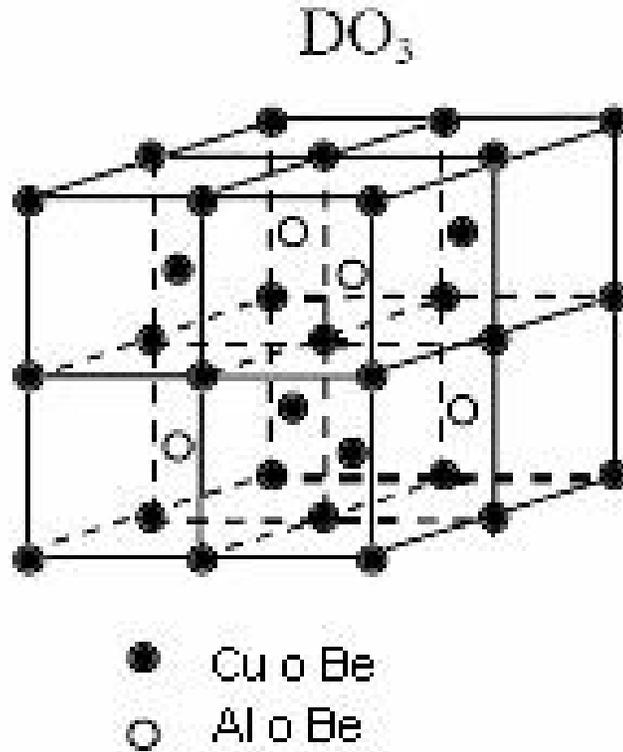


Figura 2.15: Estructura DO_3 para aleaciones CuAlBe.

2.7.2. Estructura Martensita

En el caso de la martensita se ha determinado [10] que su estructura cristalina es de menor orden que la austenita, con un arreglo denominado 18R el cual posee variantes.

La figura 2.16, muestra las diferentes configuraciones de los arreglos 18R:

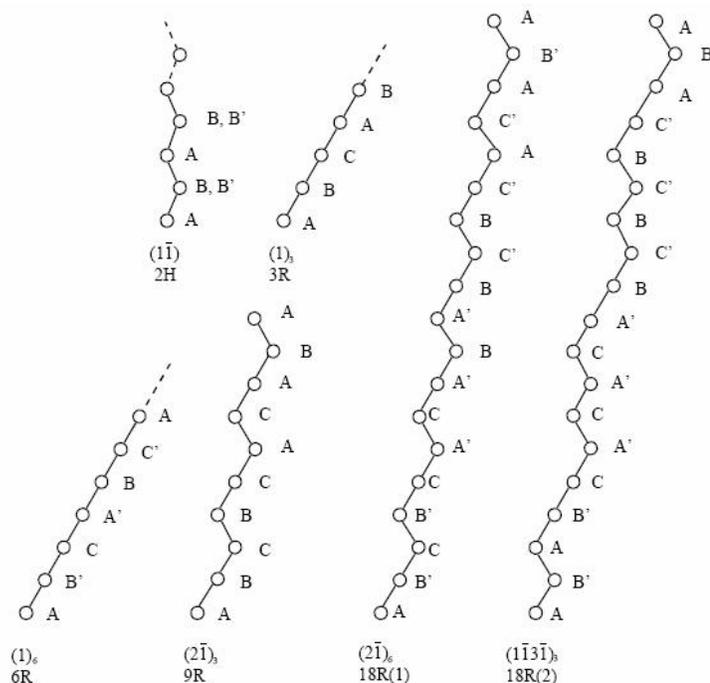


Figura 2.16: Configuraciones de los arreglos 18R.

2.8. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La Calorimetría Diferencial de Barrido (del inglés: Differential Scanning Calorimetry o DSC) es una técnica termoanalítica [7], en la que la diferencia de calor entre una muestra y una referencia, es medida como una función de la temperatura. La muestra y la referencia son mantenidas aproximadamente a la misma temperatura a través de un experimento. Generalmente, el programa de temperatura para un análisis DSC es diseñado de tal modo que la temperatura del portador de muestra aumenta linealmente como función del tiempo. La muestra de referencia debería tener una capacidad calorífica bien definida en el intervalo de temperaturas en que vaya a tener lugar el barrido. El principio básico subyacente a esta técnica es que, cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transición de fase, se necesitará que fluya más (o menos) calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que fluya más o menos calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Por ejemplo, en tanto que una muestra sólida funde a líquida se requerirá que fluya más calor a la muestra para aumentar su temperatura a la misma velocidad que la de referencia. Esto se debe a la absorción de calor de la muestra en tanto ésta experimenta la transición de fase endotérmica desde sólido a líquido. Por el contrario, cuando la muestra experimenta procesos exotérmicos (tales como una cristalización) se requiere menos calor para alcanzar la temperatura de la muestra. Determi-

nando la diferencia de flujo calorífico entre la muestra y la referencia, los calorímetros DSC son capaces de medir la cantidad de calor absorbido o eliminado durante tales transiciones. La DSC puede ser utilizada también para determinar cambios de fase más sutiles tales como las transiciones vítreas. La DSC es utilizada ampliamente en la Industria como instrumento de control de calidad debido a su aplicabilidad en valorar la pureza de las muestras y para estudiar el curado de los polímeros.

Una técnica alternativa a la DSC es el análisis térmico diferencial (DTA). En esta técnica la magnitud constante no es la temperatura sino el flujo calorífico que se comunica a muestra y referencia. Cuando muestra y referencia son calentadas de modo idéntico, los cambios de fase y otros procesos térmicos producen una diferencia de temperatura entre muestra y referencia. Ambas DSC y DTA proporcionan, pues, información similar. No obstante, la DSC es más utilizada que la DTA.

2.8.1. Curvas DSC

El resultado de un experimento DSC es una curva de flujo calorífico versus temperatura o versus tiempo. Existen dos convenciones diferentes al representar los efectos térmicos: las reacciones exotérmicas que exhibe la muestra pueden ser mostradas como picos positivos o negativos dependiendo del tipo de tecnología o de instrumentación utilizadas en la realización del experimento. La siguiente figura muestra un gráfico para dos ciclos térmicos usando DSC (figura 2.17):

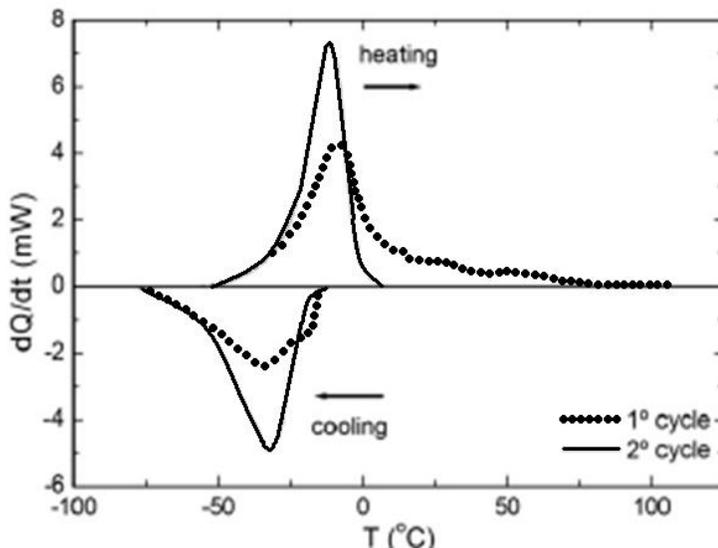


Figura 2.17: Curvas de potencia v/s temperatura para 2 ciclos térmicos por DSC.

Algunas de las características [17] de la curva calorimétrica son:

Línea Base: Es la curva obtenida con el instrumento sin muestras. Puede ser realizada con o sin el canastillo porta muestra, o con el mismo tipo de muestra en ambos canastillos. Para transformaciones irreversibles esta línea base puede ser obtenida repitiendo la medición calorimétrica sobre una muestra, ya que, suponiendo cambios irreversibles, es de esperar que tras el primer análisis la muestra haya experimentado todos los cambios.

Peak: Aparece cuando el estado estacionario es interrumpido por una producción o un consumo de calor en la muestra. En el presente trabajo los peaks endotérmicos son graficados hacia arriba y los exotérmicos son graficados hacia abajo.

En la figura 2.18 se aprecia un típico peak calorimétrico, donde ϕ_m corresponde a la potencia entregada, T_p la temperatura máxima del peak y T_i y T_f las temperaturas de comienzo y fin de la transformación.

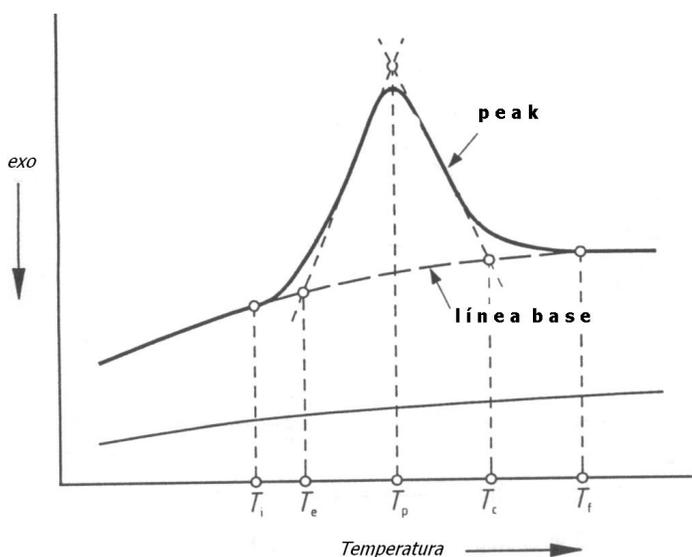


Figura 2.18: Partes de una curva calorimétrica.

Los efectos sobre o bajo una curva DSC pueden ser utilizados para calcular entalpías de transiciones. Este cálculo se realiza integrando el pico correspondiente a una transición dada. Así, la entalpía de la transición puede ser expresada por la siguiente ecuación:

$$\Delta H = K \cdot A \quad (2.6)$$

donde ΔH es la entalpía de la transición, K es la constante calorimétrica y A es el área bajo la curva. La constante calorimétrica variará de instrumento a instrumento, y puede ser determinada analizando una muestra bien caracterizada con entalpías de transición conocidas.

A fin de desarrollar análisis energéticos de las trazas calorimétricas que se obtienen del DSC, la escala de potencia por unidad de masa ([W/g]) que es obtenida se expresa en unidades de energía por mol de aleación y por unidad de temperatura ([J/(mol K)], lo que permite obtener un diferencial de calor específico ΔC_p [17], como se muestra:

$$\frac{P}{m} \left[\frac{W}{g} \right] \Rightarrow \frac{P}{m} \times \frac{P_m}{\phi} \left[\frac{(J/s)(g/mol)}{g(K/s)} \right] = \Delta C_p \left[\frac{J}{molK} \right] \quad (2.7)$$

donde:

- P = potencia emitida por el calorímetro [W/g]
- m = masa [g]
- P_m = peso molecular de la aleación [g/mol]
- ϕ = velocidad de calentamiento lineal del DSC [°C/s]

2.8.2. Fracción Martensita-Austenita usando DSC

La fracción de volumen inicial de martensita retenida puede ser estimada de la razón entre las áreas de transformación del primer ciclo y los ciclos subsiguientes de las curvas entregadas por el análisis DSC. El calor intercambiado en la transformación Q, proporcional al área bajo la curva de transformación, está relacionado al cambio aparente de la entropía:

$$\Delta S_{app} = \frac{Q}{T_o} \quad (2.8)$$

donde T_o es la temperatura de equilibrio entre dos fases.

Comparando el primer y los subsiguientes ciclos de enfriamiento, el más bajo valor de Q en el primer ciclo implica un más bajo valor de ΔS_{app} lo que puede ser asociado a una cantidad más baja de material transformado.

Así, en una curva calorimétrica, la fracción transformada hasta un tiempo t puede expresarse como el área hasta ese tiempo (Q_t), dividida por el área total bajo el peak (Q_f). Dado que en nuestro caso se realizarán 3 ciclos de enfriamiento y calentamiento, la fracción volumétrica de martensita puede ser estimada de la razón $Q(\text{ciclo 1})/Q(\text{ciclo 2})$ de los ciclos de enfriamiento.

2.9. Ensayo de Compresión

El ensayo de compresión es poco frecuente en los metales y consiste en aplicar a la probeta, en la dirección de su eje longitudinal, una carga estática que tiende a provocar un acortamiento de la misma y cuyo valor se irá incrementando hasta la rotura o suspensión del ensayo. El diagrama obtenido en un ensayo de compresión presenta para los aceros, al igual que el de tracción un periodo elástico y otro plástico. En los gráficos de metales sometidos a compresión, que indica la figura 2.19 siguiente obtenidas sobre probetas cilíndricas de una altura doble con respecto al diámetro [19], se verifica lo expuesto anteriormente, siendo además posible deducir que los materiales frágiles (fundición) rompen prácticamente sin deformarse, y los dúctiles, en estos materiales el ensayo carece de importancia, ya que se deforman continuamente hasta la suspensión de la aplicación de la carga, siendo posible determinar únicamente, a los efectos comparativos, la tensión al límite de proporcionalidad.

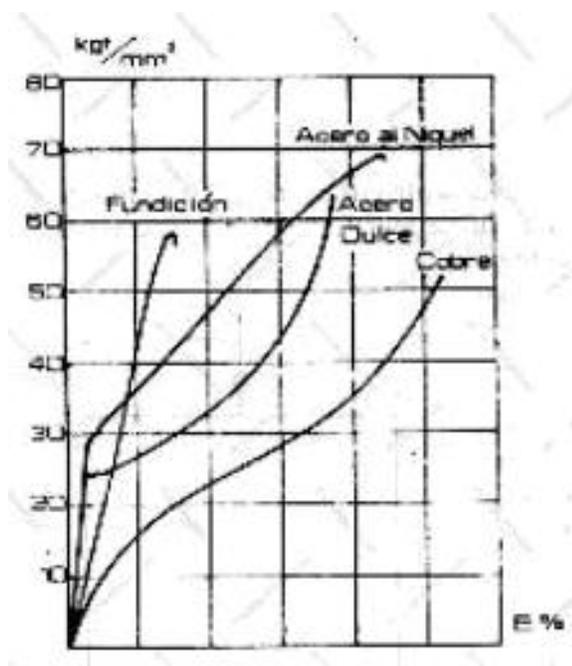


Figura 2.19: Gráficos de metales sometidos a compresión.

2.9.1. Probetas para Compresión de Metales

En los ensayos de compresión, la forma de la probeta tiene gran influencia, por lo que todos ellos son de dimensiones normalizadas. El espécimen es sencillamente un cilindro que tiene una relación de longitud a diámetro, $1.5D$, en el rango de 1 a 3. Sin embargo, a veces se utilizan de $1.5D$ hasta 10 cuando el objetivo principal es la determi-

nación precisa del módulo de elasticidad en compresión. El rozamiento con los platos de la máquina hace aparecer, un estado de tensión compuesta que aumenta la resistencia del material, la influencia de estas tensiones va disminuyendo hacia la sección media de la probeta, razón por la cual se obtiene mejores condiciones de compresión simple cuando están se presenta con forma prismáticas o cilíndricas de mayores alturas, las que se limitan, para evitar el efecto del flexionamiento lateral debido al pandeo. El escoger la longitud del material es de gran importancia. Puede ocurrir pandeo si la relación $1.5D$ es bastante grande. Si esto sucede, el resultado del ensayo carece de significado como medida del comportamiento a la compresión del material. El pandeo se promueve por las pequeñas imperfecciones indeseables en la geometría del espécimen de ensayo y por el desalineamiento con respecto a la máquina de ensayo. Por ejemplo, los extremos del espécimen pueden ser casi paralelos pero nunca perfectos. Similarmente si $1.5D$ es pequeño, el resultado del ensayo está influido por los detalles de las condiciones de los extremos. En particular, cuando el espécimen se comprime, el diámetro aumenta debido al efecto de Poisson pero la fricción retarda este movimiento en los extremos lo que resulta en una deformación en forma de barril. Aunque este efecto se puede minimizar con una lubricación apropiada en los extremos, es muy difícil de evitarlo completamente. Como resultado, en los materiales que son capaces de grandes deformaciones en compresión, el escoger una relación $1.5D$ muy pequeña puede resultar en una situación en donde el comportamiento del espécimen es dominado por los efectos de los extremos de este. Nuevamente, el ensayo no mide el comportamiento a la compresión del material[9].

Capítulo 3

Metodología

3.1. Metodología

3.1.1. Material

El material súper elástico que se estudió tiene la siguiente composición: Cu - 11,8 [%p.] Al - 0,5 [%p.] Be.

3.1.2. Obtención de las Probetas

Las probetas tienen un diámetro de 3,5mm y un largo de 5,2mm y fueron fabricadas mediante el corte con torno y posterior lijado, de dos barras del material cada una de 3,5mm de diámetro y 290 mm (aprox) de largo.

3.1.3. Verificación de material

Mediante metalografía óptica y microdureza de Vickers se verificó que las 2 barras sean del mismo material.

3.1.4. Variables en los ensayos de Compresión

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

- Esfuerzo de deformación.
- Nivel de deformación por Compresión.
- Temperatura de ensayo, T.

3.1.5. Tipos de ensayos

Se realizarán los siguientes ensayos y análisis:

- Ensayos de compresión a diferentes temperaturas. Variables: esfuerzo y T.
- Tratamiento Térmico de Recocido.

- Análisis por DSC.
- Análisis por Microscopía Óptica.
- Análisis por Microscopía Óptica Estereoscópica.

3.2. Metodología Específica

3.2.1. Puesta a Punto del Instrumental:

Se procedió a poner a punto y preparar máquina de compresión para que entregue los resultados de manera precisa.

3.2.2. Verificación de Material

Se procedió a analizar las 2 barra para determinar que son del mismo material

3.2.3. Elaboración de Probetas:

Se elaboraron 50 probetas mediante disco de corte metalográfico para realizar los ensayos.

3.2.4. Ensayos de Compresión

Se procedió a realizar los ensayos de compresión sobre las muestras a distintas deformaciones y temperaturas.

3.2.5. Análisis DSC:

Se estudiaron temperaturas y calores de transformación de fase mediante DSC.

3.2.6. Tratamiento Térmico:

Se estudiaron la recuperación de forma mediante tratamientos térmicos de algunas de las probetas ensayadas.

3.2.7. Microscopía:

Se estudiaron la microestructura por microscopía óptica y, en la muestras llevadas hasta la fractura, por microscopía estereoscópica.

3.2.8. Estudio de Resultados:

Con los distintos resultados entregados por los distintos análisis, se estudiaron los resultados y se caracterizó la aleación.

Capítulo 4

Procedimiento Experimental

El trabajo experimental se realizó sobre la aleación Cu-Al-Be, cuya composición es Cu Al 11,8 %p, Be 0,5 %p. Para el estudio del comportamiento mecánico de la aleación se realizaron ensayos de compresión en la Máquina Instron disponible en el Laboratorio del Taller de Ingeniería Mecánica.

El procedimiento de trabajo se separó en distintas etapas:

4.1. Etapa 1: Puesta a Punto de La Máquina Instron

Puesta a punto de la Máquina Instron. Se procedió a verificar funcionamiento, punzones, celda de carga y extensómetro. Se calibra si es necesario. La máquina debe entregar las medidas adecuadas para realizar los análisis posteriores a los ensayos de compresión.

4.1.1. Verificación de Punzones

Se busca que las caras de los punzones estén lo más paralelas y lisas posible. Para esto se procedió a desmontar los punzones de la Máquina Instron, los cuales posteriormente se refrentaron y lijaron en un torno.

4.1.2. Verificación y Calibración de la Celda de Carga

Se verifica que la Celda de Carga esté midiendo correctamente. Para esto en primer lugar se taró la celda de carga y luego se añadieron pesas que en total sumaron 15Kg sobre la celda. Luego se verificó que la medida entregada por la celda correspondiera al peso añadido, es decir los 15Kg. Las medidas entregadas por la celda fluctuaron entre 14,8Kg y 15,7Kg por lo que se asumió que la Celda de Carga entrega valores fiables.

4.1.3. Verificación y Calibración del Extensómetro

Se verifica que el Extensómetro mida correctamente. Para esto primero se montó el extensómetro en los extremos de los punzones para minimizar el error producido por la

compresión de los mismos. Luego se comparó la medición que registra el Extensómetro con una medición hecha directamente sobre la máquina con un Pie de Metro digital. Se compararon intervalos de de 0,5mm, detectándose un error promedio acumulado de 0,4mm más en la medición con el pie de metro por cada 0,5mm que marca el extensómetro. Para solucionar esto se debió determinar el error asociado a cada medición del extensómetro. Así se realizaron ensayos de compresión de prueba determinandose que para la velocidad de compresión que se utiliza, se acumularon 0,5mm del extensómetro en 452 mediciones promedio, por lo que el error promedio por medición es igual a -0,00088 mm que se debieron añadir a cada medición registrada por el extensómetro.

4.2. Etapa 2: Diseño, Fabricación y Montaje del Sistema de Control de Temperatura

Se diseñó un sistema de control de temperatura para 5, 20 y 50°C. El sistema consistió en la fabricación de una caja de poliestireno expandido sobre el área de ensayo, con el fin de mantener esta zona aislada térmicamente.

4.2.1. Diseño de la Caja Térmica

Para el diseño de la caja se consideraron los siguientes materiales:

- 5 Planchas de poliestireno expandido 100x50 cm^2 y 40mm de espesor.
- Lana de vidrio mineral aislante.
- Papel Aluminio.
- Pegamento epóxico resistente a la Temperatura.

El diseño de la caja se realizó considerando principalmente el espacio disponible en la zona de la máquina, que debe ser fácil de instalar y que las muestras deben ser fácilmente montables y desmontables de los punzones.

Se utilizó lana de vidrio mineral junto con papel aluminio para aislar las paredes internas y los instrumentos de medición como el extensómetro y celda de carga y sus respectivos cables principalmente del calor, así nos aseguramos que las paredes de poliestireno no se derritan con la cercanía de las lámpara y que el calor (o el frío) no afecten las mediciones de los instrumentos.

Para fijar los bordes de las partes de la caja se utilizó pegamento epóxico. Las medidas y detalles del diseño de la caja se especifican en el Apéndice A.

La figura 4.1 muestra la caja cerrada montada sobre la máquina Instron.

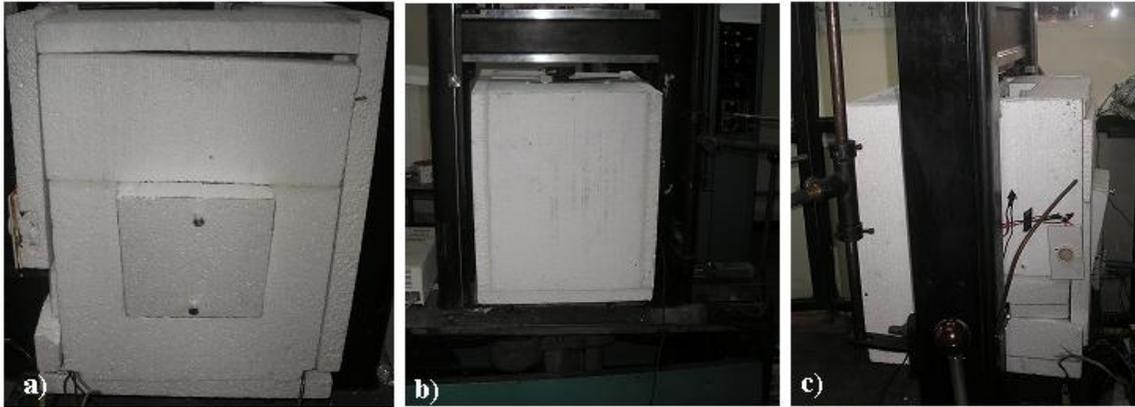


Figura 4.1: Caja Térmica Montada, a) Vista Delantera. b) Vista Trasera. c) Vista Lateral

4.2.2. Diseño Sistema de Calentamiento

Para el diseño del sistema de calentamiento se consideraron los siguientes materiales:

- 2 lámparas calefactoras de Cuarzo 450W, 220V c/u.
- 1 Dimmer 1000W, 220V.
- 5 metros de Cable de cobre recubierto Rojo para alta temperatura.
- 5 metros de Cable de cobre recubierto Verde para alta temperatura.
- 4 abrazaderas 20mm diámetro.
- 4 alambres de Acero 1,5 mm diámetro.

