

## ENSAYOS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA NiTi

---

### Introducción

#### 3.1. Ensayos en Aleaciones con Memoria de Forma NiTi: consideraciones previas

- 3.1.1. Ensayos a tracción en SMA NiTi
- 3.1.2. Ensayos bajo otras condiciones de carga
- 3.1.3. Ensayos destinados a la verificación de modelos constitutivos macroscópicos

#### 3.2. Procedimientos y técnicas experimentales para los ensayos de alambres NiTi

- 3.2.1. Condiciones para la realización de los ensayos a tracción
  - 3.2.1.1. Medio en el que se ensaya la probeta a tracción
  - 3.2.1.2. Control del ensayo a tracción
  - 3.2.1.3. Velocidad de deformación en el ensayo a tracción
  - 3.2.1.4. Calentamiento del material para los ensayos a diferentes temperaturas
  - 3.2.1.5. Medición de la deformación en el ensayo a tracción
  - 3.2.1.6. Historia térmica previa de la probeta
  - 3.2.1.7. Velocidad de calentamiento en la recuperación de forma
  - 3.2.1.8. Tratamiento térmico previo de la probeta
  - 3.2.1.9. Método de obtención de las temperaturas de transformación
  - 3.2.1.10. Velocidad de enfriamiento/calentamiento para la determinación de las temperaturas de transformación
  - 3.2.1.11. Deformación máxima impuesta
  - 3.2.1.12. Historia mecánica previa o ciclado previo
- 3.2.2. Selección del material
- 3.2.3. Maquinaria y equipos
  - 3.2.3.1. Equipos para el ensayo a tracción
  - 3.2.3.2. Equipos para la medición de las temperaturas de transformación
  - 3.2.3.3. Otros equipos auxiliares
- 3.2.4. Procedimiento de cálculo para la determinación de los parámetros constitutivos

### 3.3. Estabilización de los alambres NiTi mediante ensayos a tracción

3.3.1. Programación y secuenciación de los ensayos

3.3.2. Análisis de los resultados

### 3.4. Ensayos a tracción de alambres NiTi con tratamiento térmico previo

3.4.1. Programación y secuenciación de los ensayos

3.4.2. Análisis de los resultados y obtención de los parámetros constitutivos

---

## INTRODUCCIÓN

Para poder obtener los parámetros constitutivos de los modelos macromecánicos desarrollados en el capítulo anterior se necesita, en primer lugar, obtener el diagrama crítico tensión temperatura que se explicó en la Figura 1.12 del Capítulo 1. Para ello, y una vez obtenidas las temperaturas de transformación que indiquen las diferentes zonas de transición, se requiere realizar sucesivos ensayos a tracción a diversas temperaturas dentro de los rangos críticos: inferiores a  $M_f$ ; entre  $M_s$  y  $M_f$ ; entre  $M_s$  y  $A_s$ ; entre  $A_s$  y  $A_f$  y superiores a  $A_f$ .

En este capítulo se *desarrolla toda la metodología necesaria para la realización precisa de los ensayos que conducen a la obtención de los parámetros constitutivos y se presentan y analizan los resultados obtenidos de esos ensayos*. Para ello, el capítulo se estructura de la siguiente forma. En primer lugar se realiza una exhaustiva revisión bibliográfica con dos objetivos: el primero es analizar los experimentos realizados por otros autores para la comparación de modelos constitutivos macroscópicos, detectando las principales diferencias y deduciendo las deficiencias que justifiquen una mejora en la metodología establecida para la obtención de dichos parámetros constitutivos. Como segundo objetivo de la revisión bibliográfica, se analizan aquellos ensayos realizados en aleaciones NiTi para poder deducir, a partir de ellos, los principales condicionantes de los ensayos en estas aleaciones. *Estos condicionantes determinan la programación de todos los ensayos posteriores, para que sean realizados de manera cuidadosa y sistemática y para asegurarnos de la precisión de los resultados así como de su repetibilidad,*

***intentando distinguir los efectos propios del comportamiento de la aleación de la variabilidad intrínseca que pueden aparecer en los ensayos.***

Seguidamente se presenta el material elegido para los ensayos así como la maquinaria y los equipos diseñados tanto para los ensayos a tracción como para la medición de las temperaturas de transformación.

