

Anexo 2

A2. Evolución de los picos de temperatura de las transformaciones de fase

En la literatura consultada puede encontrarse la descripción de la evolución de estas fases a partir de una aleación trabajada en frío a medida que se produce el recocido.

A continuación, se describen los cambios que suceden a través de un estudio por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de las muestras para diferentes temperaturas y diferentes tiempos de recocido.

Se parte de una aleación en estado "as annealed", es decir, totalmente recocida. En este caso se observaría una curva DSC como la que se muestra en la Fig. A.2-1a. En ella se aprecia que las transformaciones de fase $A \rightarrow M$ y $M \rightarrow A$ se producen en un solo paso (pico único) y que son claras, definidas y con un rango de temperaturas entre el inicio y el fin de la transformación de unos $15-20^\circ$, lo que se considera dentro de parámetros adecuados según la literatura. También se observa una histéresis entre las temperaturas de transformación de cada fase (entre los picos) de unos 40° , aproximadamente.

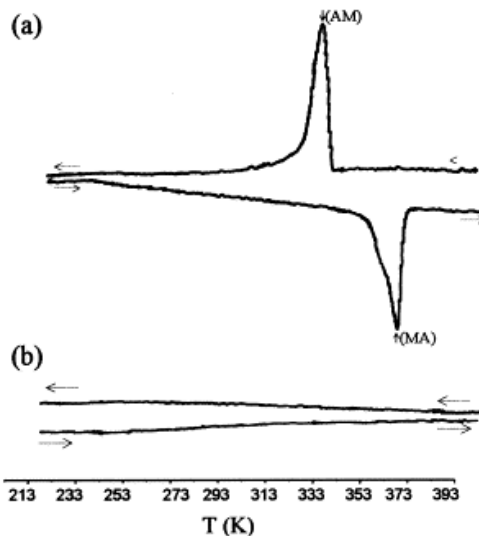


Fig. A2-1. Diagramas DSC para una aleación 46,9 %Ti-50,4 %Ni. Extraído de [1].



Si ahora se somete al material a un 40% de laminado en frío a temperatura ambiente, se obtiene un gráfico DSC como el de la Fig. A2-1b en el que ya no se puede observar pico alguno y que parece no presentar transformación posible.

A partir de aquí, al material trabajado en frío se le puede someter a tratamientos térmicos de recocido para intentar recuperar las transformaciones de nuevo. Estos tratamientos mantienen dos variables: la temperatura del recocido (que cuanto mayor sea, menos tiempo se tardará en alcanzar el estado “as annealed”) y el tiempo (que a medida que pasa permite ver la evolución de los picos de transformación para una isoterma).

El comportamiento se describe: a más tiempo, mayor transformación; y a mayor temperatura, reducción del tiempo necesario para conseguir esta transformación. Ambos juegan a favor de la recuperación del material, y de la mejora de las propiedades características del material que son el efecto de memoria de forma y la superelasticidad.

Khelfaoui y Guénin [1] describieron esta evolución en tres zonas en las que pueden verse comportamientos diferentes para los picos de transformación:

Zona I: En ella se observa un pico $R \rightarrow M$ mal definido, mientras que los picos $A \rightarrow R$ y $M \rightarrow A$ se van agudizando y marcando progresivamente, a pesar de que resultan un poco anchos (rango amplio de temperaturas entre el inicio y el fin de la transformación). En esta etapa se produce la recuperación del material, a la par que se reduce el endurecimiento producido por el trabajo en frío, bajando la dureza de la aleación.

Zona II: Ahora el pico $R \rightarrow M$ se identifica aunque es ancho. Los picos $A \rightarrow R$ y $M \rightarrow A$ están bien definidos, aunque no al máximo, de modo que siguen agudizándose y alargándose mientras se mantienen en un rango de temperaturas determinado. Sin embargo, el pico $R \rightarrow M$ evoluciona a medida que pasa el tiempo de modo que progresivamente se agudiza y se marca a la vez que avanza, en el rango de temperaturas, hacia el pico $A \rightarrow R$, como se observa claramente en las secuencias de tiempo para diferentes temperaturas de recocido de la Fig. A2-1a y A2-1b. En este punto se inicia ya una etapa de recristalización con crecimiento de grano, que se alarga también a la zona III. La dureza sigue disminuyendo a consecuencia del recocido y el alivio de tensiones, y los granos que se tienen, de unos 50nm, contienen tensiones residuales.

Zona III: Llega un punto en el que el avance del pico $R \rightarrow M$ alcanza al pico $A \rightarrow R$, de modo que lo hace desaparecer, lo engulle. Esto significa que en la zona II se produce la eliminación de la fase R, por lo que en la zona III ya no es posible verla. Ahora las transformaciones $A \rightarrow M$ y $M \rightarrow A$ se realizan en un único paso, y los picos se mantienen constantes con el tiempo, y se llega a la saturación. En esta etapa en la que continúa la recristaliza-



ción y el crecimiento de grano, que ahora alcanza las 4 μ m. Los granos pierden toda tensión residual que pudiera quedar en etapas anteriores y la dureza, por tanto, se mantiene ya como constante.