Para el funcionamiento del sistema de conectaron en paralelo al Dimmer las 2 lámparas de cuarzo, las cuales se sujetaron verticalmente por medio de abrazaderas a los alambres de acero los cuales a su vez fueron fijados a las paredes de la caja térmica.

El giro de la perilla del Dimmer, el cual se conectó a la red de 220V, permitió regular la corriente que pasa hacia las lámparas, regulando así el calor entregado por estas y a la vez la temperatura interna de la caja térmica. El circuito del sistema de calentamiento se especifica en el Apéndice B. La figura 4.2 muestra el Dimmer añadido a la Caja Térmica.



Figura 4.2: Dimmer añadido a la parte lateral de la Caja Térmica

Para regular la posición de la perilla del Dimmer que estabiliza la temperatura deseada, se utilizó una termocupla tipo K, la cual midió la temperatura entre y en los punzones. La figura 4.3 muestra el Sistema de Calentamiento funcionando en la caja térmica destapada, con todas las aislaciones térmicas correspondientes.



Figura 4.3: Sistema de Calentamiento funcionando

4.2.3. Diseño Sistema de Enfriamiento

El sistema de enfriamiento consistió sólo en añadir Dióxido de Carbono Sólido, conocido como Hielo Seco, sobre una paltaforma de poliestireno expandido ubicada justo al lado del lugar en el cual se colocaron las probetas en los punzones, en el interior de la caja térmica. Se añadió hielo seco hasta lograr la temperatura deseada, la cual se midió con una termocupla tipo K ubicada en el lugar donde se colocan las probetas, midiendo, del mismo modo que el sistema de calentamiento, la temperatura en y entre los punzones.

La figura 4.4 muestra el Sistema de enfriamiento funcionando en la caja térmica, con todas las aislaciones térmicas correspondientes.



Figura 4.4: Sistema de Enfriamiento funcionando

4.3. Etapa 3: Verificación del Material

Se contó con 2 barras, barra A y barra B, de material para trabajar y realizar los diversos ensayos y experimentos. Se buscó verificar que las 2 barras (A y B) sean del mismo material, para lo cual se obtuvieron 2 muestras de cada barra de 10mm aprox. de largo cada una. A 2 muestras (1 de cada barra) se le aplicó un tratamiento térmico el cual consiste en recocer el material a 800°C por 1 hora. Luego las 4 muestras (2 vírgenes y 2 con Tratamiento térmico) se encapsularon en resina (baquelita) para realizarle ensayos metalográficos ópticos y de microdureza Vickers. Se espera que las propiedades de ambas barras sean iguales.

4.4. Etapa 4: Fabricación y Preparación de las Probetas

Se procedió a elaborar 50 probetas cilíndricas para los ensayos. Estas se obtuvieron cortando las barras originales en un torno, así se logró que ambas caras de las probetas sean paralelas. Se fabricaron probetas cilíndricas de alrededor de 5,2mm de largo y 3,5 mm de diámetro. Luego se procedió a lijar ambas caras de cada probeta, esto para minimizar el roce con los punzones en los ensayos de compresión.

Estas probetas fueron caracterizadas en sus medidas dimensionales y fueron sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 100°C por 24 horas para eliminar tensiones internas y vacancias.

4.5. Etapa 5: Ensayos de Compresión

En esta etapa se realizaron los ensayos de compresión en la máquina Instron previamente calibrada. Estos ensayos se realizaron para tres temperaturas, 5°C, 20°C y 50°C, mencionadas anteriormente. Para esto se montó la caja aislante y se aplicó el sistema de calentamiento o enfriamiento según correspondiera. El ensayo partía solo cuando la probeta se había estabilizado en la temperatura deseada. El esquema del montaje se observa en la figura 4.5:



Figura 4.5: Montaje de los Ensayos a)Extensómetro con aislación. b)Termocupla tipo K y espacio entre punzones. c)Punzón Superior. d)Punzón Inferior e)Celda de Carga aislada. f)Dimmer

Se consideraron 5 valores de deformación para niveles post-superelásticos, 7%, 8%, 9%, 12% y 15%, y 3 valores de deformación en los límites del rango superelástico, 2.5%, 3% y 3.5%. Además para cada temperatura se realizaron los ensayos hasta la rotura correspondientes. Además también para cada temperatura se realizaron ensayos pre-fractura.

Como lubricante entre las probetas y los punzones se utilizó grafito en polvo, así se minimizó el roce entre los punzones y las probetas y se evitó el efecto embarrilamiento de las muestras.

Los datos obtenidos en los ensayos fueron posteriormente traspasados a tablas formato EXCEL para su posterior análisis.

Deformación	Temperatura	Nº de Probetas
2,5 %	5°C	2
2,5 %	20°C	2
2,5 %	50°C	2
3 %	5°C	1
3 %	20°C	1
3 %	50°C	1
3,5 %	5°C	1
3,5 %	20°C	1
3,5 %	50°C	1
7 %	5°C	2
7 %	20°C	2
7 %	50°C	2
8 %	5°C	1
8 %	20°C	1
8 %	50°C	1
9 %	5°C	2
9 %	20°C	2
9 %	50°C	2
12 %	5°C	1
12 %	20°C	1
12 %	50°C	1
15 %	5°C	2
15 %	20°C	2
15 %	50°C	2
20 %, pre-fractura	5°C	2
20 %, pre-fractura	20°C	2
20 %, pre-fractura	50°C	2
Fractura %	5°C	1
Fractura %	20°C	1
Fractura %	50°C	1

Tabla 4.1: Resumen de Probetas para los ensayos de Compresión

4.6. Etapa 6: Análisis Comportamiento Mecánico

Una vez realizados los ensayos de compresión, se realizaron 2 tipos de análisis numerico-graficos:

4.6.1. Determinación del Límite Superelástico (LSE)

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

En este trabajo se utilizó un método alternativo, que ha sido utilizado en otros trabajos similares a este. El método consiste en aproximar un polinomio a un tramo representativo de la curva de compresión a la fractura, para luego derivar dos veces este polinomio y a través de ello establecer un valor del límite superelástico.

El primer paso para la utilización de este método consiste en suavizar la curva de compresión que que es de la forma $\sigma = F(e)$ donde el esfuerzo $\sigma [MPa]$ es la variable dependiente y el nivel de deformación $e [\%]$ es la variable independiente. En este trabajo la curva de compresión se suaviza de manera análoga a trabajos similares (Muga). Esto se hace a través de sacar un promedio en el punto x_i con respecto los puntos de la vecindad, esto quiere decir que cada punto de la curva queda de la forma:

$$x_i = \frac{x_{i-1} + x_i + x_{i+1}}{3} \quad (4.1)$$

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

Luego se procede a acotar la curva de compresión tomando el tramo más representativo de los cambios de superelasticidad. Se sabe que para este tipo de aleaciones, estos cambios de superelasticidad se encuentran en el tramo $[2\%-4\%]$ de deformación. Así la nueva curva de compresión $f(e)$ acotada debe también ignorar el primer tramo que corresponde a la zona elástica y además el considerar tramos muy lejanos del rango superelástico no tiene mayor sentido. En general los rangos de acotamiento de la curva son arbitrarios y solo se deben cumplir las condiciones mencionadas anteriormente. Así :

$$f(e) = F(e), \forall e \in [a; b] \quad (4.2)$$

con a y b los límites del tramo definidos arbitrariamente.

Una vez acotado $f(e)$, se ajusta un polinomio, $P(x)$, el que puede ser de cualquier grado siempre considerando que el coeficiente de correlación R sea lo más cercano a 1 posible.

Luego se procede a calcular la primera y segunda derivadas de $P(x)$. La primera derivada, $P'(x)$, refleja la evolución de la pendiente a través del ensayo, pendiente vinculada con la rigidez del material. En la zona superelástica la rigidez debiese ir disminuyendo y aumentando cuando se encuentra en la zona post-superelástica. En este sentido se determina una segunda derivada para ver a qué deformación se encuentra este mínimo, así $P''(x)$ nos ayudara a reflejar en qué punto de la deformación existe un cambio en la tasa de crecimiento de la pendiente, punto que estará dado por $P''(x) = 0$.

4.6.2. Mapeo del Nivel de Deformación Post-Descarga para cada Temperatura

El mapeo se realizó para comparar los niveles de recuperación de forma del material después de la descarga en el ensayo de compresión.

Para esto se construyó una curva $N(e) = n$, donde n [%] es el nivel de deformación post descarga, o sea, el nivel de deformación hasta el cual quedó el material una vez terminado el ensayo, y e [%] es el nivel de deformación al cual fue llevado el material durante el ensayo.

La curva se construyó para las 3 temperaturas a las que se realizaron los ensayos. Luego se tienen 3 curvas, N_5, N_{20} y N_{50} . Así se obtuvo el comportamiento de la recuperación del material para las distintas temperaturas.

4.7. Etapa 7: Obtención de Muestras

En esta etapa se obtuvieron las muestras necesarias para los distintos análisis. Se separaron las probetas para Tratamiento Térmico, y se obtuvieron las muestras para Microscopía Óptica, DSC y Microscopía Estereoscópica. Este procedimiento se realizó en el taller de Ingeniería Mecánica.

4.8. Etapa 8: Tratamiento Térmico y Nivel de Recuperación

Se estudió el nivel de recuperación de forma de las probetas sometidas a un tratamiento térmico. Para esto, se aplicó un tratamiento de Recocido, 500°C por una hora, a probetas deformadas a distintos niveles, particularmente deformadas a un 8% y un 12% y se midió su nivel de recuperación de forma. Este procedimiento se realizó en el taller de Ingeniería Mecánica.

4.9. Etapa 9: Microscopía Óptica y Microestructura

Se realizó un estudio de microscopía óptica a muestras previamente seleccionadas con el fin de estudiar la microestructura de la aleación sometida a compresión. Se buscó observar las características de los granos y en particular visualizar las fases austeníticas y martensíticas presentes en las muestras. Este procedimiento se realizó en el taller de Ingeniería Mecánica.

Para este estudio, la probeta no se introdujo en baquelita dado que este procedimiento requiere aplicación de temperatura y esto provocaría cambios de fase indeseados, que alterarían la fracción de martensita retenida en el material.

Luego se procedió a lijar las muestras con diversos números de lija hasta obtener un brillo tipo espejo en la muestra. Posterior a esto se aplicó el ataque químico correspondiente para así poder observar las muestras bajo el microscopio óptico.

4.9.1. Fracción de Volumen de Martensita Retenida

Para estimar la fracción de volumen de martensita retenida, se utiliza el conteo de puntos (ASTM E562), la cual es una de las técnicas más simples y útiles.

Para efectuar esta prueba se empleó una rejilla transparente con un número de puntos sistemáticamente (usualmente se emplean cruzados, donde el punto es la intersección de los brazos) espaciados, en total 132 puntos, que se coloca sobre una micrografía. Se cuenta el número de puntos que yacen a lo largo de la fase martensítica y se divide por el número total de puntos de la rejilla. El número de puntos que yacen sobre una frontera, límite o contorno se cuenta como medio punto.

La fracción punto PP está dada por:

$$PP = Pa/PT \quad (4.3)$$

Donde Pa es el número de puntos de la rejilla que yacen o descansan dentro de la partícula, figura o forma de interés, más la mitad del número de puntos de la rejilla que descansan en los límites, bordes o frontera de la partícula y PT es el número total de puntos de la rejilla.

4.10. Etapa 10: Análisis DSC y Microestructura

En esta etapa se realizó el análisis DSC con el fin de obtener la energía de transformación de fases para distintas muestras previamente preparadas y así poder obtener las fracciones de martensita/austenita correspondiente a cada muestra. Este análisis se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Polímeros de Idiem.

Para este análisis se utilizó un equipo de análisis térmico marca METTLER modelo STAR SW. Este equipo es capaz de alcanzar las temperaturas necesarias, tanto calentando como enfriando, para inducir los cambios de fase dentro de las muestras estudiadas.

Particularmente para el enfriamiento de las muestras, el equipo requirió la utilización de Nitrógeno Líquido, el cual fué adquirido en las instalaciones de la planta de Nitrógeno Líquido de la Facultad de Química y Biología de la USACH.

4.10.1. Preparación de Muestras para DSC

Se utilizaron 3 muestras para este análisis, todas a un 15 % de deformación pero para 3 temperaturas (5°C, 20°C y 50°C). Las muestras separadas anteriormente para realizar el análisis DSC se debieron preparar dimensionalmente.

Así se debieron obtener muestras de alrededor de 2mm de alto con un diámetro de 3,4mm, tamaños que fueron requeridos por el equipo de análisis térmico. Para esto se utilizó una metodología de corte que no indujo mayores cambios de fase durante la preparación de la muestra. Se utilizó una máquina de corte lento marca BUEHLER, modelo ISOMET perteneciente al Departamento de Ciencias de los Materiales para cortar las muestras y así obtener los tamaños requeridos.

4.10.2. Ciclos Térmicos del Análisis DSC

El análisis consistió en la realización 3 ciclos térmicos por muestra. Cada ciclo constó de un enfriamiento (partiendo de 25°C) hasta -100°C y un posterior calentamiento hasta 500°C ambos a una tasa de 10°C/min. En la figura 4.6, se muestran gráficamente los ciclos térmicos utilizados:

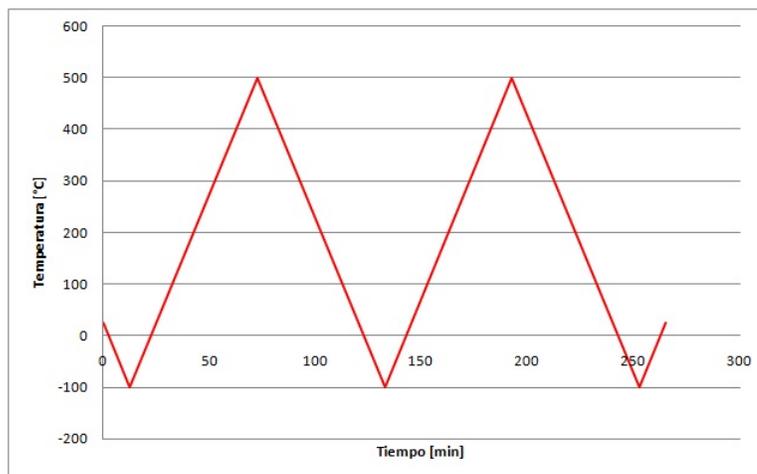


Figura 4.6: Ciclos Térmicos utilizados en el análisis DSC

4.10.3. Tratamiento de Datos

Para calcular las energías asociadas a las transformaciones de fase, se debió tratar los datos entregados realizando la conversión de W/g a C_p (calor específico). El diferencial de calor específico está dado por la siguiente conversión:

$$\frac{P}{m} \left[\frac{W}{g} \right] \Rightarrow \frac{P}{m} \times \frac{P_m}{\phi} \left[\frac{(J/s)(g/mol)}{g(K/s)} \right] = \Delta C_p \left[\frac{J}{molK} \right] \quad (4.4)$$

donde:

- P = potencia emitida por el calorímetro [W/g]
- m = masa [g]
- P_m = peso molecular de la aleación [g/mol]
- ϕ = velocidad de calentamiento lineal del DSC [$^{\circ}K/s$]

Para esto se requirió el peso molecular de la aleación. Sabiendo que los pesos moleculares de los componentes son:

- ◇ Cobre = 63,54 [g/mol]
- ◇ Aluminio = 26,98 [g/mol]
- ◇ Berilio = 9,01 [g/mol]

se tiene que para una composición Cu-11,8 %p.Al-0,5 %p.Be el peso molecular es igual a 58,95[g/mol].

El área encerrada entre la línea base y la curva DSC obtenida representa la energía intercambiada durante el proceso $Q[J/mol]$, por lo que la fracción Martensita/Austenita está dada por la razón entre las áreas bajo las curvas C_p v/s Temperatura de los ciclos de enfriamiento, $(Q_{ciclo2} - Q_{ciclo1})/Q_{ciclo2}$.

Para el cálculo de áreas se utilizó una librería gratuita para Microsoft Excel (extensión .xla) llamada Xnumbers [8], la cual proporcionó herramientas de cálculo diferencial para Excel, como derivadas, integrales, etc. En particular se utilizó la función $IntegrDataC(X,Y)$ que calcula integrales de una serie de datos ordenados. Las temperaturas de inicio y término de transformación, tanto austenítica como martensítica, se obtuvieron restando la línea base a la curva DSC y viendo las temperaturas para las cuales esta resta entrega un valor nulo. Posteriormente se buscó el punto para el cual, inmediatamente al lado de un valor nulo hay un valor no nulo.

La línea base se determinó asumiendo que las líneas de los ciclos 2do y 3ro son casi iguales por lo cual se consideraron las partes en las cuales no se registraron peaks de transformación. Las partes donde se situaban los peaks fueron rellenas utilizando interpolación polinómica de Microsoft Excel.

Las áreas de los peaks que se encuentran unidos entre sí y tienen sectores donde no se unen a la línea base fueron calculados usando el siguiente procedimiento:

- ◇ Primero se extienden rectas estimativas desde los peaks hasta la línea base.
- ◇ Luego se calculan las áreas formadas por cada peak definido por las rectas estimativas.
- ◇ Posteriormente se calcula el área total de los peaks unidos.
- ◇ Finalmente se utiliza el Solver de Excel variando los parámetros de las rectas estimativas y minimizando la resta cuadrática entre el área total y la suma de las áreas de los peaks definidos por las rectas estimativas.

Así se obtiene una buena aproximación para el área que equivale a cada peak.

4.11. Etapa 11: Análisis Microscopía Estereoscópica y Fractografía

Se realizó un estudio de microscopía óptica estereoscópica con el fin de obtener un análisis fractográfico de las probetas que fueron llevadas hasta la fractura, y así visualizar el comportamiento mecánico en rotura para las tres temperaturas de trabajo. Este análisis se realizó en las instalaciones IDIC del Ejército de Chile, utilizando un microscopio estereoscópico marca Leica modelo MZ6.

Se contó con 3 probetas deformadas hasta la fractura para las 3 temperaturas (5°C, 20°C y 50°C). Las probetas fueron colocadas en un portamuestras y su posición fue fijada con plasticina.

En una primera etapa, se colocó la superficie fracturada de la probeta paralela al lente de observación. Así se realizaron observaciones con aumentos de 6.3x, 10x, 25x, 32x y 40x.

En una segunda instancia, se varió el ángulo de la superficie de fractura de la probeta con respecto al lente de observación, para así visualizar otras estructuras de interés que no se visualizan con la superficie paralela al lente, realizando observaciones con los mismos aumentos mencionados anteriormente.

Capítulo 5

Resultados y Discusión

En este capítulo se muestran las discusiones y los resultados obtenidos en los diversos ensayos.

5.1. Resultados de Verificación de Material

La verificación del material tiene por objeto determinar si las 2 barras de material con las que se realizaron los ensayos, son del mismo material. Para esto se observa el comportamiento de 2 muestras, una de cada barra, sometidas a un recocido, observando dureza y tamaño de grano antes y después del tratamiento térmico, para cada barra.

5.1.1. Resultados de Tamaños de Grano

Se deben comparar 2 situaciones: antes del tratamiento térmico y después del tratamiento térmico.

Antes del Tratamiento Térmico

La morfología granular para ambas barras antes del tratamiento térmico se observa en la figura 5.1

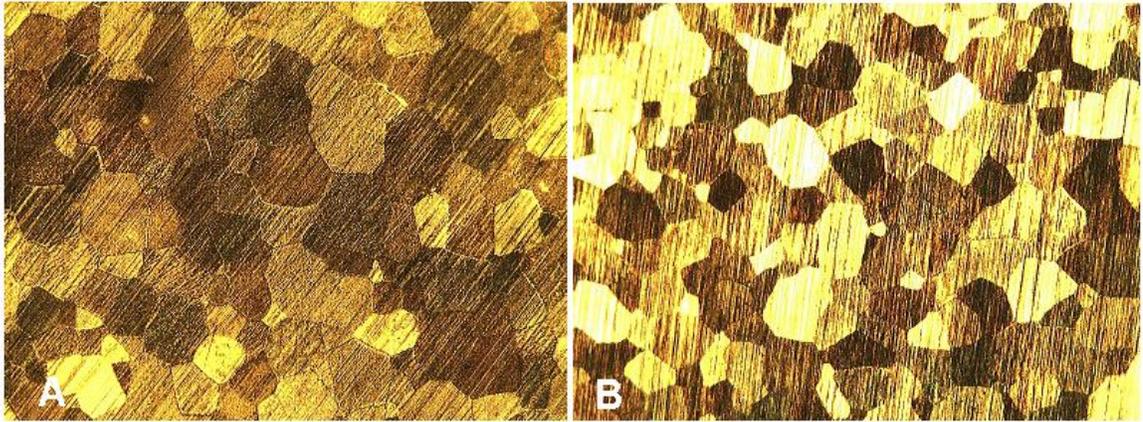


Figura 5.1: Visualización de granos antes del tratamiento térmico con aumento de lente Olympus IC10

Así el tamaño de grano promedio obtenido corresponde aproximadamente a 70um para ambas barras.

Después del Tratamiento Térmico

La morfología granular para ambas barras después del tratamiento térmico se observa en la figura 5.2

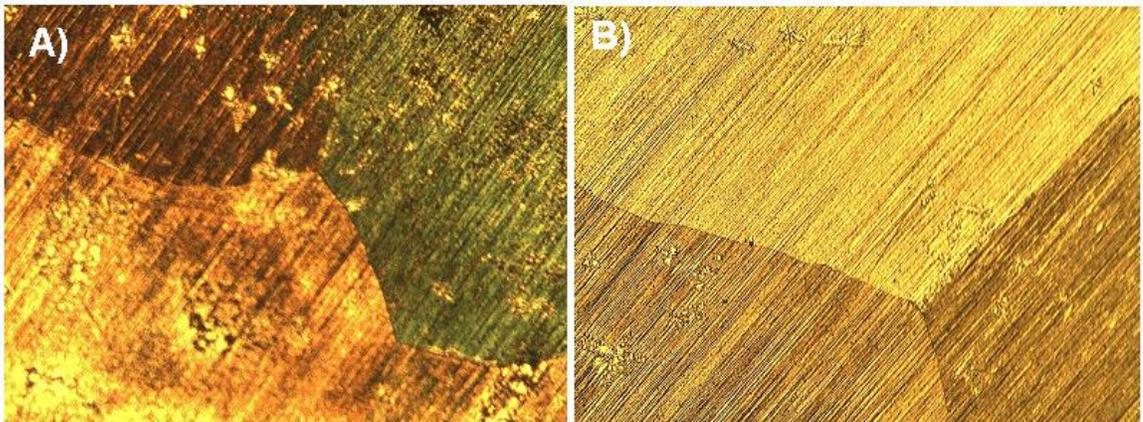


Figura 5.2: Visualización de granos después del tratamiento térmico con aumento de lente Olympus IC10

Así el tamaño de grano promedio obtenido corresponde aproximadamente a 390um para ambas barras.