En el siguiente apartado se explican los métodos desarrollados para la determinación de los parámetros constitutivos, tanto los obtenidos a partir de los ensayos a tracción, como para las temperaturas de transformación donde se establece el método de análisis de los resultados obtenidos a partir de las mediciones de la variación de resistividad de la probeta con la temperatura.

A continuación se presenta una de las partes principales del capítulo: ***el estudio de la estabilización del comportamiento a tracción de las probetas NiTi con el objetivo de determinar si es necesario o no el ciclado previo de las probetas para la obtención de los parámetros constitutivos y qué consecuencias conlleva.*** Se define la condición y el número de ciclos para la estabilización, la temperatura óptima de ciclado, y la comparación entre probetas cicladas a diferentes temperaturas, para estudiar si es necesario ciclar una probeta a cada temperatura o una única probeta a una temperatura específica. Como consecuencia de este análisis se observa una gran variabilidad en el comportamiento de las probetas cicladas: cada condición de ciclado produce unos parámetros constitutivos diferentes. Ante este hecho, se plantea la necesidad de ensayar probetas vírgenes, eliminando así la variabilidad de los resultados debido al ciclado de las probetas. Este estudio es básico para la verificación experimental de los modelos constitutivos del capítulo 4, y es fundamental para poder extraer las conclusiones adecuadas a las hipótesis impuestas en el modelo a flexión para viga empotrada desarrollado en el Capítulo 5.

Para ensayar probetas vírgenes (sin historia previa de carga mecánica) se realiza un tratamiento térmico de recocido estudiando el tiempo y la temperatura más adecuada, con el objetivo de que las probetas se encuentren en condición virgen. Con ello se consigue, además, poder estudiar con más detalle la aleación en rangos inferiores a la temperatura  $M_f$

con los equipos del laboratorio. Este estudio se presenta en el penúltimo apartado, donde de nuevo, se realizan todos los ensayos adecuados para la obtención de los parámetros constitutivos. Por último se presenta una discusión comparativa entre ambos procesos y las consecuentes conclusiones.

### **3.1 ENSAYOS EN SMA NiTi: CONSIDERACIONES PREVIAS**

*Para poder obtener los parámetros y constantes utilizados en los anteriores modelos constitutivos es necesario realizar una cuidadosa selección de ensayos termomecánicos en el material.*

*Es esencial que dichos ensayos sean sistemáticos puesto que no existen bases de datos reales y accesibles para los materiales SMA: los datos suministrados por los fabricantes son escasos o bien son excesivamente genéricos* (para determinadas condiciones de temperatura e historia termomecánica). Además, las propiedades de las SMA dependen de muchas variables como: procesado del alambre, diámetro, predeformación, nivel de tensión, temperatura, o bien historia del ciclado. Todas estas condiciones han de estar bien definidas y contempladas en la caracterización de los ensayos.

Se ha realizado una exhaustiva revisión de la bibliografía existente sobre ensayos en alambres SMA para poder extraer las condiciones más adecuadas para la realización de los ensayos: velocidad de deformación apropiada, método de control de aplicación de la carga, necesidad de realización de un tratamiento térmico previo, condiciones de dicho tratamiento (tiempo y temperatura), variación de las temperaturas de transformación y propiedades mecánicas con los tratamientos térmicos, procedimiento de calentamiento de las aleaciones para obtener la memoria de forma, historia termomecánica previa o historia térmica previa.

### 3.1.1. Ensayos a tracción en SMA NiTi

El comportamiento mecánico de componentes SMA en forma de alambres, tubos, barras y pletinas ha sido ampliamente estudiado por muchos autores para poder entender su respuesta bajo diferentes condiciones de carga. Sin embargo, muchos de esos estudios fueron simples caracterizaciones del material para poder investigar el fenómeno de la transformación de fase a un ratio de deformación limitado, amplitudes de deformación limitadas o bien rango de temperatura limitada, con lo que no son suficientemente completos como para poder analizar con plenitud el comportamiento de las SMA en todo el rango de temperaturas para la obtención de los parámetros constitutivos.