Referencias

- [1] F. KHELFAOUI, G. GUÉNIN. "Influence of the recovery and recrystallization processes on the martensite transformation of cold worked equiatomic Ti-Ni alloy". *Materials Science and Engineering A355*, (2003), 292-298

Bibliografía complementaria

- A.R. PELTON,, J. DICELLO, S. MIYAZAKI. "*Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire*". *Min Invas Ther & Allied Technol* 9(1), (2000), 107-118
- GOLDSTEIN ET AL. "Method of modifying the transition temperature range of TiNi base shape memory alloys". *United States Patent* 4.283.233, (1981)
- V. BRAILOVSI ET AL.. "Interrelations between the properties and structure of thermomechanically-treated equiatomic Ti-Ni alloy". *Materials Science and Engineering A438-440*, (2006), 597-601



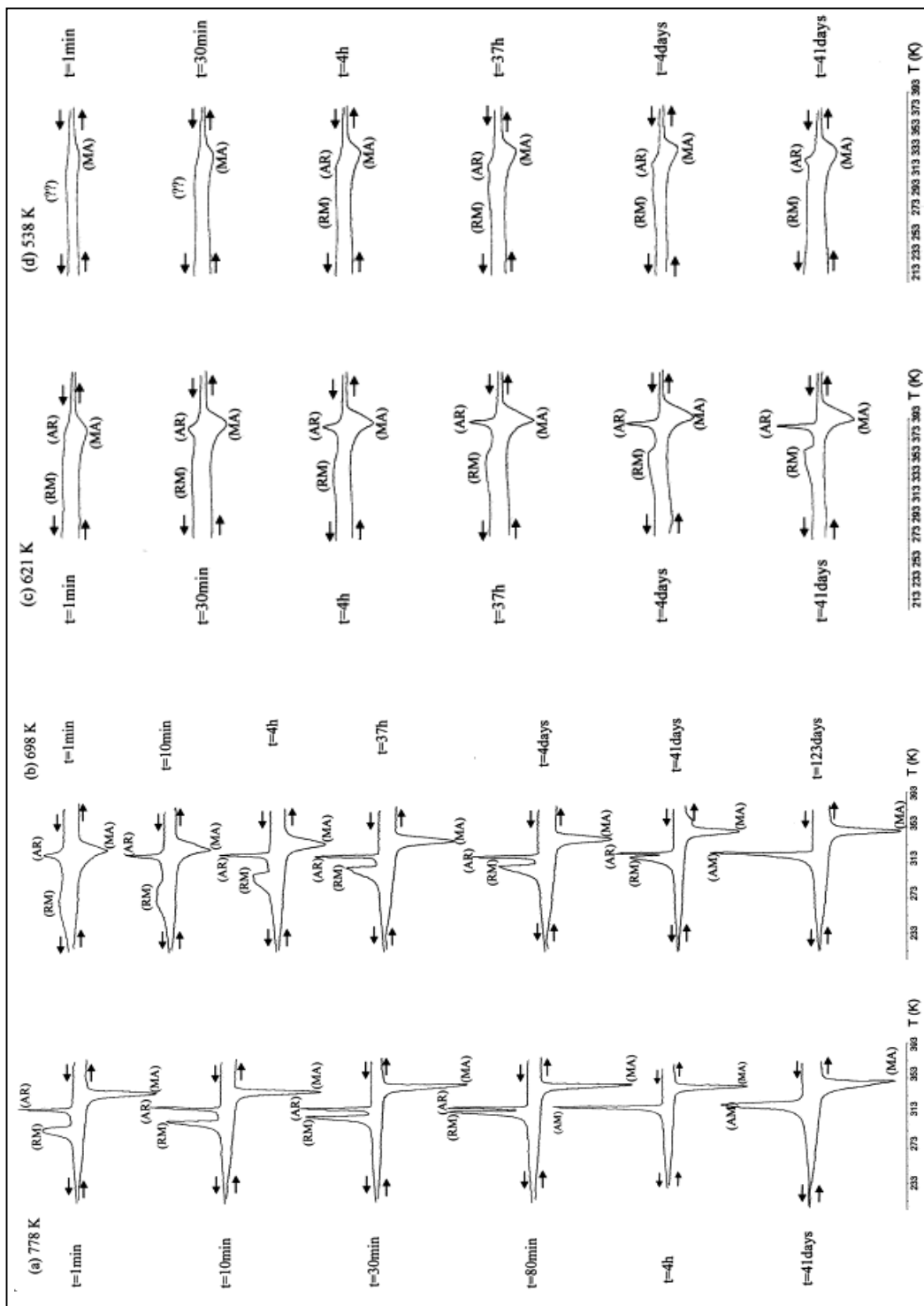


Fig. A2-2. Diagramas DSC para varias temperaturas y tiempos de recocido que muestran la evolución de los picos en función de las variables. Extraído de [1].