Barra	Dureza Antes TT [HV]	Dureza Después TT [HV]
Barra A	301,75	293,75
Barra B	304,25	280,25

Tabla 5.1: Microdureza Vickers para ambas barras

5.1.2. Resultados Microdureza de Vickers

Se deben comparar 2 situaciones: antes del tratamiento térmico y después del tratamiento térmico. Las situaciones se comparan en la tabla 5.1

Las dos barras tienen un comportamiento similar frente al tratamiento térmico. De los ensayos granulométricos y de microdureza se observan resultados muy similares por lo que no hay indicios para sospechar que las barras con las cuales se realizarán los experimentos sean de materiales diferentes.

5.2. Resultados Ensayos de Compresión y Comportamiento Mecánico

5.2.1. Ensayos de Compresión

A continuación se presentan las curvas carga-descarga, en compresión, de las probetas ensayadas hasta distintos niveles de deformación a diferentes temperaturas. Así, las figuras 5.3, 5.4 y 5.5 corresponden a las temperaturas de ensayo de 5°C, 20°C y 50°C, respectivamente. Se observa que la fractura en compresión ocurre para una deformación cercana al 22% para 5°C, 24% para 20°C y 24,5% para 50°C. Para efectos comparativos del efecto de la temperatura, se presentan superposiciones de las curvas a distintas temperaturas en las figuras 5.6 y 5.7, cubriendo los rangos de deformación [0-5,5%] y [0- %25], respectivamente.

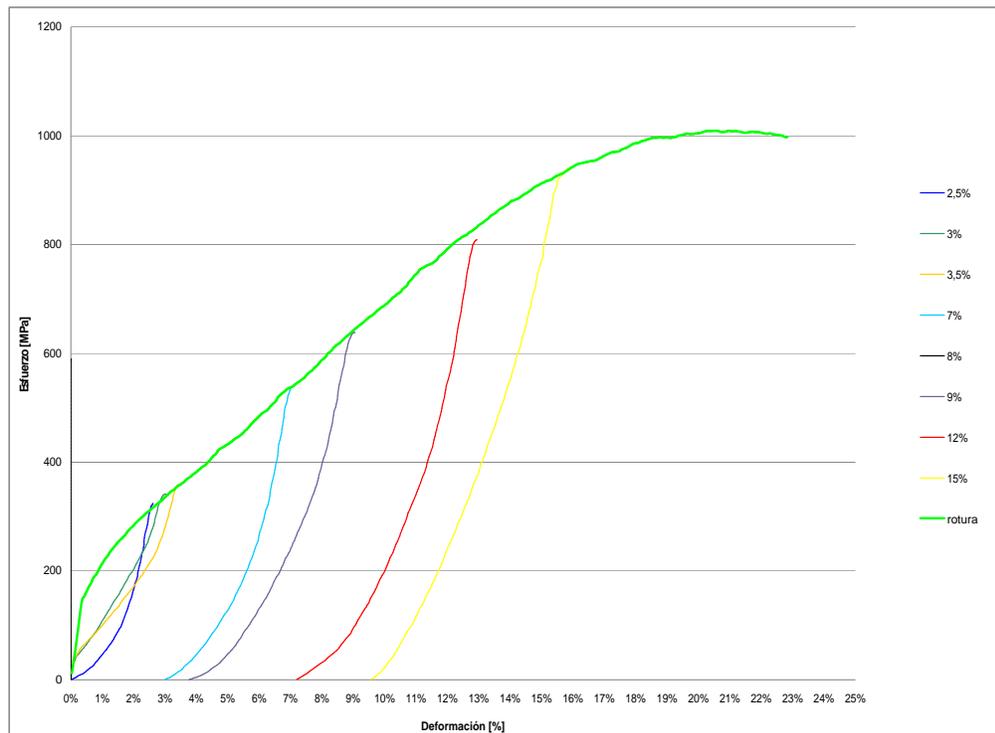


Figura 5.3: Ensayos de compresión superpuestos a 5°C.

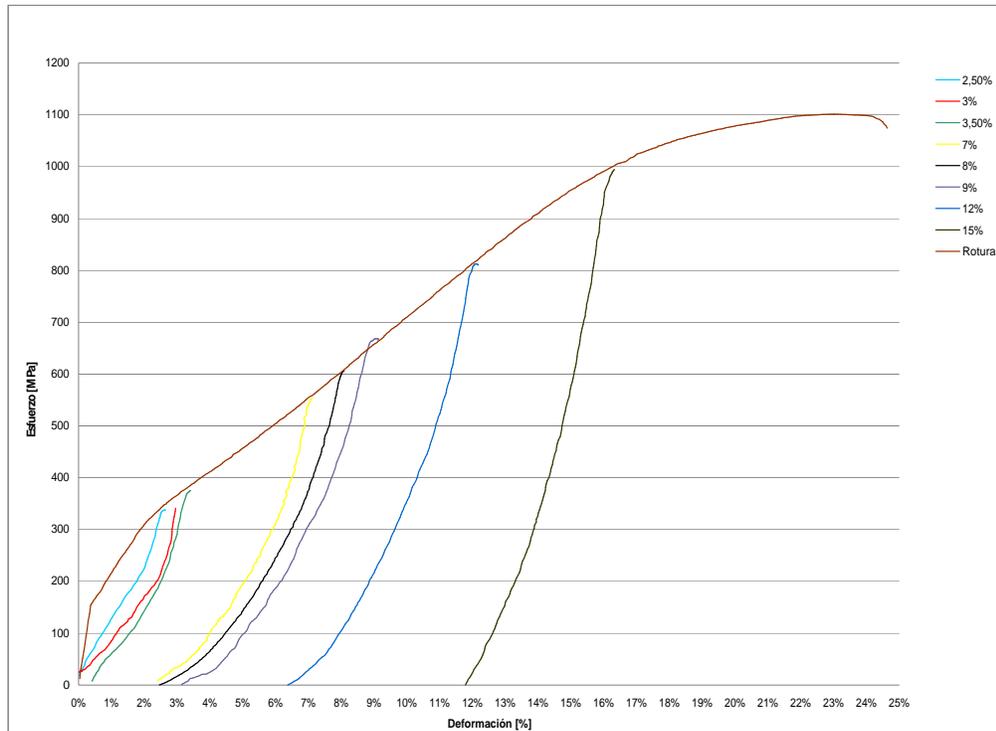


Figura 5.4: Ensayos de compresión superpuestos a 20°C.

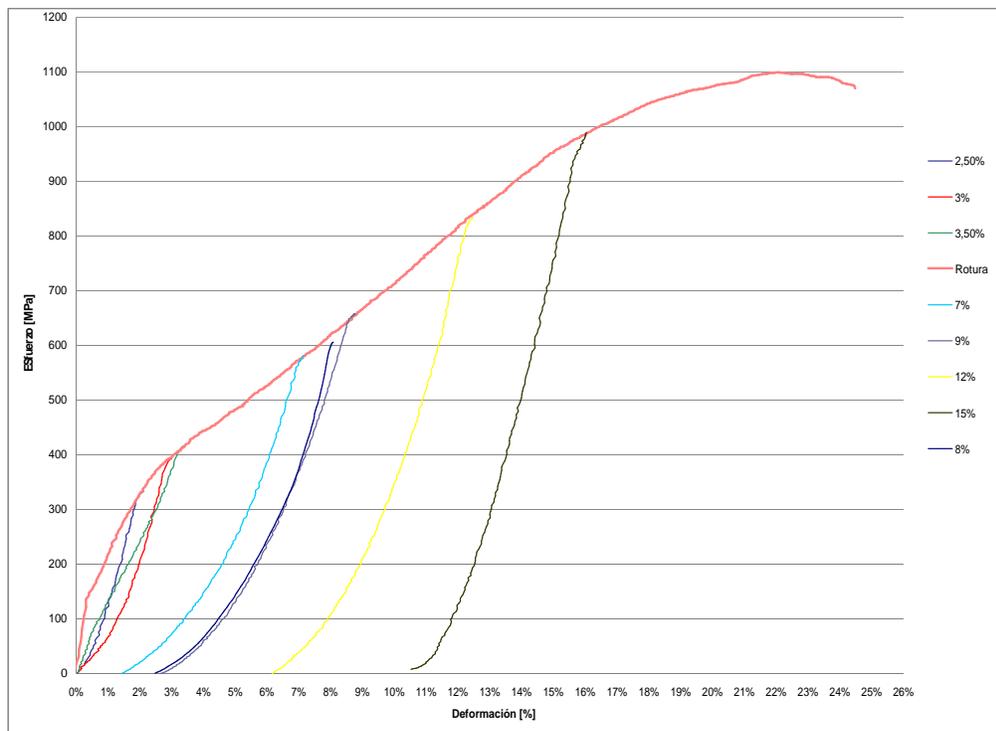


Figura 5.5: Ensayos de compresión superpuestos a 50°C.

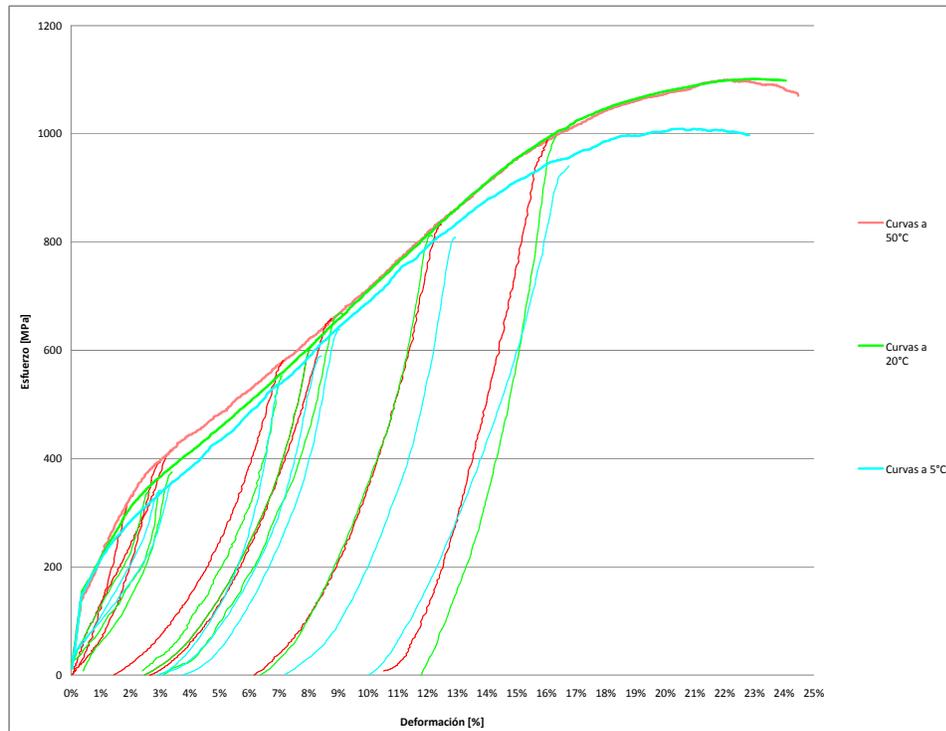


Figura 5.6: Ensayos de compresión superpuestos para las 3 temperaturas de deformación en un rango [0%-25%].

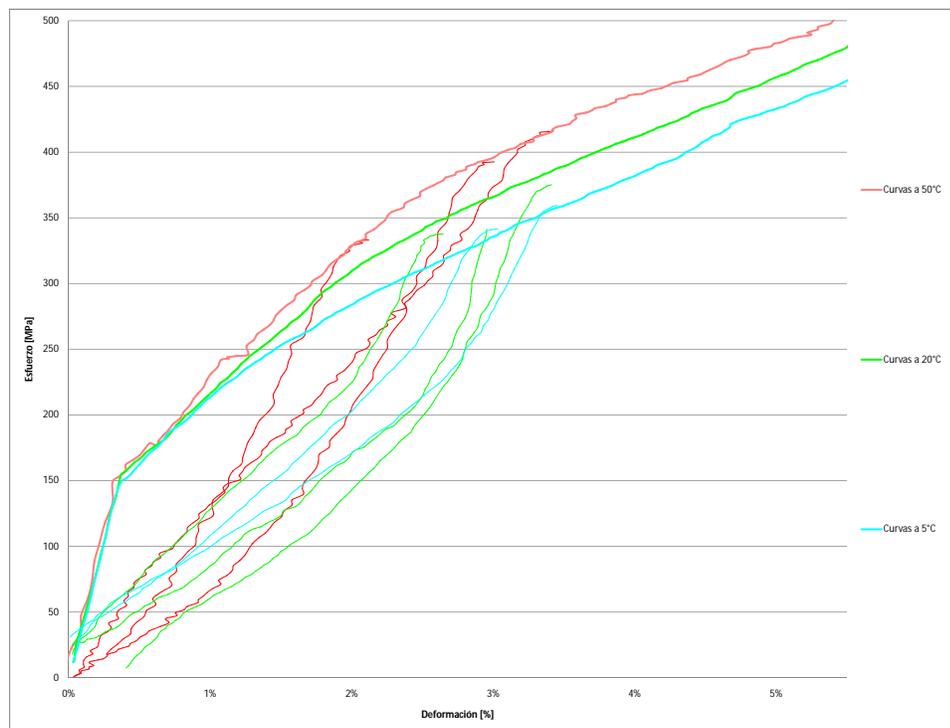


Figura 5.7: Ensayos de compresión superpuestos para las 3 temperaturas de deformación en un rango [0%-5,5%].

Temperatura de Deformación	Esfuerzo de Transformación σ_t
5°C	150,1 MPa
20°C	157,2 MPa
50°C	163,2 MPa

Tabla 5.2: Esfuerzo de transformación en función de la Temperatura

Así, posteriormente se procede a determinar el esfuerzo de transformación para cada temperatura (ver tabla 5.2). Se observa que el esfuerzo de transformación tiende a aumentar con la temperatura del ensayo de compresión (ver figura 5.8). Este comportamiento se ha observado en otros estudios [14], y puede ser explicado debido a que a mayor temperatura del ensayo la fase austenítica es más estable, por lo cual se requiere mayor energía para formar martensita por deformación, así el esfuerzo de transformación martensítica debe ser mayor a medida que se aumenta la temperatura.

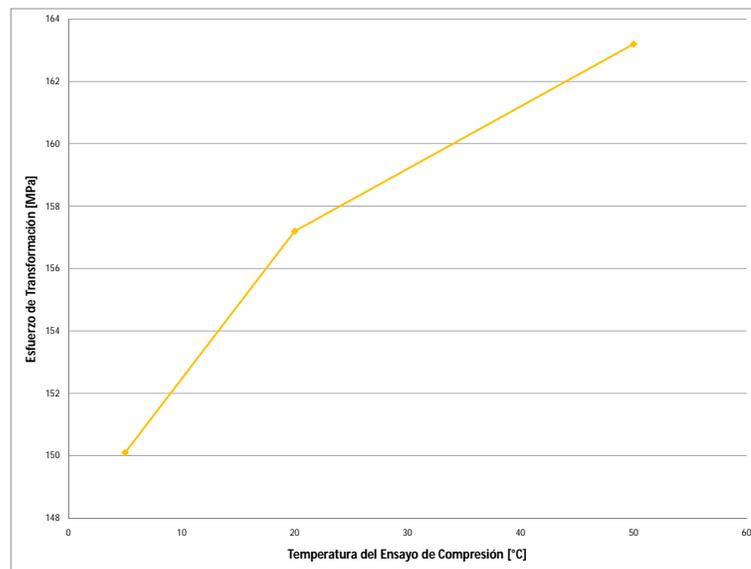


Figura 5.8: Esfuerzo de transformación en función de la Temperatura del ensayo de Compresión.

5.2.2. Análisis del Nivel de Recuperación

Una vez realizados los ensayos de compresión se obtiene (figura 5.9) el mapeo del nivel de deformación post descarga para cada temperatura. Este mapeo indica el nivel de deformación con el cual quedó el material una vez terminado el ensayo.

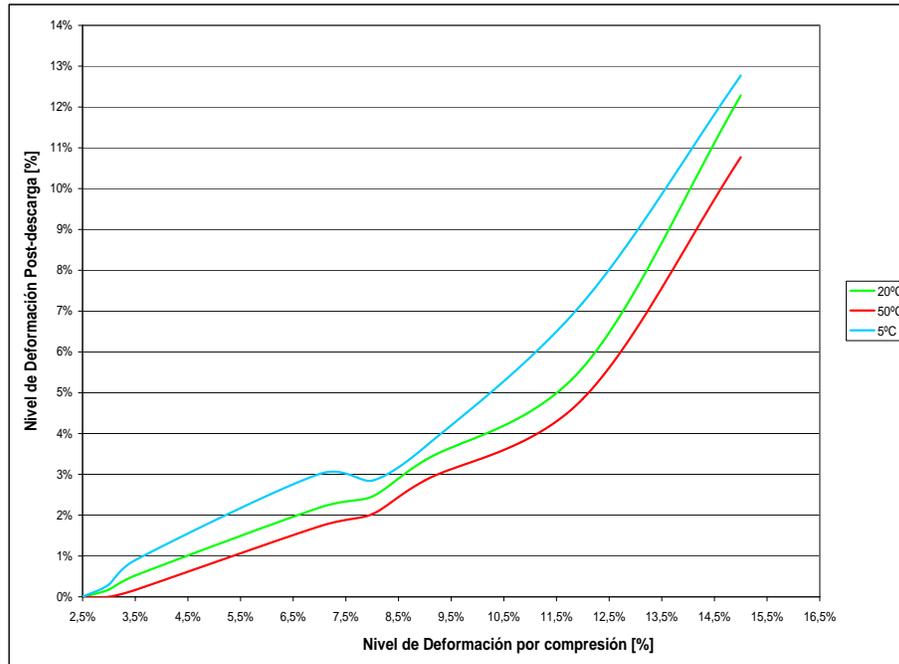


Figura 5.9: Deformación post-descarga para cada temperatura en función de la deformación impuesta.

Se observa que en general la deformación post descarga para un mismo nivel de deformación disminuye con la temperatura. Esto se explicaría principalmente por el hecho de que a menor temperatura habrá una menor cantidad de martensita transformada, debido probablemente a que el movimiento y anclaje de dislocaciones ocurre antes a menores temperaturas, esto por la estabilización de la fase austenita en los ensayos a mayores temperaturas, dislocaciones que impedirían la formación de nueva martensita, por lo cual habrá menor cantidad de martensita que se convertirá en austenita después de la descarga a menor temperatura del ensayo, alcanzando así un menor nivel de recuperación .

También se observa un salto y cambio de pendiente para las tres temperaturas en torno al 8%. Este salto indica esencialmente que en este punto se encuentra el límite post superelástico. Para deformaciones mayores al 8% y un esfuerzo en torno a 600 MPa comienza a haber deformación plástica permanente. Los datos para la elaboración de este gráfico fueron tomados de la medición directa de las probetas una vez terminado el ensayo, que en algunos casos tienen pequeñas

variaciones con respecto a los datos de desgarga de los gráficos, en particular para niveles de deformación altos, lo que se debe principalmente a que a mayor deformación, mayor tiempo de medición lo que implica una mayor acumulación de errores.

Temperatura de Deformación	LSE	Esfuerzo LSE σ_{LSE}
5°C	3,5 %	359,2 MPa
20°C	3,6 %	386,1 MPa
50°C	3,4 %	481,7 MPa

Tabla 5.3: Parámetros del LSE en función de la Temperatura

5.2.3. Cálculo Límite Superelástico

Se obtienen los límites superelásticos para las 3 temperaturas con el método del polinomio y derivadas. Se define el tramo 2 %-4,5 % de deformación, para el ajuste polinomial. En la figura 5.10 se observa el ajuste polinomial para la curva de compresión acotada de 5°C análogamente en las figuras 5.12 y 5.14 se observa el ajuste polinomial para 20°C y 50°C respectivamente . En estos casos, un polinomio de grado 3 tiene una correlación igual a 1 por lo que cumple con los requisitos para continuar con el método. Posteriormente se calcula la Primera y la Segunda derivada del polinomio ajustado, obteniéndose los gráficos de la figura 5.11 para 5°C. Análogamente se obtienen las primeras y segundas derivadas para 20°C y 50°C en las figuras 5.13 y 5.15 respectivamente. Así la tabla 5.3 muestra los resultados de los límites superelásticos y esfuerzos límites para cada temperatura.

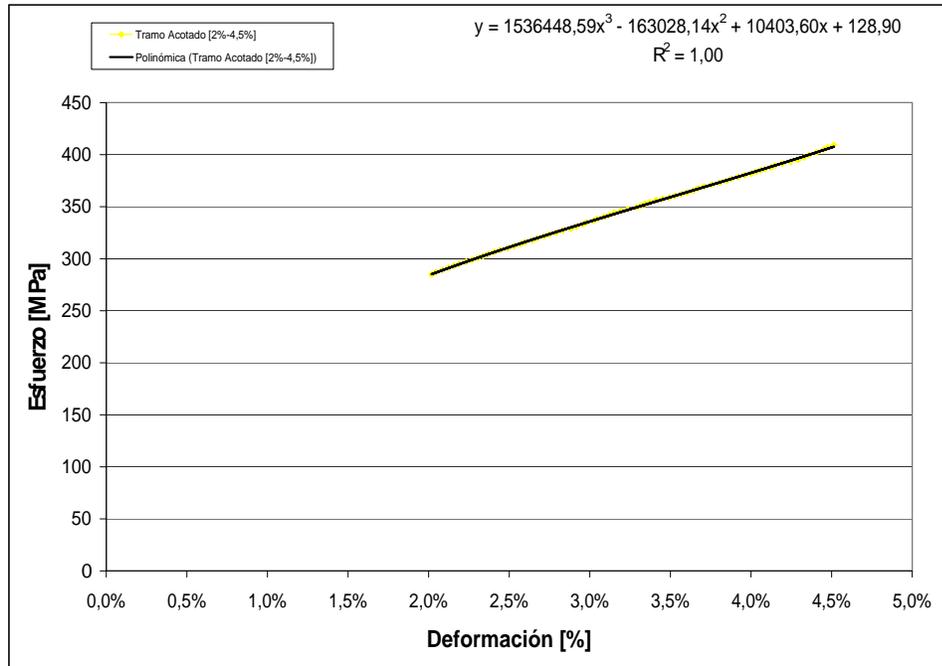


Figura 5.10: Ajuste Polinomial de la curva de compresión a 5°C en el tramo 2%-4,5%.

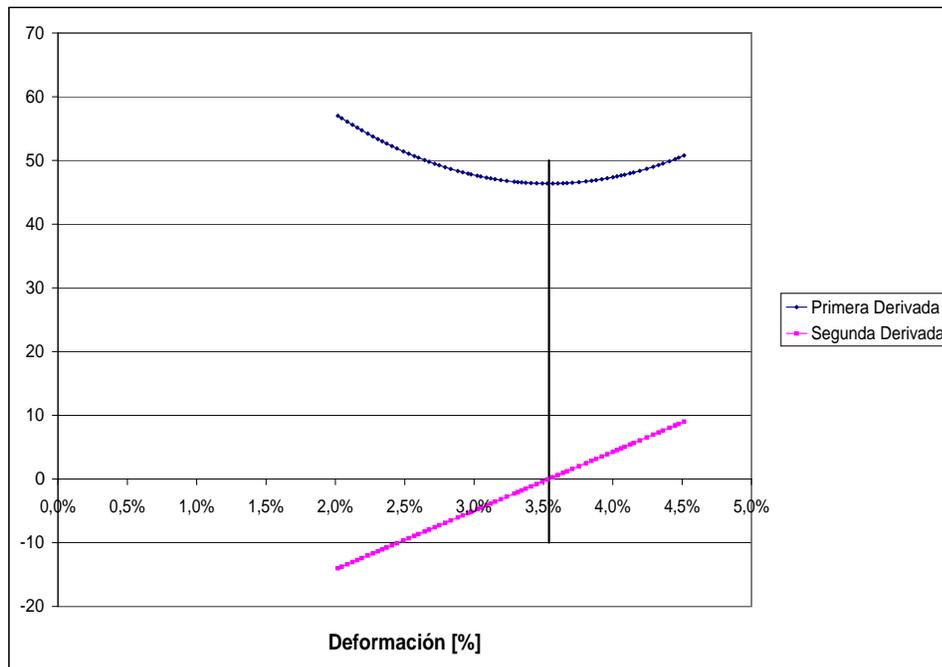


Figura 5.11: Primera y Segunda derivadas a 5°C en el tramo 2%-4,5%.