Se presenta a continuación una revisión bibliográfica de las investigaciones más relevantes y recientes en ensayos sobre NiTi centrado principalmente en los ensayos realizados en alambres a tracción en carga y descarga y en condiciones cíclicas.

Uno de los estudios más completos en alambres NiTi fue el realizado por Shaw y Kyriakides [SHA,1995] con el objetivo de comprobar el comportamiento termomecánico de la aleación NiTi. Como medio de regulación de la temperatura de ensayo utilizaron un baño líquido isotérmico y lo compararon con los valores en aire. Utilizaron medidas totales de deformación (con desplazamiento del marco) y medidas con extensómetros miniaturizados para comparar las deformaciones globales con las locales. Dispusieron también 6 termopares de reducidas dimensiones para controlar la evolución de la temperatura. Sin embargo, utilizaron alambres no-ciclados para evitar la complicación de los efectos del ciclado en el alambre y la deformación máxima impuesta se mantuvo relativamente baja para evitar deformaciones plásticas en el material.

Otro estudio fundamental de referencia en el análisis a tracción en NiTi es el de Miyazaki et al [MIY,1981] que estudiaron el comportamiento en deformación de NiTi para un rango amplio de temperaturas con el objetivo de analizar con detalle el comportamiento de transformación pseudoelástica. En este caso las probetas fueron calentadas y enfriadas en un baño de solución líquida de metanol. Otros autores han

realizado extensos estudios de la respuesta tensión-deformación en un rango amplio de temperaturas como Ford et al [FOR,1994], Dye [DYE,1990] o Ditman [DIT, 1990]. Sin embargo, en los tres casos se realizó el estudio a rotura y por tanto no se analizaba el comportamiento de la probeta en la descarga, con lo que no se analizaba completamente el fenómeno pseudoelástico ni el fenómeno de recuperación de la deformación con el calentamiento (memoria de forma).

D.A. Miller y D.C. Lagoudas también estudiaron la aleación NiTi y NiTiCu en un amplio rango de temperaturas [MIL,2000] aunque con el objetivo de estudiar la influencia de las deformaciones plásticas generadas con ciclados sucesivos sobre un mismo alambre a deformaciones incrementales.

Centrándose en el estudio del efecto memoria de forma, son muy interesantes los análisis de Liu et al. sobre los mecanismos de deformación de la transformación martensítica en el proceso de *demaclado*, definiendo el concepto de *demaclado dominó* (que se produce en la meseta de tensión) y el *demaclado* asistido (producido en la porción aparentemente elástica posterior a la meseta y que va asociado a la generación de dislocaciones a medida que incrementa la tensión) [LIU,2000], [LIU,2001]. Sus estudios fueron realizados tanto para probetas en tracción/compresión, demostrando cierto grado de asimetría entre ambos procesos pues no detectaban meseta de tensión en compresión debido a un rápido endurecimiento del material [LIU, 1998] como en procesos de carga y descarga monotónica y cíclica para estudiar los mecanismos de deformación plástica y elástica de la martensita [LIU, 1999] [LIU, 2002].

En la misma línea de analizar con detalle los mecanismos de deformación implicados en la transformación martensítica, Roumagnac et al, [ROU, 2000] analizaron probetas NiTi a tracción a una deformación máxima creciente determinando la deformación plástica y la influencia de esta deformación en la evolución de las temperaturas de transformación. En base a sus resultados desarrollaron un modelo constitutivo basado en plasticidad con endurecimiento isotrópico y cinemático.