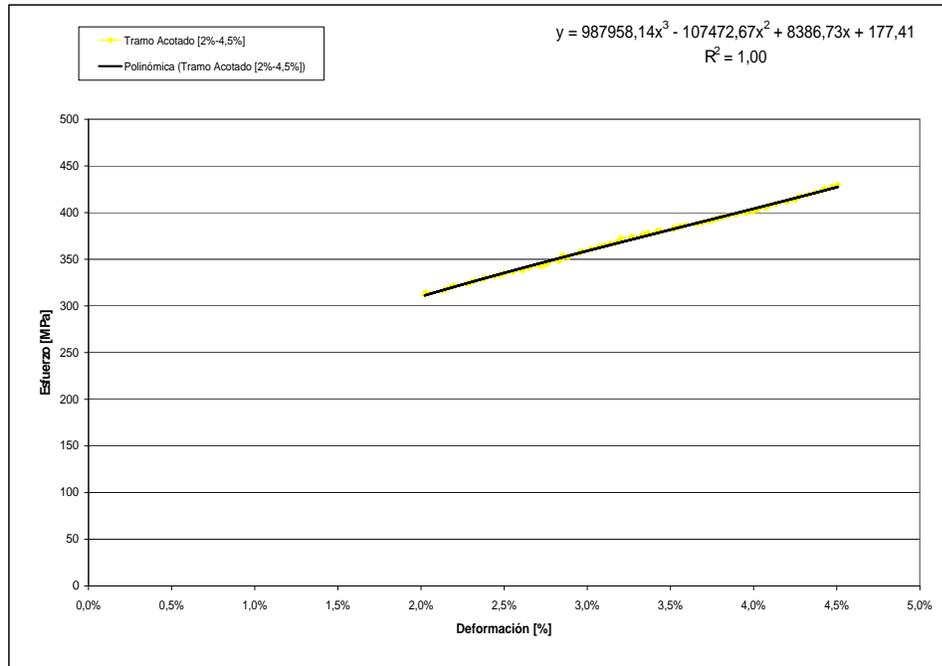


Figura 5.12: Ajuste Polinomial de la curva de compresión a 20°C en el tramo 2%-4,5%.

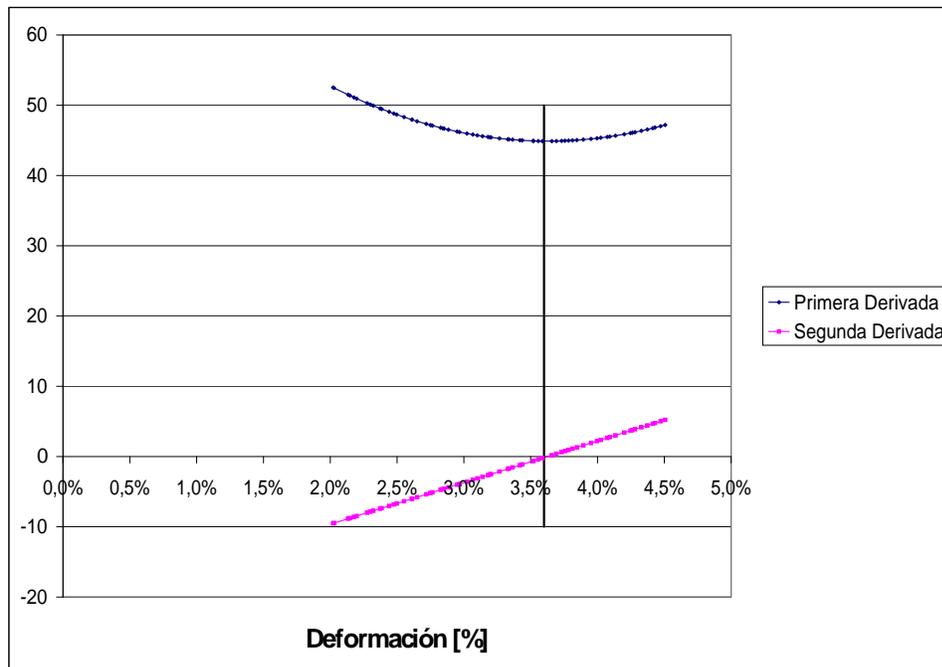


Figura 5.13: Primera y Segunda derivadas a 20°C en el tramo 2%-4,5%.

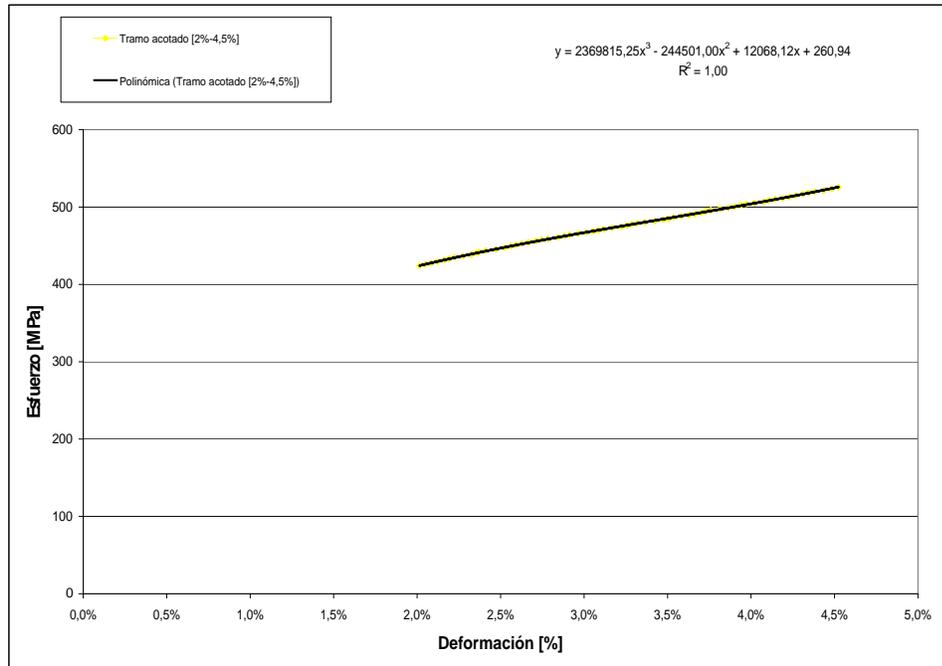


Figura 5.14: Ajuste Polinomial de la curva de compresión a 50°C en el tramo 2%-4,5%.

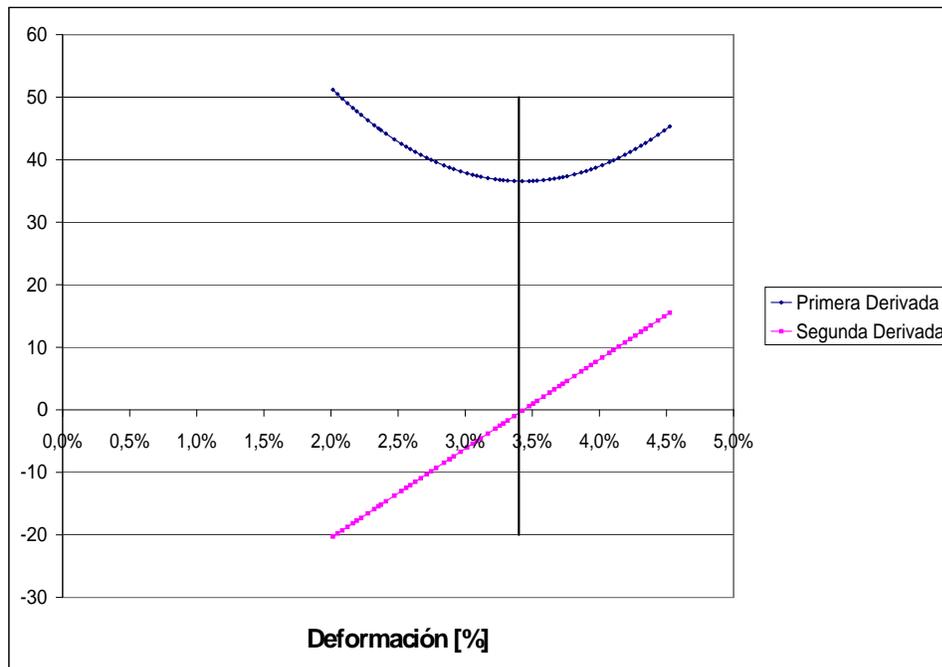


Figura 5.15: Primera y Segunda derivadas a 50°C en el tramo 2%-4,5%.

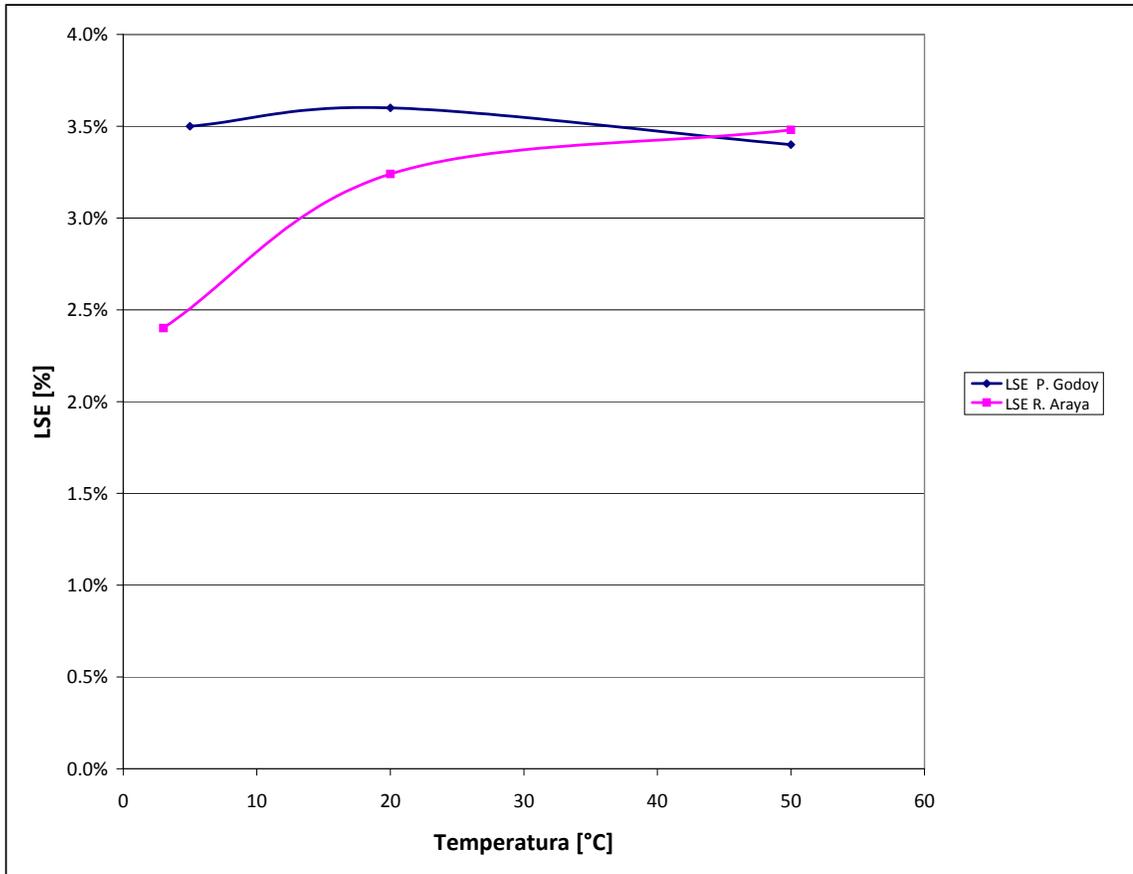


Figura 5.16: Límite Superelástico en función de la temperatura.

Los límites superelásticos encontrados con esta metodología son bastantes consecuentes con los encontrados por los estudios de Mir [11] quién no encontró el límite antes del 3,3%, y Araya [13] quién encontró valores similares. En nuestro estudio no se visualiza una dependencia clara del límite con la temperatura del ensayo (ver figura 5.16), aunque por ejemplo en el caso de Araya [13], el límite tiende a aumentar junto con la temperatura (ver figura 5.16). El comportamiento que se verifica en todos los estudios es el aumento del esfuerzo de transformación, en todos los casos este esfuerzo aumenta al incrementar la temperatura o sea $T \uparrow \Rightarrow \sigma_{LSE} \uparrow$. Este comportamiento se verifica observando las curvas superpuestas de deformación a distintas temperaturas (ver figuras 5.6 y 5.7), donde se observa que las curvas de mayor temperatura están por sobre las de menor temperatura, lo que implica que $\sigma_{LSE50^{\circ}C} \geq \sigma_{LSE20^{\circ}C} \geq \sigma_{LSE5^{\circ}C}$.

5.3. Resultados Microscopía Óptica

Se realizó microscopía óptica a las probetas deformadas hasta un 12%. En todas las probetas se observan formaciones de martensita con forma de aguja causadas por la deformación (ver figura 5.17).

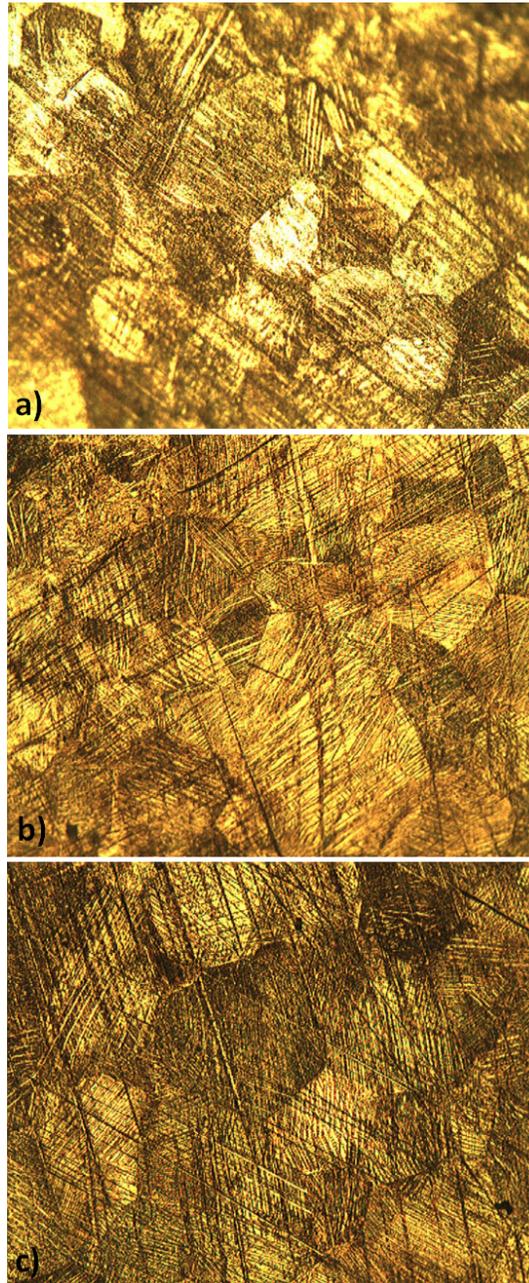


Figura 5.17: **a)**Microscopía óptica realizada a una probeta deformada hasta un 12% a 5°C. **b)**Microscopía óptica realizada a una probeta deformada hasta un 12% a 20°C. **c)**Microscopía óptica realizada a una probeta deformada hasta un 12% a 50°C.

Tabla 5.4: Fracción de volumen de martensita retenida en función de la temperatura del ensayo calculada con el método de conteo de puntos para una malla de 132 puntos.

Temperatura de Deformación	Fracción de Volumen de Martensita Retenida
5°C	43,56 %
20°C	64,02 %
50°C	70,45 %

Tabla 5.5: Nivel de Recuperación post Tratamiento Térmico

Temperatura de Deformación	Deformación	Deformación post-TT
5°C	8 %	0 %
20°C	8 %	0 %
50°C	8 %	0 %
5°C	12 %	3,72 %
20°C	12 %	1,5 %
50°C	12 %	0,5 %

5.3.1. Análisis

Se observa en la tabla 5.4 que la concentración de martensita retenida observada tiende a aumentar con el incremento de la temperatura. Esto puede deberse principalmente, por un lado, a que a menores temperaturas de deformación hay menor movilidad atómica, los planos atómicos se mueven más lentamente, así una cantidad menor de martensita por deformación alcanza a formarse durante la compresión.

Por otro lado, se está deformando en el rango donde existe deformación plástica permanente y puede ser que la acumulación de defectos producto de la deformación, en particular dislocaciones, impide el crecimiento de agujas de martensita. Aunque este proceso afecta también a las otras muestras deformadas a mayores temperaturas, al parecer tiene una mayor incidencia en la formación de martensita a menores temperaturas.

5.4. Resultados Recuperación de Forma por Tratamiento Térmico

Se aplicó un tratamiento térmico a 6 probetas para 2 niveles de deformación 8 % y 12 %, el cual consistió en un recocido a 500°C por una hora obteniéndose los siguientes resultados de deformación post tratamiento térmico (ver tabla 5.5).

5.4.1. Análisis

Del gráfico 5.18 se observa que para un 12 % de deformación la deformación post tratamiento térmico aumenta al disminuir la temperatura, lo que principalmente se debe a una menor cantidad de martensita retenida antes del tratamiento térmico. Este resultado es coherente con lo observado en la microscopía óptica.

También se confirma que el límite post-superelástico para las 3 temperaturas de deformación se encuentra cercano al 8 %, dado que las probetas recuperaron totalmente el largo inicial pre ensayos de compresión.

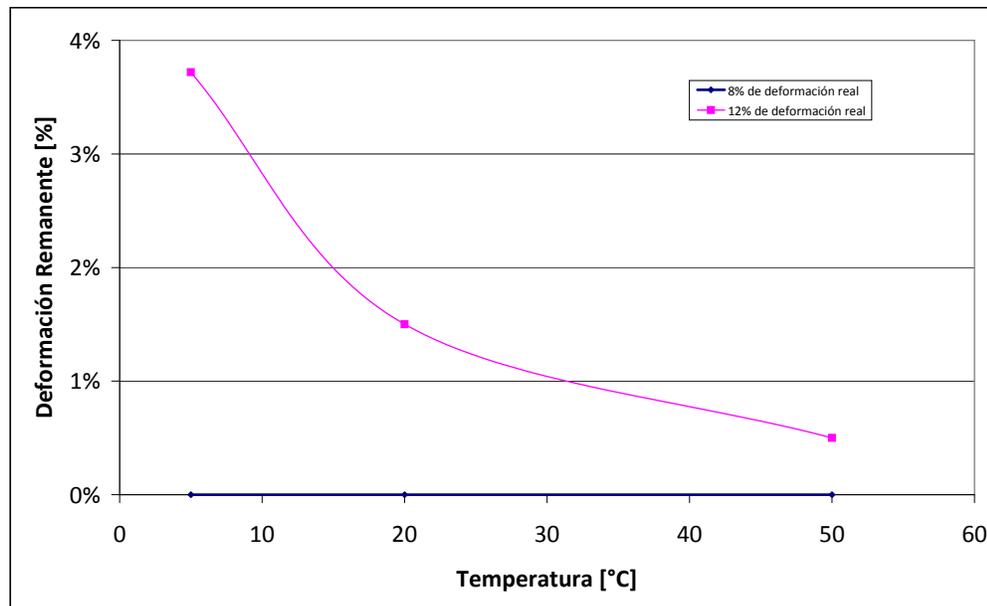


Figura 5.18: Las curvas muestran el nivel de deformación post descarga luego de aplicar un tratamiento térmico a probetas deformadas hasta un 8% y 12%.

5.5. Resultados DSC

5.5.1. DSC para 5°C

A continuación se muestran los ciclos DSC para la probeta deformada hasta un 15% a 5°C:

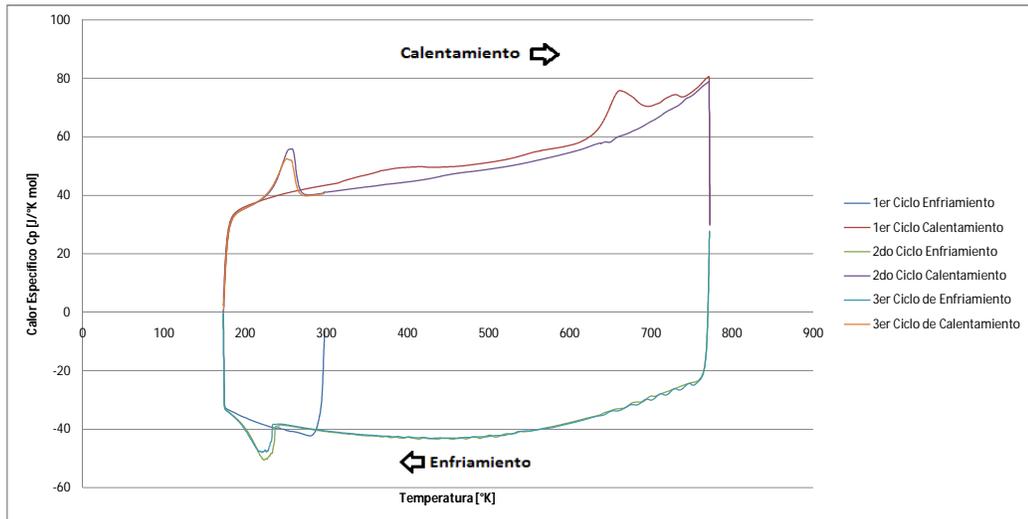


Figura 5.19: Ciclos de enfriamiento y calentamiento para una probeta deformada hasta un 15% a 5°C.

5.5.2. DSC para 20°C

A continuación se muestran los ciclos DSC para la probeta deformada hasta un 15% a 20°C:

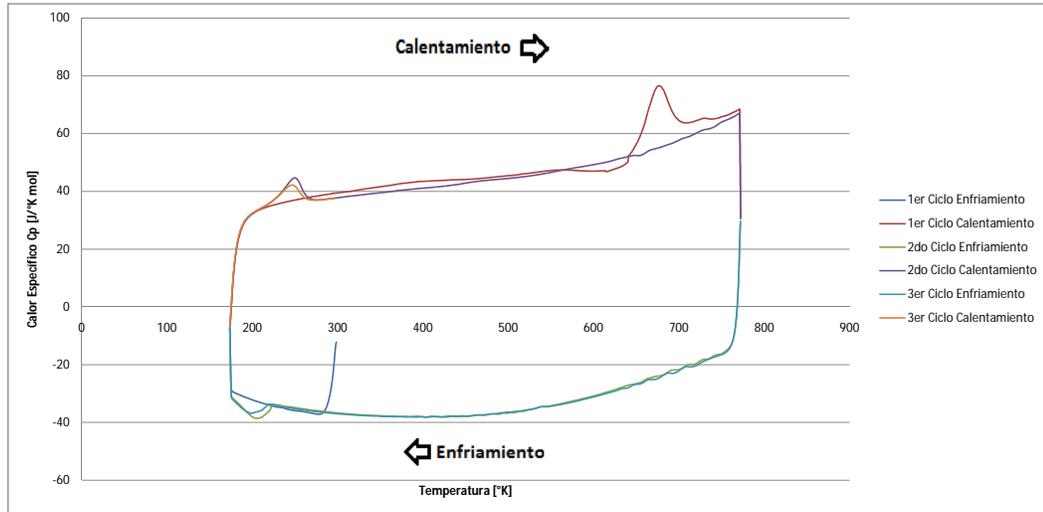


Figura 5.20: Ciclos de enfriamiento y calentamiento para una probeta deformada hasta un 15% a 20°C.

5.5.3. DSC para 50°C

A continuación se muestran los ciclos DSC para la probeta deformada hasta un 15% a 50°C:

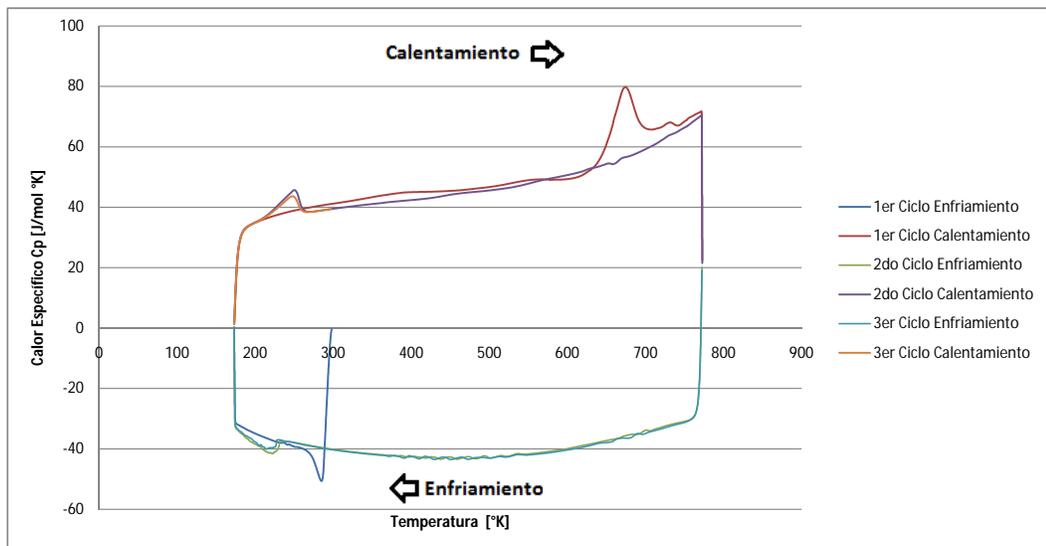


Figura 5.21: Ciclos de enfriamiento y calentamiento para una probeta deformada hasta un 15% a 50°C.

5.5.4. Energías Intercambiadas y Temperaturas de Transformación

En la tabla 5.6 se muestran las energías intercambiadas durante las transformaciones de fase en los ciclos de enfriamiento (Q_e) y calentamiento (Q_c) además de las temperaturas de inicio de transformación austenítica (A_s) y martensítica (M_s) y las temperaturas de término de transformación austenítica (A_f) y martensítica (M_f).

Para las tres temperaturas de deformación, en el primer ciclo de calentamiento se observa un comportamiento diferente, apareciendo un diferencial de energía transferida a lo largo de casi toda la curva de calentamiento. Así, estas energías se dividen en tres: Q_{PG} , la cual es la energía aproximada del peak grande ubicado cerca del final de la curva de calentamiento, Q_{PP} , la cual es la energía del peak pequeño que está ubicado inmediatamente al lado del peak grande en la curva de calentamiento, cada uno de estos peaks con sus respectivas temperaturas de inicio de transformación, T_{iPG} y T_{iPP} , y término de transformación, T_{tPG} y T_{tPP} . También se define una energía intermedia, $Q_{Intermedio}$, que abarca toda la curva de calentamiento hasta el inicio del peak grande.

Todas estas energías y temperaturas definidas en el párrafo anterior fueron calculadas y están detalladas en la tabla 5.6.

Tabla 5.6: Energías Intercambiadas y Temperaturas de Transformación

Ciclo	Temperatura de Deformación	Q_e J/mol	M_s $^{\circ}K$	M_f $^{\circ}K$	Q_c J/mol	A_s $^{\circ}K$	A_f $^{\circ}K$	$Q_{Intermedio}$ J/mol	Q_{PG} J/mol	Q_{PP} J/mol	T_{iPG} $^{\circ}K$	T_{iPG} $^{\circ}K$	T_{iPP} $^{\circ}K$	T_{iPP} $^{\circ}K$
1er Ciclo	5°C	35,06	186	287,6	-	-	-	1290,4	726,2	154,3	625,3	710,2	691,2	743,5
1er Ciclo	20°C	37,6	212,6	283,1	-	-	-	417,7	732,8	164,3	640,8	709,6	695,5	747,9
1er Ciclo	50°C	189,7	203,9	288,8	-	-	-	480,3	821,9	181,5	632,8	705,6	685,9	748
2do Ciclo	5°C	396,9	176,1	263,2	432,2	203,9	277,4	-	-	-	-	-	-	-
2do Ciclo	20°C	158,5	176,8	222,9	230,8	203,6	277,8	-	-	-	-	-	-	-
2do Ciclo	50°C	187,3	174,3	241,5	274,1	196,7	281,5	-	-	-	-	-	-	-
3er Ciclo	5°C	350,2	175,5	247,9	368,9	203,3	271,4	-	-	-	-	-	-	-
3er Ciclo	20°C	109,9	175,8	218,9	159,2	209,6	269,1	-	-	-	-	-	-	-
3er Ciclo	50°C	126,6	174,6	242,5	213,7	197,7	283,9	-	-	-	-	-	-	-

5.5.5. Análisis

Para este análisis se debe tener claro que mientras una muestra es más deformada las entalpías de transformación disminuyen. Un ejemplo de esto fue determinado en el trabajo de R. Araya [13], en el cual se muestran los primeros ciclos para 6 ensayos (ver figura 5.22), cada ensayo a distintos niveles de deformación.

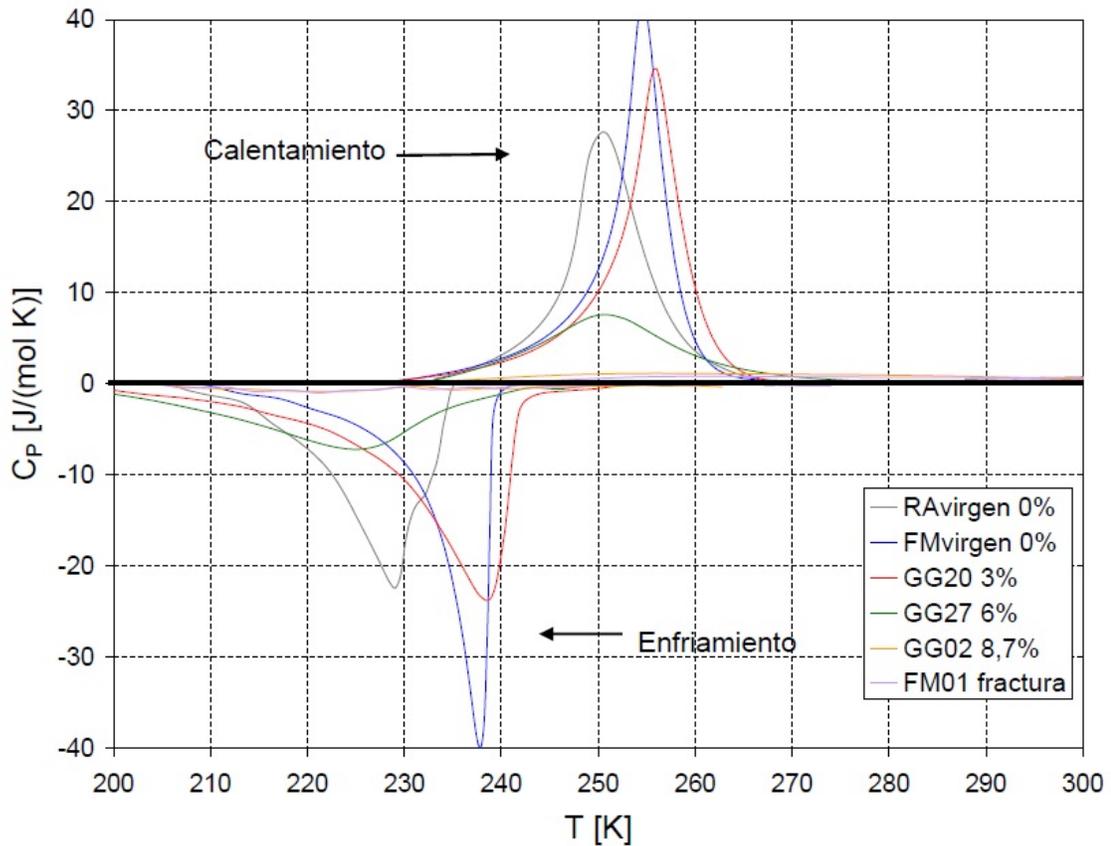


Figura 5.22: Primer ciclo de las curvas de DSC correspondientes a las transformaciones martensítica y austenítica con deformación plástica previa e: 0% (RA y FM virgen), 3,07% (GG20), 5,98% (GG27), 8,86% (GG02) y 10,71% hasta la fractura (FM01).

Esto se entiende porque la deformación plástica de la austenita afecta la transformación martensítica en dos maneras [3], que se detallan a continuación:

- ◇ El volumen de la fase madre decrece a medida que es sometida a una deformación mayor.
- ◇ El incremento de la densidad de dislocaciones causa un incremento en el trabajo requerido para propagar la interfaz austenita-martensita.

En nuestro caso solo se analiza un nivel de deformación, 15%, además se debe considerar que en ensayos de compresión se pueden alcanzar deformaciones mu-

cho mayores que en ensayos de tracción. Estas consideraciones son esenciales para entender los resultados de las curvas calorimétricas que se obtuvieron en el presente trabajo.

Como se mencionó anteriormente, a mayor deformación, la energía de transformación es menor. Como bien sabemos la energía de transformación es el área resultante bajo algún peak localizado. En nuestro caso, en el primer ciclo calorimétrico, se observa que la deformación es tan grande, que para los rangos de temperatura donde debiera haber alguna transformación, no se encuentra ningún peak que indique esto (ver figuras 5.19, 5.20 y 5.21), salvo en el ciclo de enfriamiento de la probeta deformada a 50°C (ver figura 5.21).

Sin embargo, en los ciclos posteriores (2do y 3ro), se encuentran los respectivos peaks en el rango de temperaturas donde se espera que aparezcan (ver figuras 5.19, 5.20 y 5.21). Este comportamiento se explica dado que en nuestro caso, los ciclos de calentamiento se realizan hasta una temperatura de 500°C. En los rangos de esta temperatura dentro del material ocurren fenómenos como por ejemplo recristalización, que permite el reacomodamiento de dislocaciones, permitiendo la movilidad de la interfase martensita-austenita, produciéndose así la transformación. Las energías asociadas a estas transformaciones se ven reflejadas por los peaks observados al final de la curva de calentamiento del primer ciclo (ver figuras 5.19, 5.20 y 5.21), donde se localizan claramente, para las tres temperaturas de deformación, dos peaks al final de la curva, un peak grande y otro peak pequeño, además de una diferencia de energía ($Q_{Intermedio}$) a lo largo de casi toda la curva hasta el comienzo del peak grande.

La energía $Q_{Intermedio}$, puede estar asociada a la eliminación de defectos puntuales (como vacancias), producidos durante el proceso de deformación de las probetas. La transformación de martensita a austenita y la recristalización pueden estar repartidas en la energía conjunta del peak grande y el peak pequeño ($Q_{PG} + Q_{PP}$). Sin embargo, la energía del peak pequeño es del orden de magnitud de las transformaciones de martensita a austenita observadas en los ciclos subsecuentes, por lo cual existe la posibilidad de que el peak grande esté asociado solo al fenómeno de recristalización y el peak pequeño esté asociado a la transformación de martensita a austenita.

Las energías conjuntas (Q_{PG} , Q_{PP} y $Q_{Intermedio}$) en el primer ciclo de calentamiento, para las 3 temperaturas, son muy grandes (ver figuras 5.19, 5.20 y 5.21), por lo que se requiere una energía cerca de 6 veces mayor que la energía convencional para lograr la transformación de martensita a austenita, así esto se logrará solo en

ciclos térmicos de calentamiento de alta temperatura.

Un comportamiento similar es observado en el trabajo de A. Durán [1], quién trabajó con la misma aleación pero realizando ensayos de tracción. La curva DSC obtenida para la probeta deformada hasta un rango cercano a la fractura (ver figura 5.23), presenta un comportamiento muy similar a las curvas obtenidas en este trabajo. En esta curva (ver figura 5.23) se observa claramente una muy baja energía de transformación en el ciclo de enfriamiento, que a simple vista parece incluso ser nula. En el ciclo de calentamiento no se observa un peak asociado a la transformación austenítica en los rangos de temperatura típicos de esta transformación. En vez de esto, se observa un peak entre los 600°K y 700°K, al igual que en este trabajo, lo que hace pensar en la fuerte influencia del nivel de deformación sobre los rangos de energía y temperatura de la transformación austenítica. Nótese que la deformación cercana a la fractura para ensayos de tracción se encuentra cercana a un 12 % de deformación de la probeta.

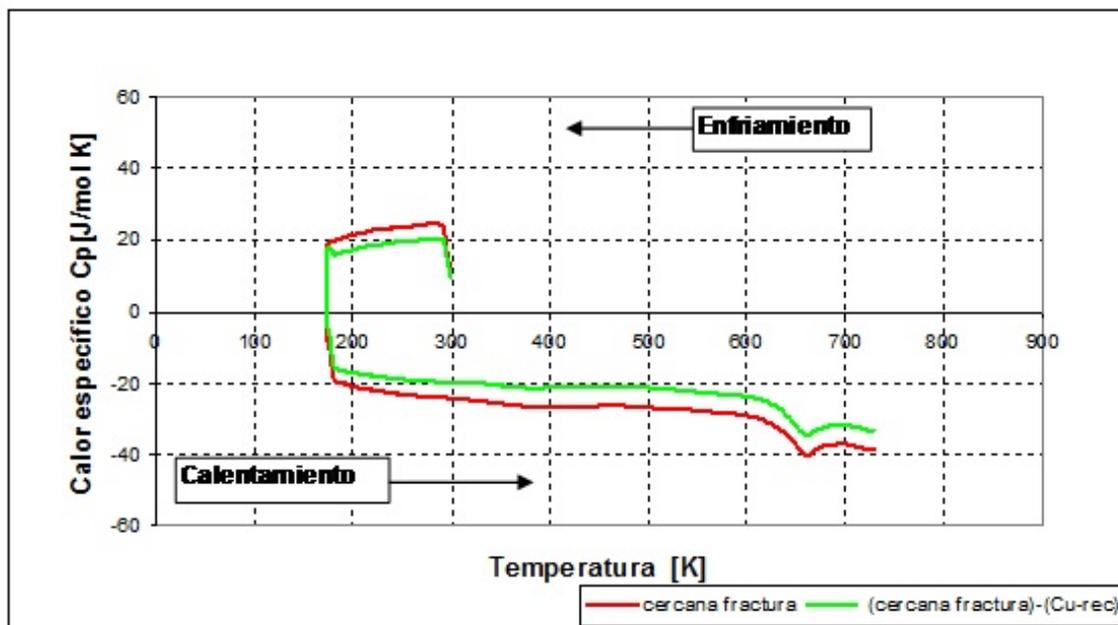


Figura 5.23: Primer ciclo térmico DSC para una probeta deformada hasta un rango cercano a la fractura, realizado por A. Durán [1].

Otro ejemplo de este proceso visualizado a grandes deformaciones, fue observado también en el trabajo de Montecinos y Cuniberti [18], en el cual también aparece este peak a altas temperaturas en el primer ciclo de calentamiento de la curva DSC (ver figura 5.24), de una probeta deformada a 747MPa (cercana al 9 % de deformación). En este caso también aparece un pequeño peak de transformación

en los rangos típicos de temperatura.

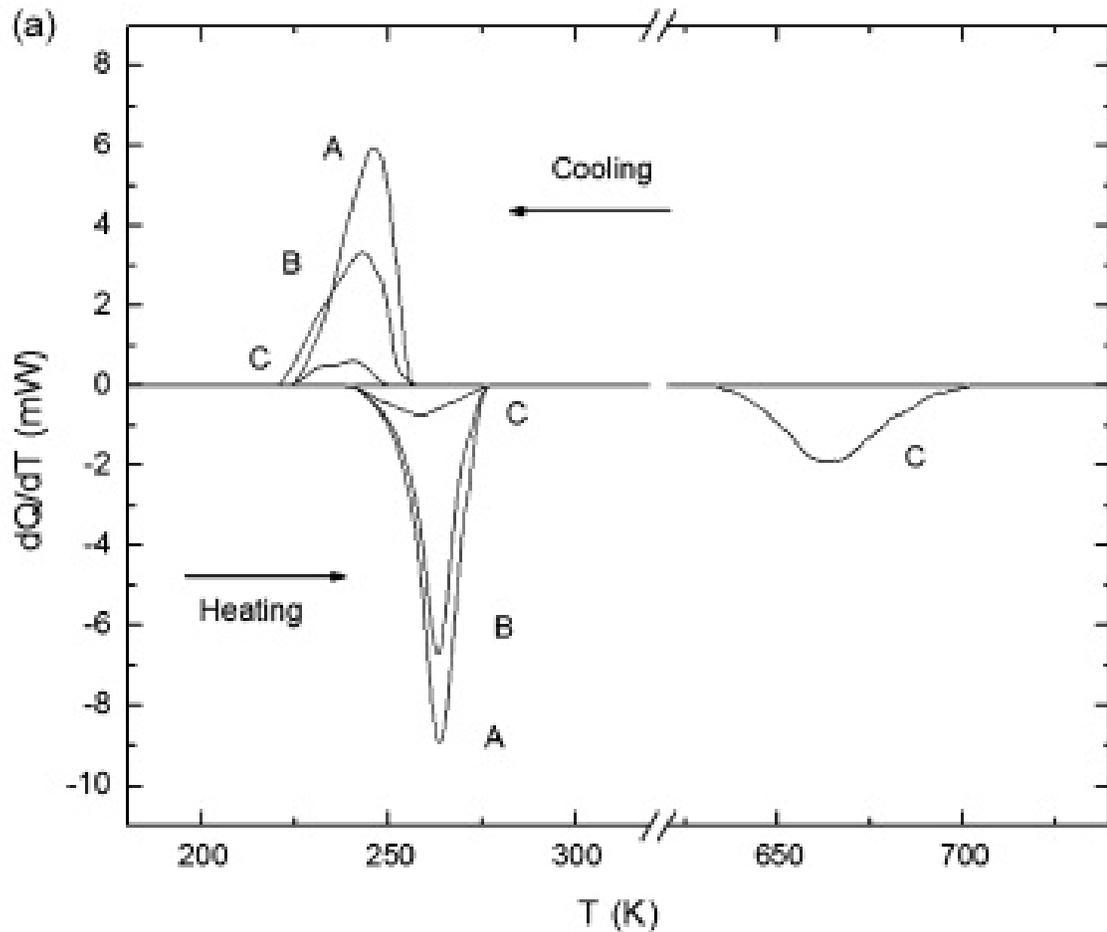


Figura 5.24: Primer ciclo térmico DSC para 3 probetas deformadas hasta: A)0MPa, B)319MPa y C)747MPa, realizado por Montecinos y Cuniberti [18].

Así para un 9% de deformación todavía se observa un pequeño peak en los rangos de temperatura usuales [18], para un 12% de deformación ya no se observa este peak e incluso el peak que aparece a altas temperaturas aumenta en magnitud [1], y para un 15% el primer peak ya no existe y el segundo peak es considerablemente más grande que para un 9% y 12%. Estos resultados muestran que la fase martensítica es mucho más estable para ensayos realizados a grandes deformaciones.

El concepto de estabilización de la martensita corresponde a un aumento o disminución de las temperaturas de inicio o término de los cambios de fase respecto a los valores termodinámicamente estables del material. A temperatura ambiente la transformación martensítica reversible es metaestable, pero a través de un ciclo térmico se logra el estado termodinámico de equilibrio del material [13]. El fenómeno de estabilización puede aparecer debido a un tratamiento térmico y/o

mecánico. Frecuentemente se menciona que existen tres mecanismos que se consideran en el fenómeno de estabilización de la martensita, ellos son mecanismos químicos (disminuyendo vacancias por tratamiento térmico), mecánicos (por deformación plástica) y estructurales (como fallas de apilamiento de la red).

La hiperestabilización es un efecto de estabilización mucho más pronunciado y puede acompañar a la estabilización regular, es decir en una curva calorimétrica podrían aparecer dos efectos de estabilización. Este fenómeno se explica por una transformación que se completa en dos transformaciones parciales, la primera ocurre debido al movimiento atómico reversible usual y la otra a que cierta cantidad de martensita se transforma a través de renucleación de finas láminas de fase austenítica. Este efecto de hiperestabilización indica una fuerte heterogeneidad de la estabilización y no puede explicarse solamente por mecanismos homogéneos de reorden en el volumen de una muestra libre de defectos [13]. Por lo tanto, la hiperestabilización debe estar relacionada con los defectos de la fase martensítica inducidos en el tratamiento térmico o en el mecánico.

Viendo estos resultados en otras investigaciones, se hace imposible negar el efecto de la deformación plástica en la transformación de martensita a austenita a alta temperatura. Esta transformación a alta temperatura ha sido investigada en monocristales de CuAlBe [16], y ha sido asociada al llamado efecto de hiperestabilización de la martensita inducida por esfuerzo, debido a la interferencia del movimiento de la interface martensita/austenita debido a la gran concentración de dislocaciones y a la renucleación laminar de la fase β (austenita). La hiperestabilización sólo se ha encontrado en probetas con deformación plástica. Así las dislocaciones producidas por esta deformación, producen una fuerte inhibición del movimiento de las interfases.

Es interesante el estudio de las energías y temperaturas de transformación y su dependencia con la temperatura del ensayo. En general para los ciclos de enfriamiento las energías de transformación disminuyen con la temperatura del ensayo pero esto no es atribuible a la temperatura del ensayo, sólo es atribuible para los resultados del primer ciclo en el cual se observa que la energía aumenta con la temperatura (ver figura 5.25). Sin embargo existe la probabilidad de que este aumento sea un error de medición del equipo DSC dado que para 5°C y 20°C esta energía es bastante estable y para 50°C la energía tiene un salto grande. A esto se suma que los rangos de temperatura para la transformación a martensita deberían disminuir con este nivel de deformación y no aumentar como es en este caso (ver figuras 5.26 y 5.27).

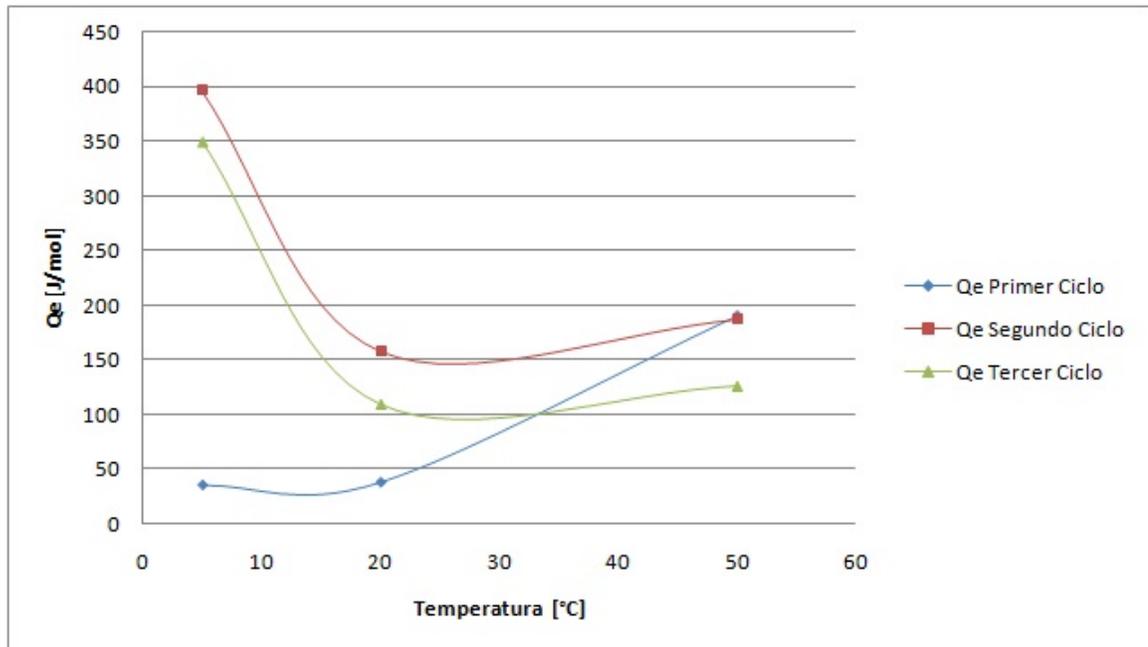


Figura 5.25: Energías de transformación martensítica para una probeta deformada hasta un 15% en función de la temperatura del ensayo.

Las temperaturas de inicio como término de la transformación martensítica tienden a mantenerse en función de la temperatura, (ver figuras 5.26 y 5.27).

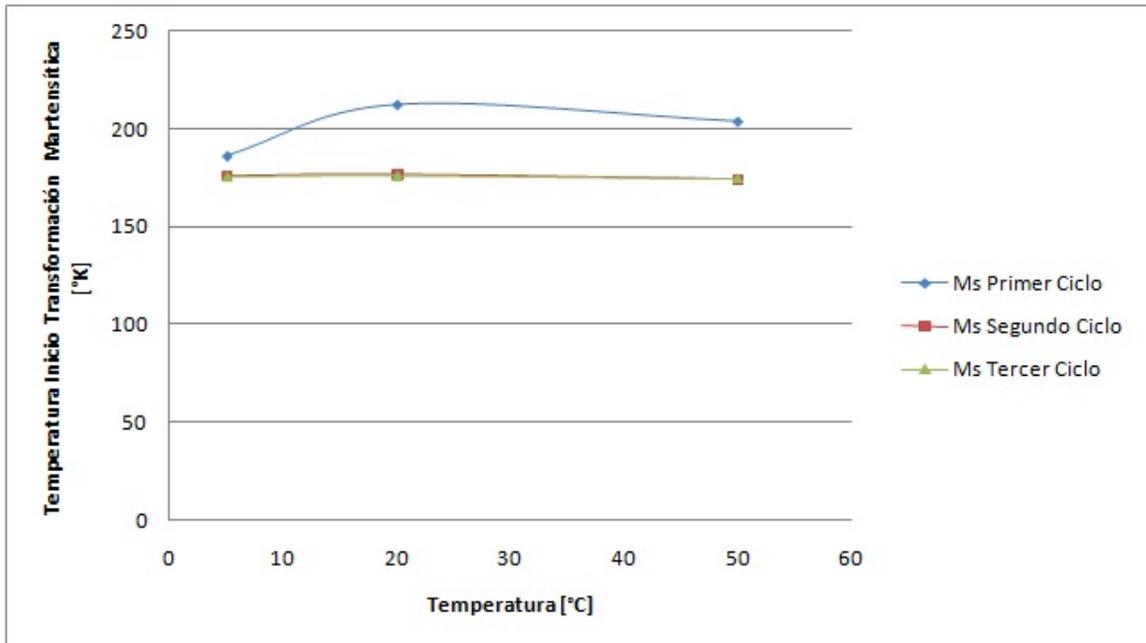


Figura 5.26: Temperaturas de inicio de la transformación martensítica para una probeta deformada hasta un 15 % en función de la temperatura del ensayo.

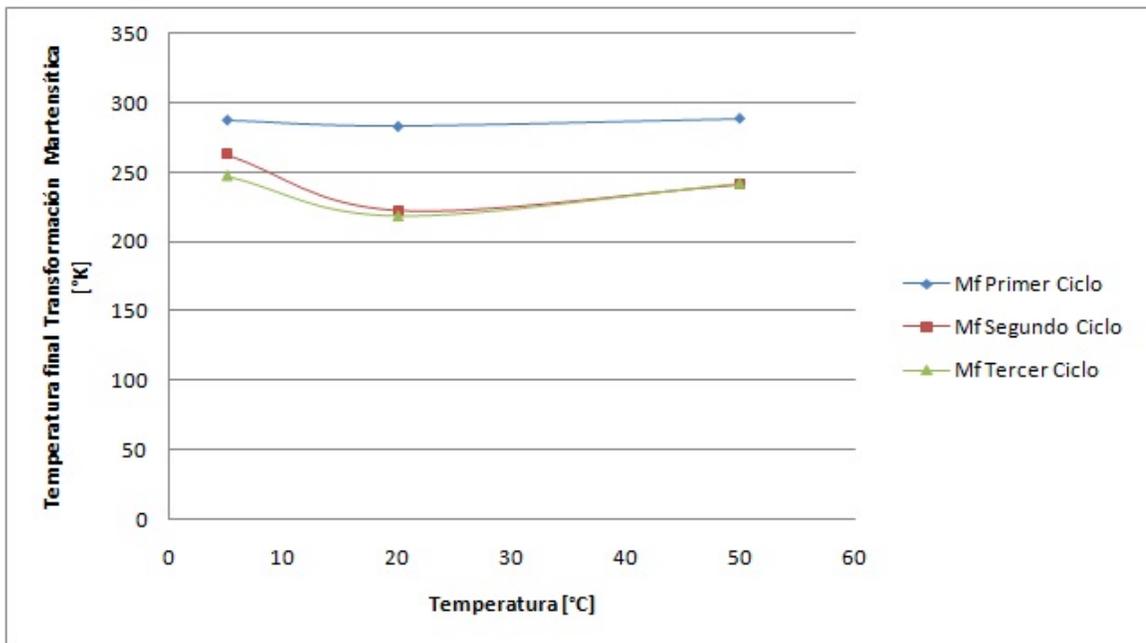


Figura 5.27: Temperaturas de término de la transformación martensítica para una probeta deformada hasta un 15 % en función de la temperatura del ensayo.

Asimismo, para los ciclos de calentamiento las energías de transformación tienen una tendencia similar a la disminución, con el aumento de la temperatura del en-

sayo (ver figura 5.28).

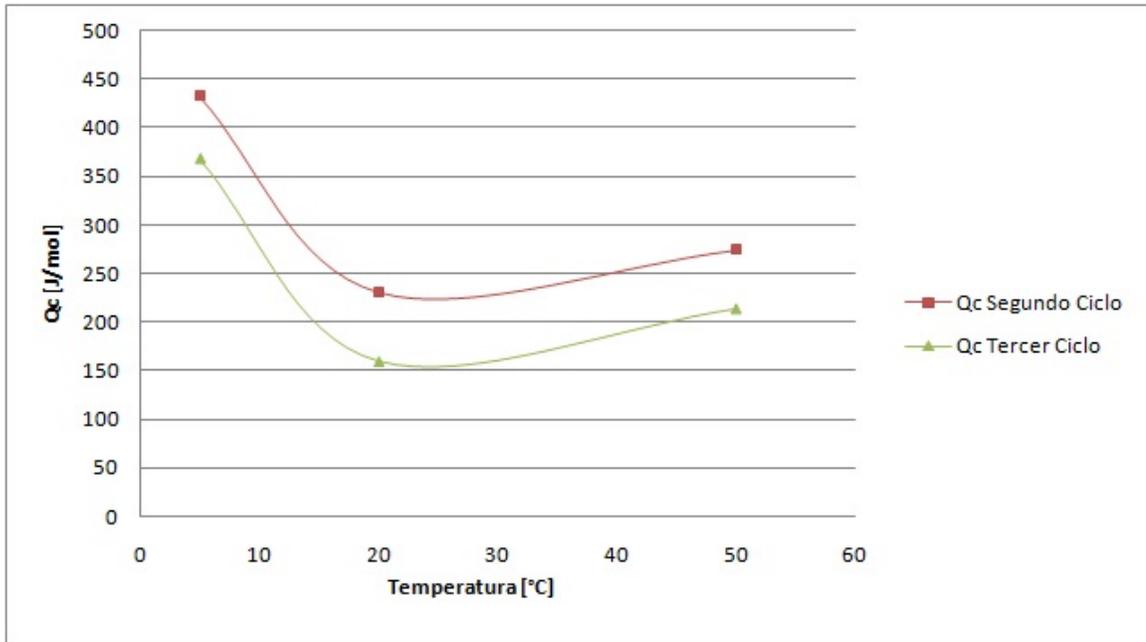


Figura 5.28: Energías de transformación austenítica para una probeta deformada hasta un 15% en función de la temperatura del ensayo.

Sin embargo, las temperaturas de inicio y término de transformación austenítica muestran una tendencia más hacia mantenerse en vez de hacia una disminución (ver figuras 5.29 y 5.30).

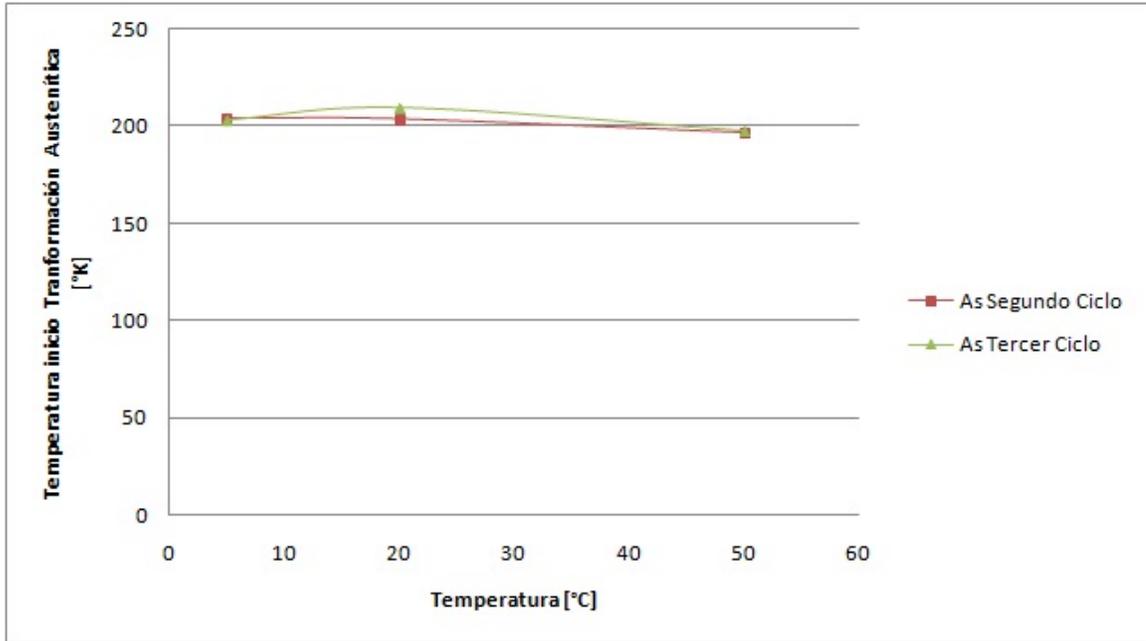


Figura 5.29: Temperaturas de inicio de la transformación austenítica para una probeta deformada hasta un 15 % en función de la temperatura del ensayo.

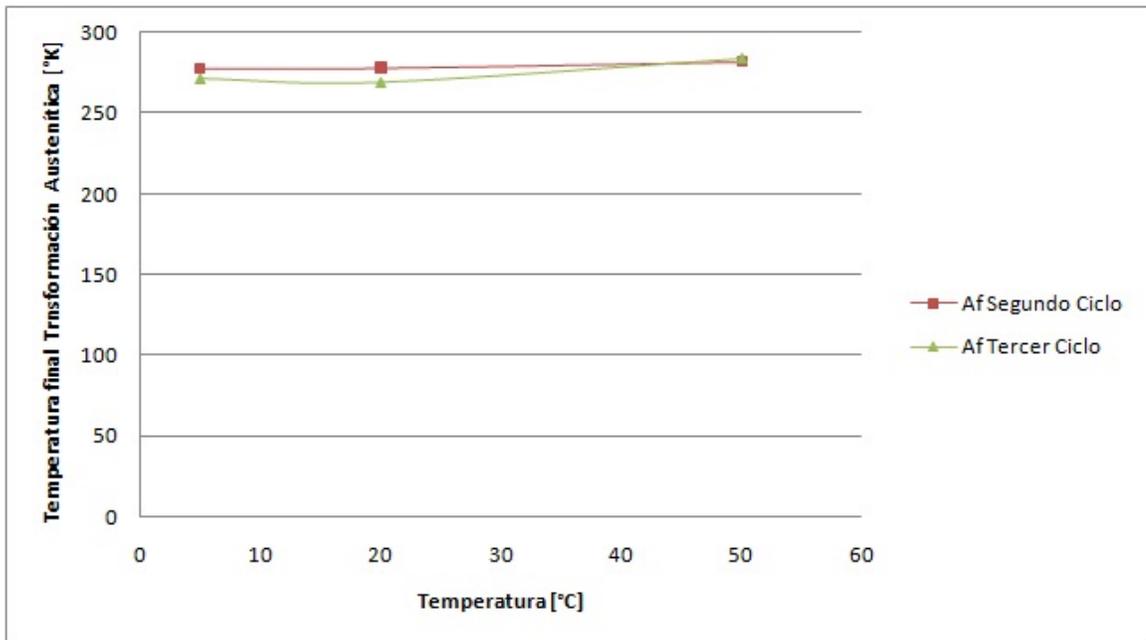


Figura 5.30: Temperaturas de término de la transformación austenítica para una probeta deformada hasta un 15 % en función de la temperatura del ensayo.

Todos estos resultados pueden indicar que a mayor temperatura de ensayo, la cantidad de martensita que se alcanza a formar es mayor debido al aumento del es-

fuerzo al aumentar la temperatura del ensayo, todo esto, una vez que se termina la estabilidad de la austenita debido a la aplicación de este esfuerzo. Esto explicaría la menor visualización de martensita retenida a menores temperaturas en las probetas deformadas hasta un 12% y también explicaría la aparición del peak en el primer ciclo DSC de enfriamiento de la probeta deformada a 50°C.

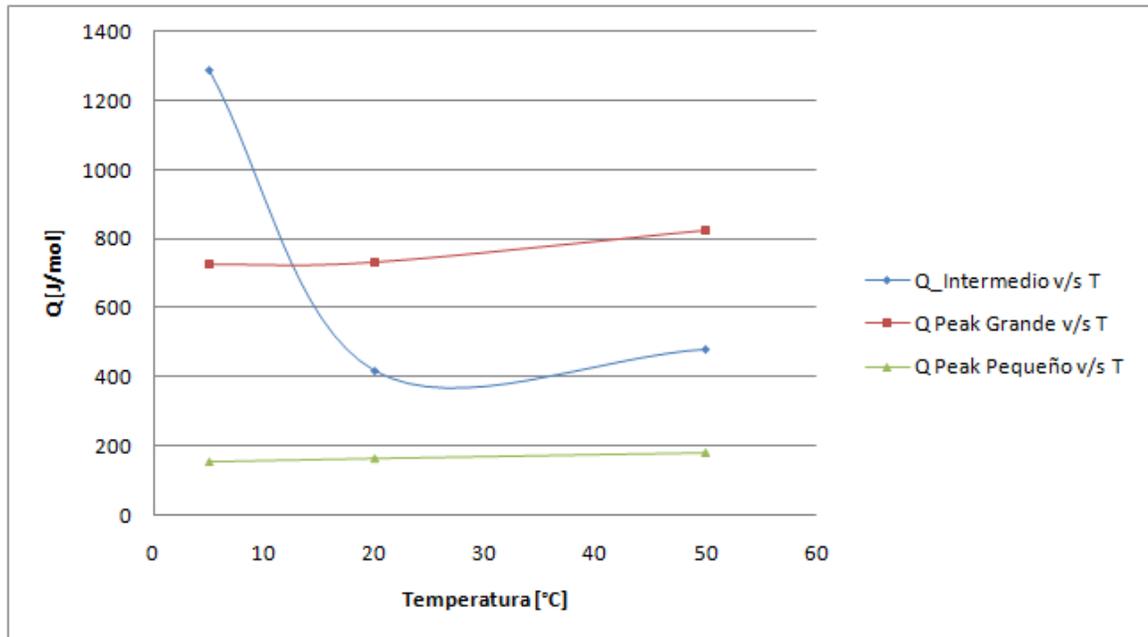


Figura 5.31: Energías intercambiadas en el primer ciclo de calentamiento para una probeta deformada hasta un 15% en función de la temperatura del ensayo.

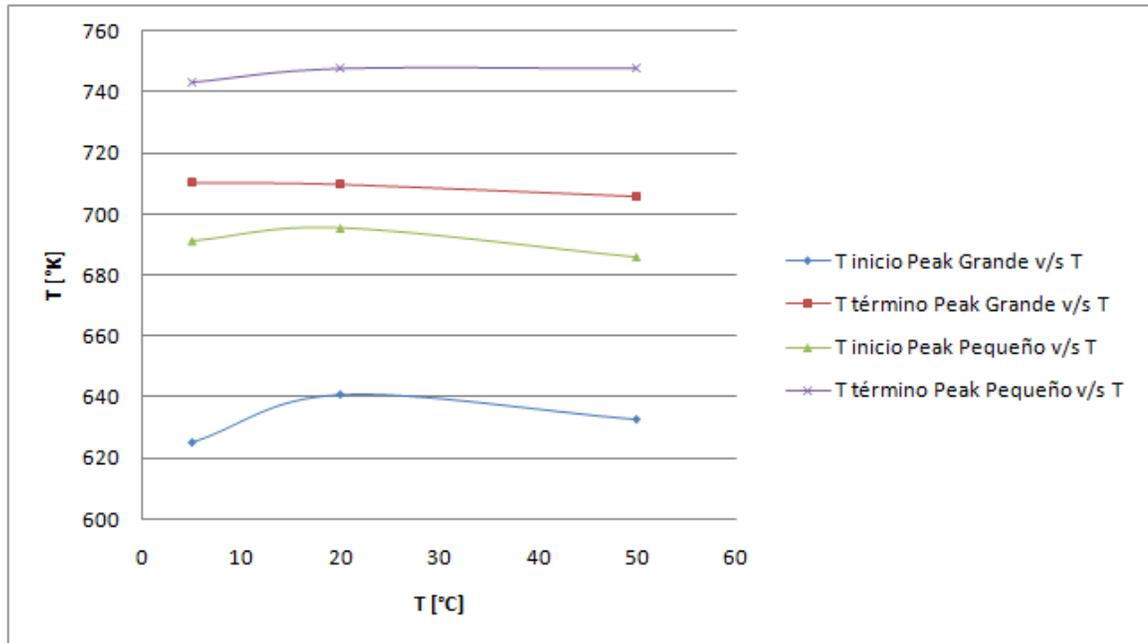


Figura 5.32: Temperaturas de inicio y término de las transformaciones ocurridas en el primer ciclo térmico DSC para una probeta deformada hasta un 15 % en función de la temperatura del ensayo.

En general las temperaturas para el primer ciclo de calentamiento se mantienen relativamente constantes en función de la temperatura y las energías tienden a aumentar aunque no en gran medida (ver figuras 5.31 y 5.32), con la excepción de la energía $Q_{intermedio}$ que disminuye con la temperatura del ensayo (ver figura 5.31). Este comportamiento hace pensar en una mayor acumulación de defectos a menor temperatura.

Uno de los objetivos del este trabajo era estimar la fracción de fases involucradas, en nuestro caso para una deformación de un 15 %. Esto se realizaría calculando la razón entre las energías de transformación martensítica del primer y segundo ciclo. Sin embargo, dado los resultados de las curvas calorimétricas estos resultados no serían representativos de la real cantidad de martensita retenida. Esto es porque al realizar el cálculo nos encontramos con cosas como que para la probeta deformada a 50°C la cantidad de austenita transformada a martensita en el primer ciclo es mayor que en el segundo ciclo lo que entregaría un 0% de martensita retenida, pero sabemos que esto no es correcto dado, que para estos niveles de deformación debería haber un gran porcentaje de martensita retenida. Esto es otra verificación de que los peaks encontrados en los primeros ciclos de enfriamiento no serían representativos o serían un error de medición del equipo DSC, lo que se verifica por el rango de temperaturas donde se encontraron los peaks (ver figuras 5.26 y

5.27), los cuales, como se mencionó anteriormente, deberían ser menores.

Dados estos resultados se estima que en los primeros ciclos de enfriamiento no hubo transformación, debido a que la gran concentración de dislocaciones impide la formación de nueva martensita inducida por temperatura. Análogamente esta gran concentración de dislocaciones hiperestabiliza la martensita, siendo necesarias grandes temperaturas para la transformación de martensita a austenita.

5.6. Resultados Fractografía

En la realización de experiencias de fractografía, lo ideal es usar elementos de observación que permitan obtener grandes aumentos y buena resolución tridimensional. La microscopía electrónica de barrido (SEM) es ideal para estos propósitos, sin embargo en este estudio, dadas dificultades técnicas y económicas, se optó por el uso de una lupa estereoscópica.

Para cada temperatura se llevó una probeta hasta la fractura por compresión. Similarmente, para las 3 temperaturas se observó un plano de fractura de aproximadamente 45° con respecto a la cara paralela de la probeta (ver figura 5.33), esto es, según un plano donde el esfuerzo de corte es máximo.

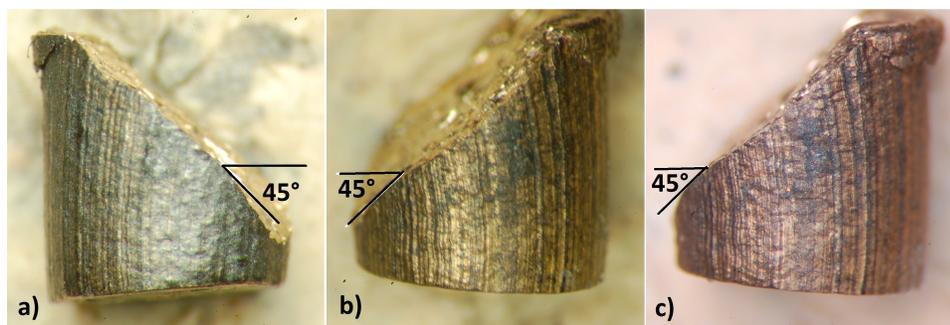


Figura 5.33: Perfil de probetas fracturadas por compresión con aumento de 10x . a): 5°C . b): 20°C . c): 50°C .

En la figura 5.34 se observan las superficies fracturadas para las 3 temperaturas de deformación:

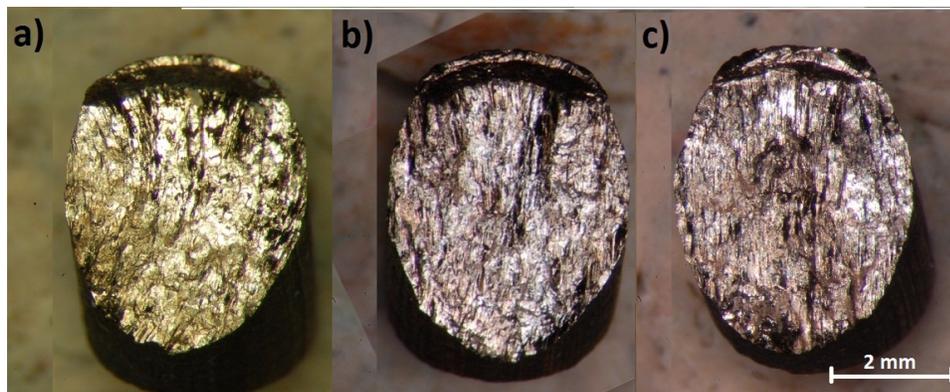


Figura 5.34: Fractografías con aumento de 6,3x; a): Superficie de probeta fracturada a 5°C . b): Superficie de probeta fracturada a 20°C . c): Superficie de probeta fracturada a 50°C .

Estas superficies, se ven bastante brillantes y similares entre sí, por lo que, a nivel microestructural, es complejo notar diferencias producidas por la temperatura

del ensayo. También en los extremos superiores de las 3 probetas se observa una singularidad en forma de meseta.

Sin embargo, a un nivel más macro, se observan algunas diferencias entre las probetas fracturadas. En la figura 5.35 se observan diferentes formas en las superficie de fractura con una tendencia a estructuras más anguladas y rectas al aumentar la temperatura.

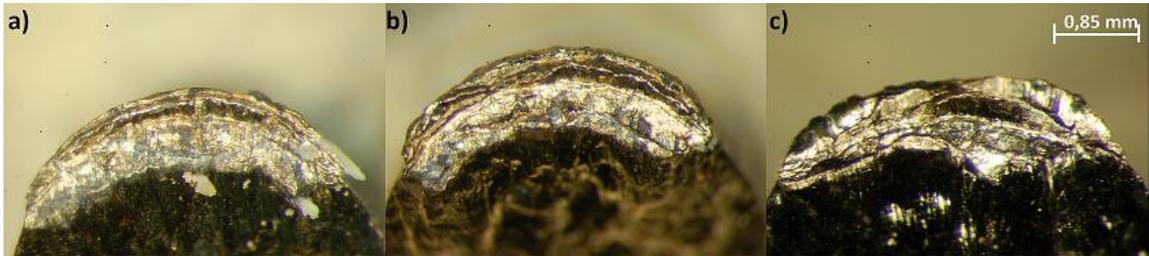


Figura 5.35: Superficie de probetas fracturadas con un aumento de 25x. a): Fractura a 5°C. b): Fractura a 20°C. c): Fractura a 50°C.

Al aumentar el aumento del microscopio estereoscópico, ya no se observan mayores diferencias entre las superficies fracturadas. La figura 5.36 muestra las superficies de las 3 probetas, superficies que son muy similares entre sí, por lo que no se notan diferencias microestructurales dependientes de la temperatura.



Figura 5.36: Superficie de probetas fracturadas con un aumento de 40x. a): Fractura a 5°C. b): Fractura a 20°C. c): Fractura a 50°C.

5.6.1. Análisis

De los resultados de los ensayos de compresión se sabe que a menor temperatura la fractura ocurre para un menor nivel de deformación. Sin embargo, dada la naturaleza de las observaciones, no se encontró la dependencia microestructural de la temperatura que se buscaba. Esto es debido principalmente a la naturaleza del ensayo de compresión. Cuando la probeta se fractura, se divide en dos partes. La parte superior, justo en el momento en el que ocurre la fractura, fricciona la parte inferior. Esta fricción altera la superficie fracturada de las dos mitades, borrando,

cubriendo o cambiando las características microestructurales de ambas superficies. Así, en general, las superficies repujadas no serían aptas para buscar características microestructurales.

Pese a esto, existen algunos puntos de interés en la superficie repujada (figura 5.37). Estos son puntos que no entraron en contacto con la fricción producida por la mitad superior fracturada dado que su plano de fractura se encuentra en un ángulo diferente al plano general de fractura que también es el plano de deslizamiento y fricción entre ambas mitades.

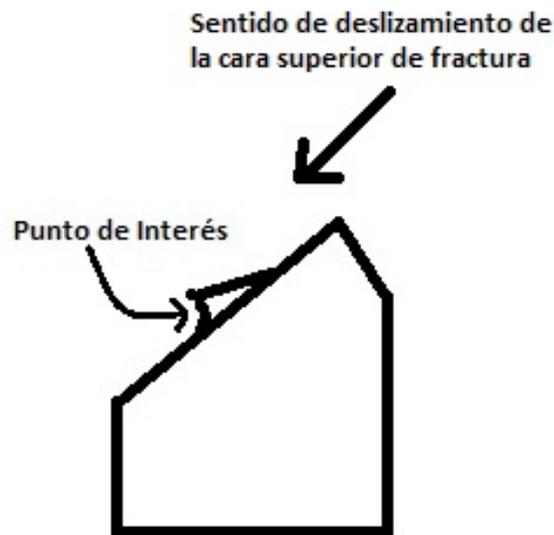


Figura 5.37: Esquema de los puntos de interés, dado que corresponden a zonas escondidas de un escalón que no sufrió roce de la superficie externa.

Para localizar estos puntos en las probetas, estas se deben girar de manera tal que la cara del punto de interés quede paralela al lente de observación. La figura 5.38 muestra uno de estos puntos localizado en una probeta fracturada:

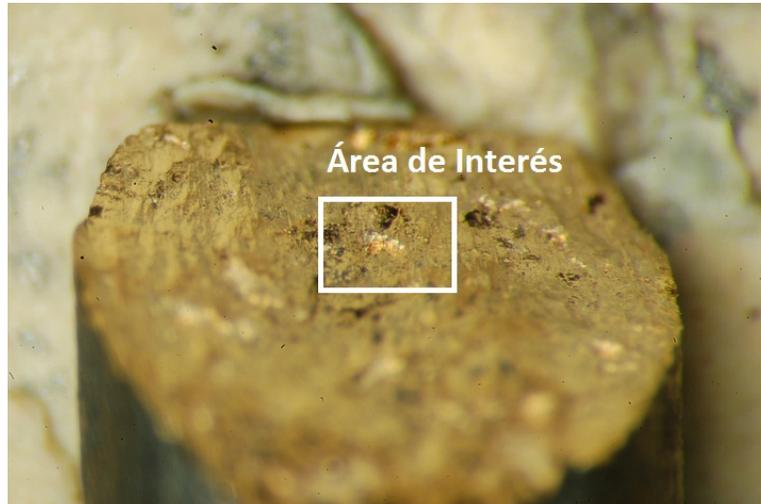


Figura 5.38: Área de interés localizada en una de las probetas fracturadas.

A pesar de que estos puntos son escasos, se pudieron encontrar en las 3 probetas fracturadas. La figura 5.39, muestra las estructuras encontradas en estos puntos para las 3 probetas:

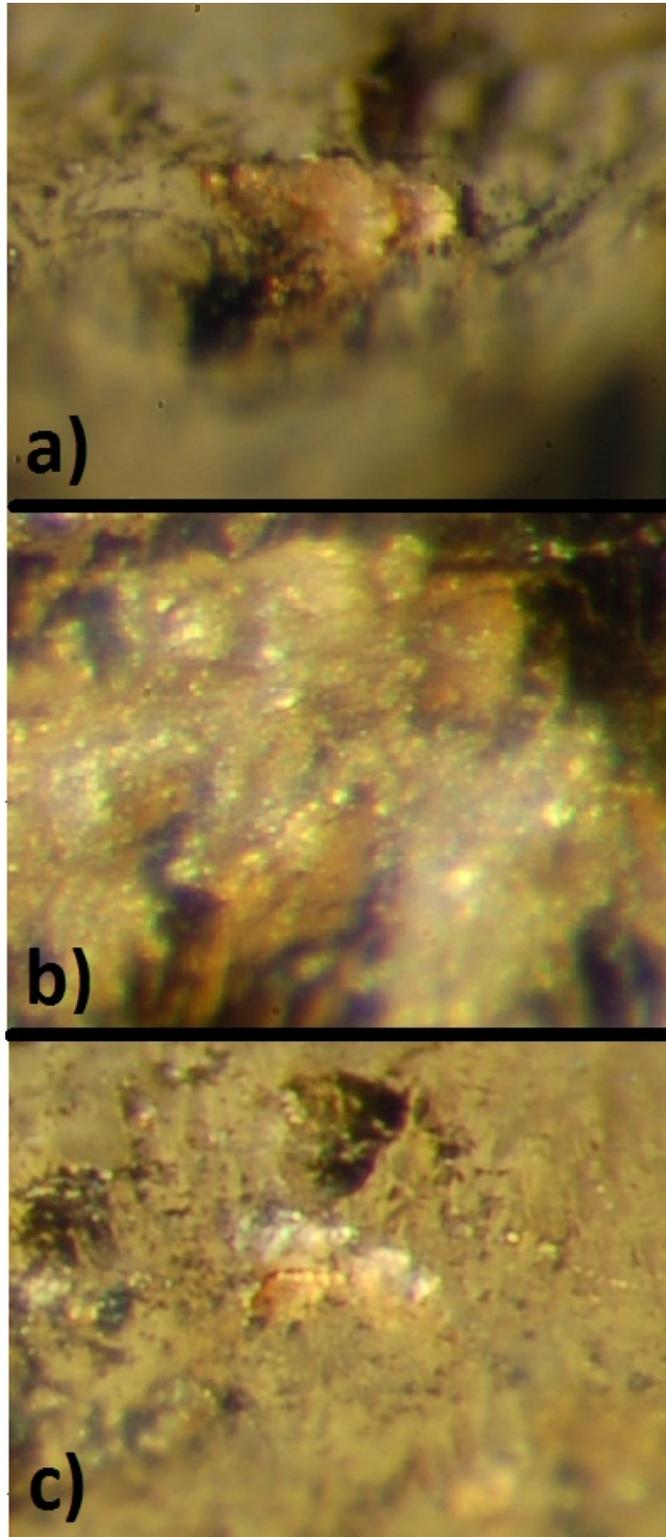


Figura 5.39: a): Microscopía Estereoscópica con aumento de 40x a un punto de interés para una probeta fracturada a; a): 5°C. b): 20°C. c): 50°C.

Si se quiere buscar alguna variación microestructural dependiente de la temperatura de deformación, se deben analizar estos puntos de interés con el instrumental adecuado, como lo sería un microscopio electrónico de barrido. Ello permitiría obtener una resolución y aumento mayores que los usados en este estudio.

Con el instrumento utilizado, no se puede concluir acerca de alguna variación microestructural que dependa de la temperatura. Además los ensayos de compresión ponen una limitación extra produciéndose repujamiento debido al aplastamiento por roce de la superficie del material.

Capítulo 6

Conclusiones

En este capítulo se enunciarán las conclusiones obtenidas del desarrollo de este trabajo:

- ◇ Se logró diseñar y construir el sistema de control de temperatura para la realización de los ensayos. El equipo funcionó correctamente pudiéndose alcanzar temperaturas estables lo que permitió la correcta realización de los experimentos posteriores.
- ◇ Se pudo calibrar correctamente la máquina de compresión Instron lo que permitió la correcta realización y registro de datos de los experimentos posteriores.
- ◇ Después de realizar las pruebas de dureza y micrografía óptica a las barras iniciales, no hay indicios que permitan dudar que ambas barras no sean del mismo material dado que sus características granulares y de dureza son muy similares.

- ◇ Se realizaron todos los ensayos de compresión que se tenían presupuestados para las 3 temperaturas. Se determinó una dependencia de la temperatura para el límite de fractura, encontrándose que la fractura ocurre para menores niveles de deformación a medida que se disminuye la temperatura del ensayo.

De la misma manera la temperatura influye sobre el nivel de recuperación (nivel de deformación post-descarga) de las probetas ensayadas. Se determinó que para menores temperaturas de ensayo las probetas quedan con un nivel de deformación post-descarga mayor, principalmente debido a que a menores temperaturas de deformación el movimiento y acumulación de dislocaciones ocurre antes que en los ensayos realizados a mayores temperaturas, esto debido que a mayores temperaturas la austenita es más estable. Estas dislocaciones impiden la formación de nueva martensita, disminuyendo así el nivel de recuperación post-descarga. También se localizó una fluctuación de este

nivel en torno al 8%, lo que hace pensar en que ese punto es el límite post-superelástico.

Se logró determinar los límites superelásticos, aunque no se logró concluir una dependencia clara de la temperatura de estos límites. Sin embargo son del mismo orden que otros estudios mencionados, en los cuales, el límite superelástico disminuye con la disminución de la temperatura.

- ◇ De los ensayos micrográficos ópticos se concluye principalmente, que a menores temperaturas de deformación hay una menor cantidad de martensita retenida. Esto verifica que a menores temperaturas los niveles de deformación post-descarga sean mayores.
- ◇ Al realizar tratamientos térmicos a probetas deformadas en el rango post-superelástico (8% y 12%), se verificó que el límite post-superelástico se encuentra en torno al 8% y aproximadamente a 600MPa. Además se determinó que para menores temperaturas el nivel de recuperación post-tratamiento térmico es menor que para mayores temperaturas. Esto se debe a que a mayores temperaturas hay una mayor cantidad de martensita retenida que posteriormente se transforma en austenita después del tratamiento térmico.
- ◇ Se obtuvieron las curvas DSC para un nivel de deformación de 15% y para las 3 temperaturas de deformación. De estas curvas se puede concluir, dado que el nivel de deformación es muy elevado, que la concentración de dislocaciones influye directamente sobre las energías y temperaturas de transformación. Se determinó que ésta concentración de dislocaciones era capaz de impedir la formación de martensita durante el primer ciclo de enfriamiento DSC no registrándose la transformación martensítica en los rangos típicos de temperatura. Asimismo, tanto la energía como la temperatura para la transformación austenítica en el primer ciclo son considerablemente mayores, registrándose esto cerca de las temperaturas de recristalización del material, determinándose que este comportamiento se debe al fenómeno de hiperestabilización de la fase martensítica. Dado este comportamiento, no se pueden calcular las fracciones volumétricas de fases con la razón entre las energías de transformación. A pesar de que las temperaturas de transformación austenítica, representadas por la temperatura de inicio y término de los peaks de los primeros ciclos de calentamiento, se mantienen casi iguales con respecto a la temperatura del ensayo, las energías de los peaks del primer ciclo tienden a aumentar y la energía de transformación $Q_{Intermedio}$ tiende a disminuir con la temperatura del ensayo lo que hace pensar en una mayor acumulación de defectos puntuales a menor

temperatura del ensayo.

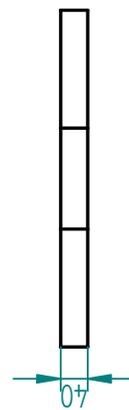
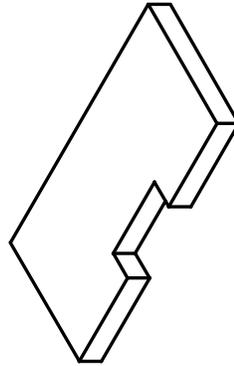
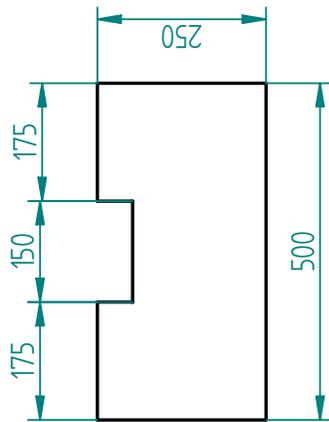
Todos estos resultados indican una tendencia al aumento de la transformación de austenita a martensita al aumentar la temperatura del ensayo mecánico debido a la menor concentración de dislocaciones en los ensayos de compresión a mayores temperaturas, lo que explicaría también el aumento de la concentración de martensita a mayores temperaturas visualizada en la microscopía óptica.

- ◇ Del análisis fractográfico, dada las limitaciones técnicas del equipo con el cual se realizó el estudio y las características abrasivas (sobre las caras fracturadas) de la fractura por compresión, no se puede concluir fehacientemente sobre la incidencia de la temperatura en los mecanismos de fractura o los efectos de la temperatura sobre la microestructura. Sin embargo se localizaron puntos de interés sobre los cuales se podría obtener un resultado más concluyente si se analizan con un medio técnico adecuado, como por ejemplo, microscopía electrónica de barrido.

Apéndice A

Caja Térmica

En este anexo se presentan los planos dimensionales y orden de ensamblaje de la caja térmica utilizada en este estudio.



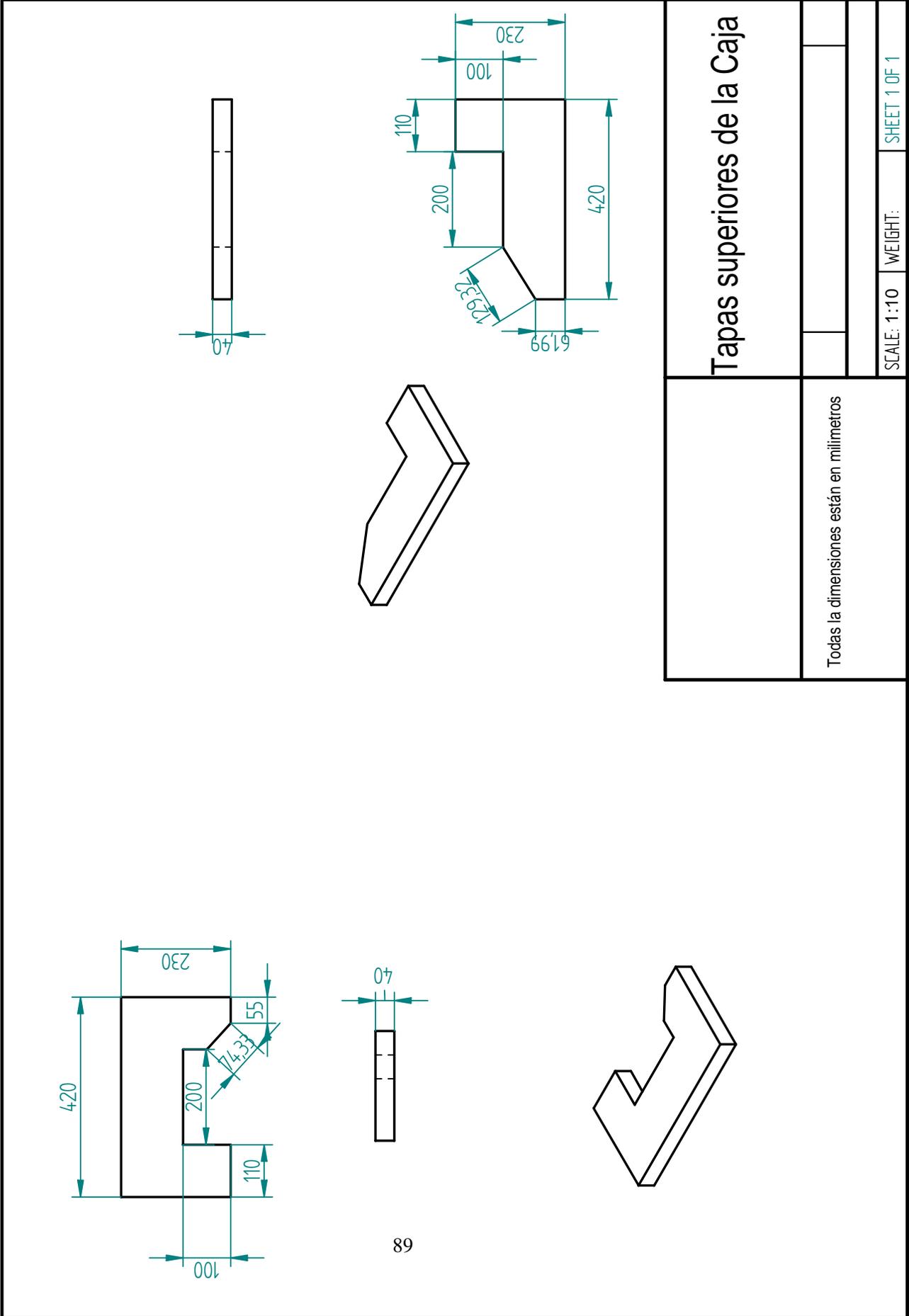
Tapa Inferior

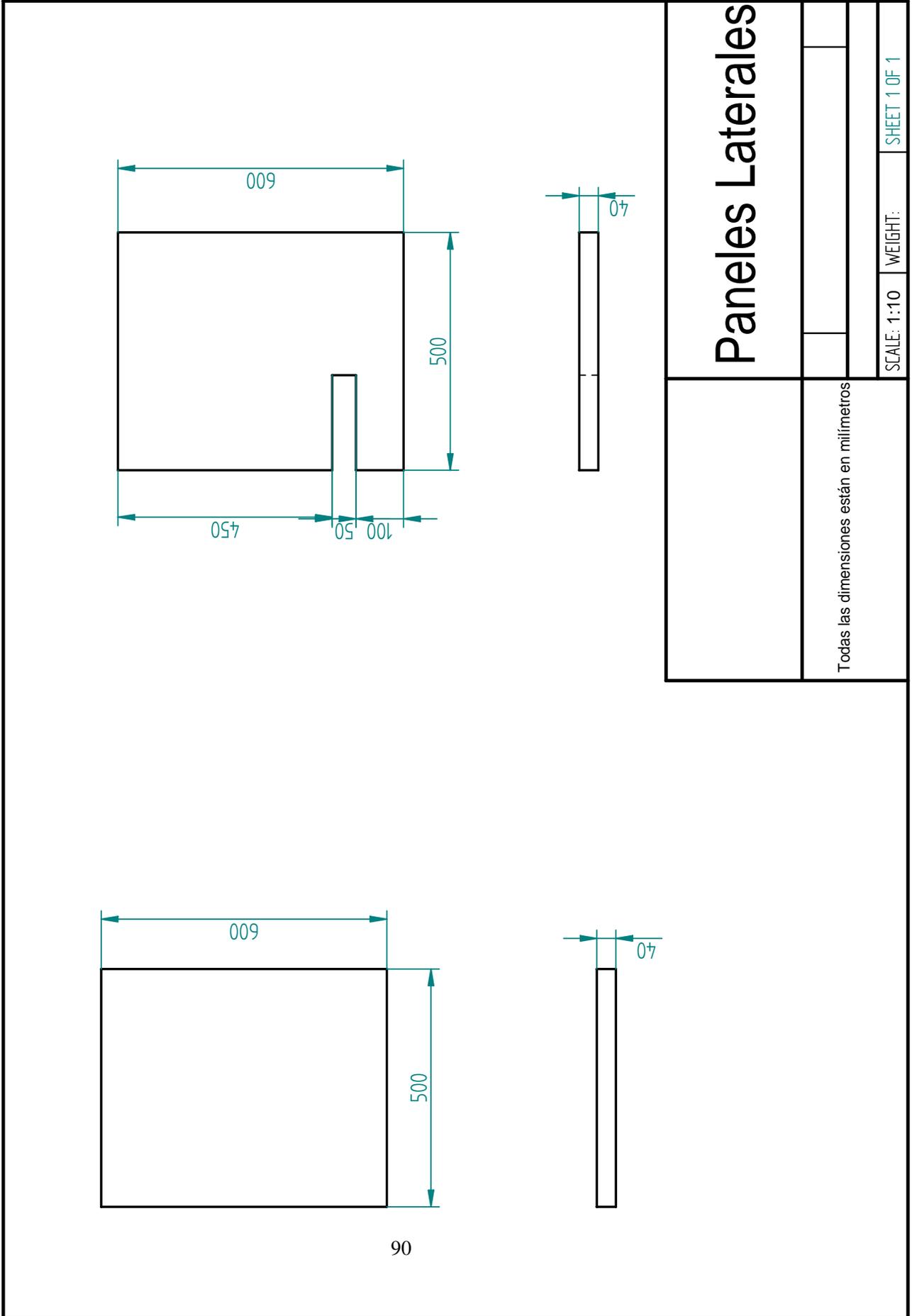
La caja utiliza 2 de estas tapas

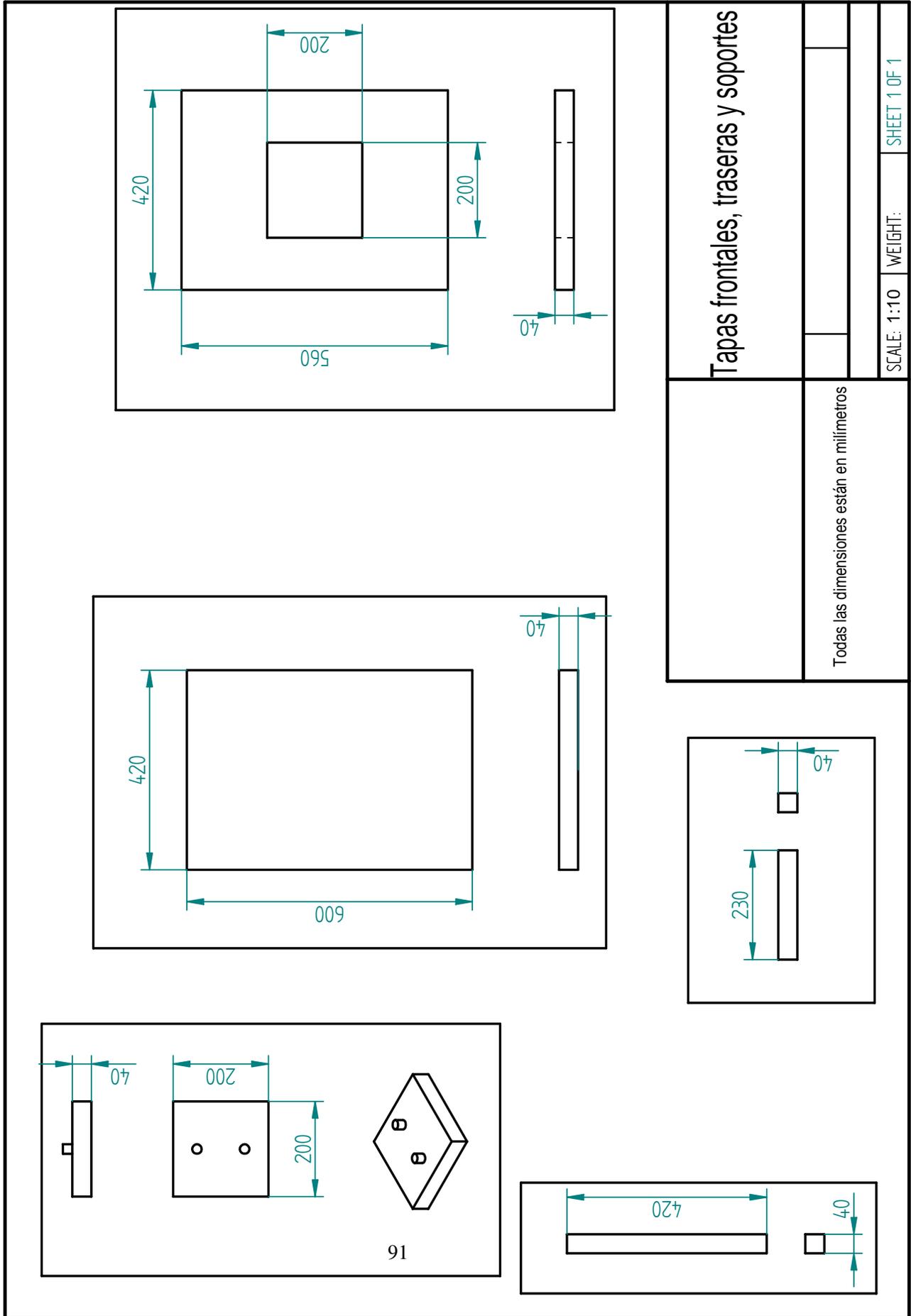
Todas las dimensiones están en milímetros

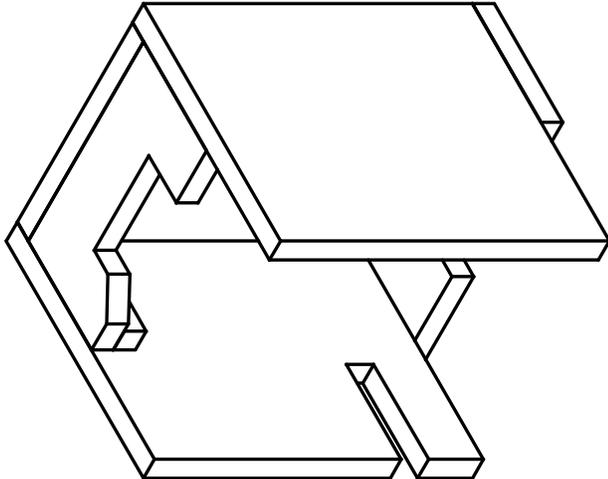
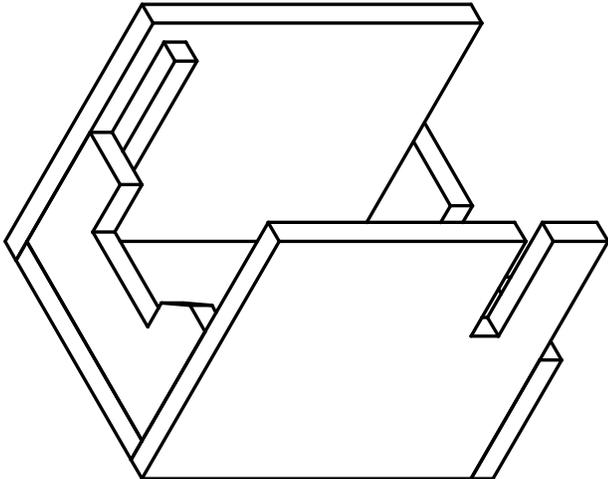
SCALE: 1:10 WEIGHT:

SHEET 1 OF 1

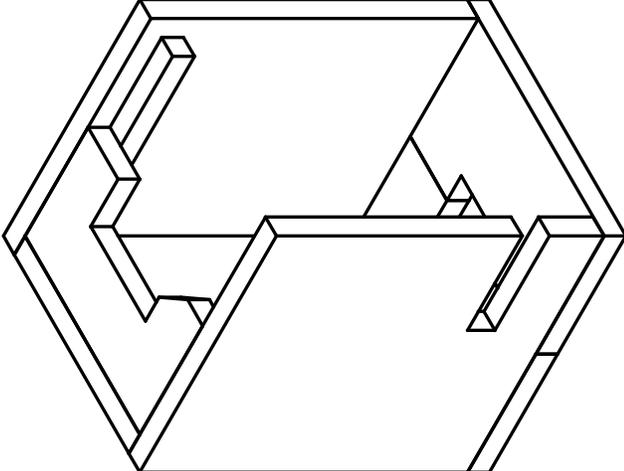
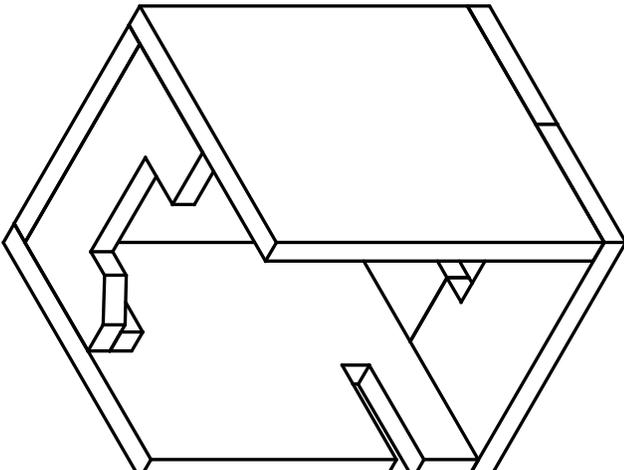


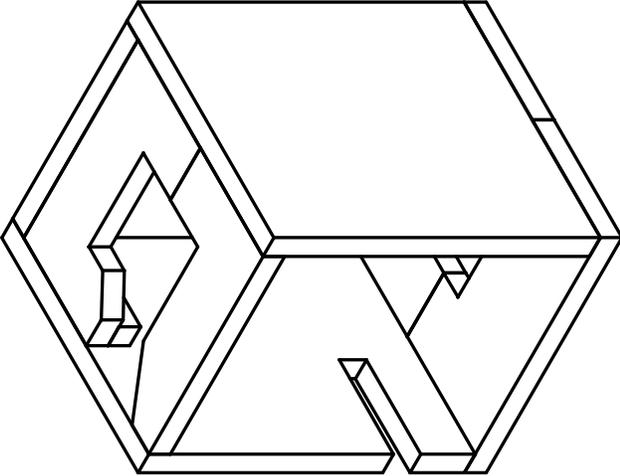
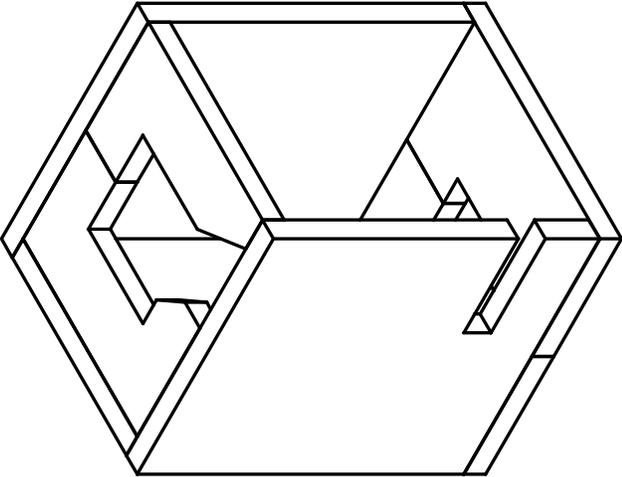






Paso 1	Ensamblaje	
	SCALE: 1:10	WEIGHT:
		SHEET 1 OF 1

	Ensamblaje						
	Paso 2						
<table border="1"><tr><td data-bbox="1437 216 1502 745"></td><td data-bbox="1437 745 1502 1171"></td><td data-bbox="1437 1171 1502 2068"></td></tr><tr><td data-bbox="1502 216 1550 745">SCALE: 1:10</td><td data-bbox="1502 745 1550 1171">WEIGHT:</td><td data-bbox="1502 1171 1588 2068">SHEET 1 OF 1</td></tr></table>					SCALE: 1:10	WEIGHT:	SHEET 1 OF 1
SCALE: 1:10	WEIGHT:	SHEET 1 OF 1					

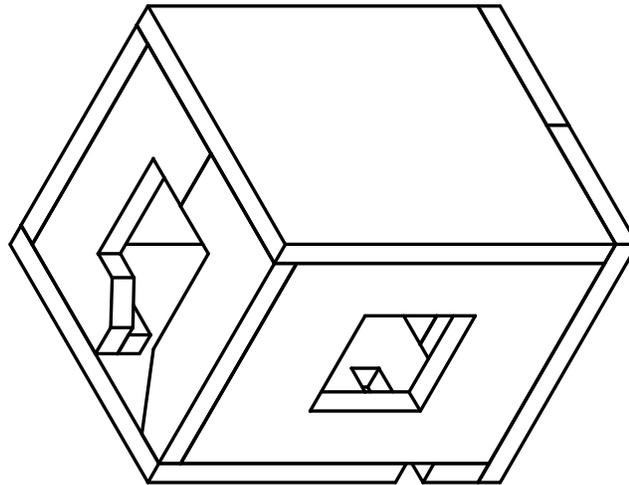
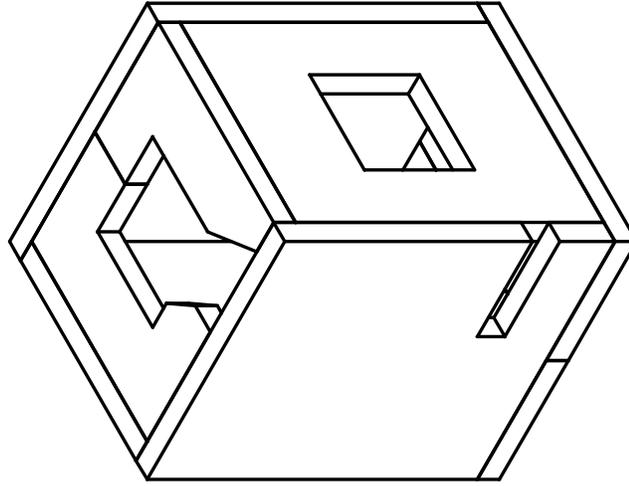


Ensamblaje

Paso 3

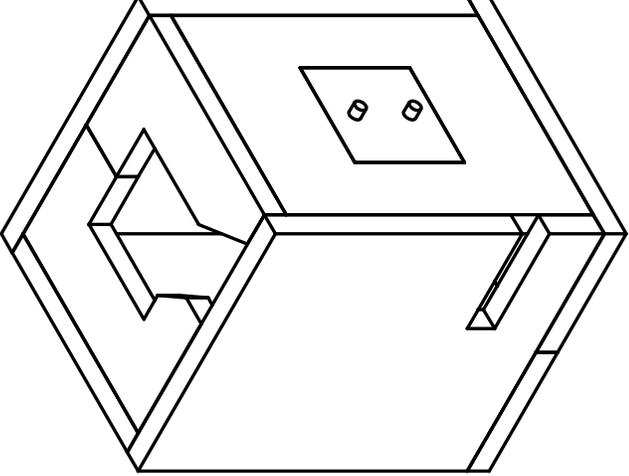
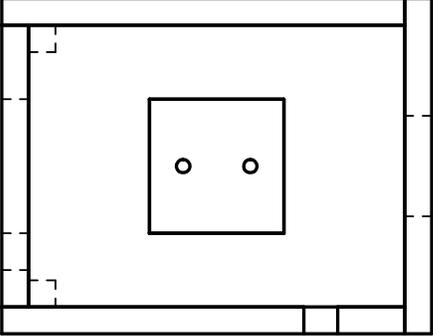
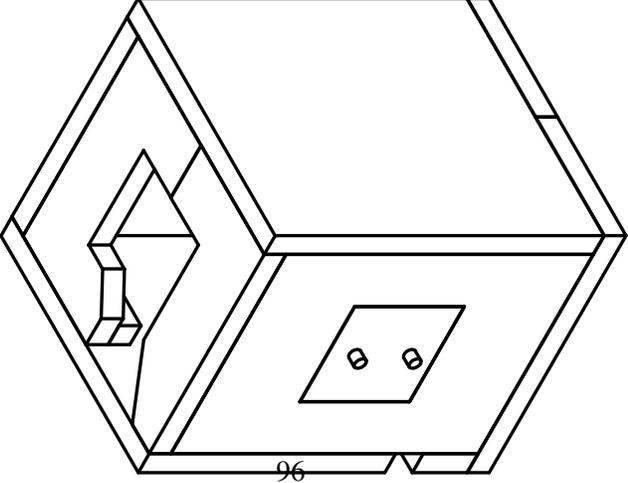
SCALE: 1:10 WEIGHT:

SHEET 1 OF 1



Ensamblaje

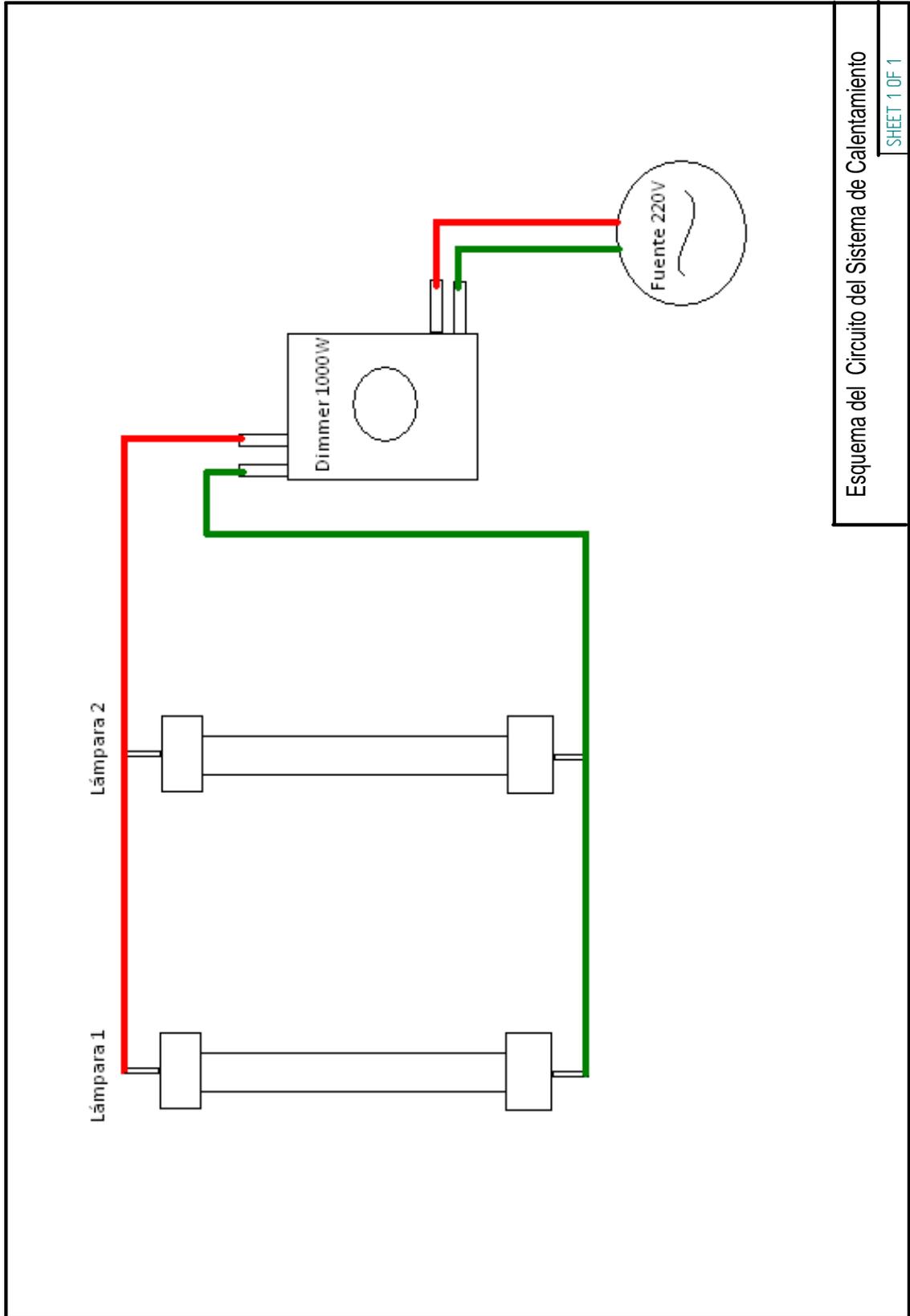
Paso 4

	<h1>Ensamblaje</h1>					
	<h1>Paso 5</h1>					
	<table border="1"><tr><td data-bbox="1243 1178 1438 2066"></td><td data-bbox="1438 1178 1503 2066"></td><td data-bbox="1503 1178 1552 2066">SCALE: 1:10</td><td data-bbox="1552 1178 1598 2066">WEIGHT:</td><td data-bbox="1598 1178 1620 2066">SHEET 1 OF 1</td></tr></table>			SCALE: 1:10	WEIGHT:	SHEET 1 OF 1
		SCALE: 1:10	WEIGHT:	SHEET 1 OF 1		

Apéndice B

Circuito del Sistema de Calentamiento

En este anexo se presenta la conexión esquemática de circuito del sistema de calentamiento.



Bibliografía

- [1] A. Durán. Trabajo de Tesis, Programa de Magister en Ingeniería, mención Mecánica, Universidad de Chile, Mayo 2010.
- [2] A. Morawiec, E. Bouzya, J.S. Lecomte *Polycrystal orientation maps from TEM*, J.-J. Fundenberger,*, Ultramicroscopy 96 (2003) 127137, Noviembre 2002
- [3] Chrobak, D., and Morawiec, H.. *Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in plastically deformed NiTi alloy*. Scripta Materialia,(2001))
- [4] F.Muga. *Comportamiento mecánico y microestructural de una aleación Cu-1,8%p.Al-0,5%p.Be en el rango post-superelástico*, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile (2008).
- [5] G. Gonzalez. *Comportamiento superelástico de una aleación Cu-11,8%pAl-0,5%pBe en ensayos de tracción cíclicos bajo condiciones tipo sísmicas*,Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile (2007).
- [6] H.H. Kuo , W.H. Wang , Y.F. Hsu *Microstructural characterization of precipitates in Cu10 wt. %Al0.8 wt. %Be shape-memory alloy* , Materials Science and Engineering A 430 (2006) 292300, Mayo 2006
- [7] [http://es.wikipedia.org/wiki/CalorimetrC3ADadiferencialdebarrido](http://es.wikipedia.org/wiki/Calorimetr%C3%ADadiferencialdebarrido).
- [8] <http://digilander.libero.it/foxes/SoftwareDownload.htm>
- [9] materiales.eia.edu.co/laboratorios/compresion/teoriadelensayo.htm.
- [10] M. Marivil. (2007). *Comportamiento superelástico de una aleación Cu-11,8%p.Al-0,5%p.Be para aplicaciones en ingeniería antisísmica*. Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile.

- [11] Mir, C. (2006). *Efecto del tamaño de grano y temperatura, sobre el comportamiento superelástico de una aleación CuAlBe*. Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile.
- [12] Otsuka K, Wayman CM, editors. *Shape memory materials.*, MCambridge University Press, Cambridge; 1998, p. 5-27, 97-114.
- [13] R. 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*. Memoria para optar la título de Ingeniero Civil Mecánico, Memoria para optar la título de Ingeniero Civilen Materiales, Tesis para optar al grado de Magister en Ciencias de Ingeniería, Mención Mecánica, Universidad de Chile, Mayo 2009.
- [14] R. Araya, M. Marivil, C. Mir, O. Moroni, Aquiles Sepúlveda. *Temperature and grain size effects on the behavior of CuAlBe SMA wires under cyclic loading*. Materials Science and Engineering A 496 (2008) 209213
- [15] R. Red-Hill. *Physical Metallurgy Principles.*, Edición 1973.
- [16] S. Kustov, J. Pons, E. Cesari, M. Morin, J. Van Humbeeck, Mater. Sci. Eng. A373 (2004) 328338.
- [17] S. Maximov. *Análisis calorimétrico y de difracción de rayos x de aleaciones base cobre, obtenidas por aleado mecánico*. Memoria para optar la título de Ingeniero Civil Mecánico, Universidad de Chile, Abril 2008.
- [18] S. Montecinos, A. Cuniberti. *Thermomechanical behavior of a CuAlBe shape memory alloy*.
- [19] www.oni.escuelas.edu.ar/olimpi2000/santa-fe-sur/ensayodemateriales/Ensayos/Compres.htm.