D.A Miller y D.C. Lagoudas ensayaron alambres NiTi sometidos a transformación martensítica inducida térmicamente a tensión constante, para estudiar la plasticidad desarrollada en función de numerosos parámetros (deformación, trabajado en frío y tratamiento térmico) [MIL, 2001]

Mucho más extensos son los artículos de experimentación de alambres NiTi en rango pseudoelástico con la finalidad de estudiar diversos efectos: la influencia de la velocidad de deformación tanto en las mesetas de tensión, como en el trabajo disipado en el ciclo de transformación así como en la deformación por transformación, tanto en probetas a tracción [TOB, 1998], [BEN, 1997], [ENT, 2000], como a compresión [CHE, 2001]; el comportamiento termomecánico localizado mediante el análisis de la nucleación y crecimiento de la transformación en función del ratio de deformación impuesto y de la capacidad de evacuación del calor generado [SHA, 2000]; el efecto del trabajado en frío previo y el tratamiento térmico en el comportamiento a tracción de probetas superelásticas [HUA, 2000], en el comportamiento de la deformación [FIL, 1995] o su influencia sobre las temperaturas de transformación [KHE, 2001]; y por último el análisis de alambres superelásticos bajo cargas monotónicas y cíclicas en condiciones isotérmicas [ARR, 2000].

En cuanto a ensayos realizados para condiciones de cargas cíclicas, la mayoría son referentes a ensayos de ciclado térmico a tensión constante y/o a deformación constante por dos motivos principales: son dos de los procedimientos más adecuados para el adiestramiento de alambres para el Efecto Doble Memoria de Forma, y son las aplicaciones más comunes de estos materiales (deformación constante o recuperación impedida implica incremento de tensión y la tensión constante implica incremento de la deformación). El objetivo de estos estudios es analizar la estabilidad del material en función de variaciones en tensión, temperatura o deformación. Si se analiza la estabilidad de aleaciones con aplicaciones superelásticas, los parámetros de estudio son las tensiones de transformación y sus deformaciones asociadas, mientras que cuando se analiza la estabilidad para aplicaciones de memoria de forma, los parámetros a controlar son las temperaturas de transformación, las deformaciones de recuperación y la

generación de deformación plástica residual que reduce la deformación recuperable en el efecto memoria de forma.

Entre los ensayos realizados en alambres NiTi sometidos a ciclos térmicos de tracción a tensión constante son muy interesantes las aportaciones de N.B. Morgan y C.M. Field [MOR, 2001] que estudiaron las deformaciones permanentes, la degradación del efecto memoria de forma y las variaciones en las temperaturas de transformación en diferentes probetas (variando el tratamiento térmico previo, el trabajado frío previo, la tensión aplicada y la composición en %Ti) cicladas 500 veces, extrayendo conclusiones para la elección de la composición de la aleación más adecuada en función de la aplicación requerida. Con el objetivo de estudiar los factores de influencia en el desarrollo de el Efecto Doble Memoria de Forma, Y. Liu y P.G. McCormick [LIU, 1990] establecieron los valores de mínima tensión en el adiestramiento para la máxima deformación así como la influencia del tratamiento térmico previo. Filip y Mazanec [FIL, 1994] analizaron los mecanismos de degradación de las propiedades del NiTi en función del trabajado en frío previo y tratamiento térmico en el ciclado a tensión constante deformados un 4%. En la misma línea de analizar la influencia en el adiestramiento del tratamiento termomecánico previo, fueron los estudios de Favier et al. [FAV, 1995], Hebda et al. [HEB, 1995] y Wang et al [WAN, 2001] siendo éste último sobre láminas NiTi en lugar de alambres y en baño de aceite de temperatura variable.

Entre los estudios sobre ciclado a tracción a deformación máxima o tensión máxima, Strandel et al. [STR, 1995] analizaron el ciclado en alambres NiTi y NiTiCu en condiciones pseudoelásticas distinguiendo entre ciclar a deformación máxima (ciclos duros) y ciclar a tensión máxima (ciclos suave). Concluyeron que la tensión necesaria para inducir la martensita decrece más lentamente en el ciclado suave que en el duro y que la mayor cantidad de níquel ayuda a estabilizar las curvas pues incrementan la tensión crítica para el deslizamiento. Lim y MacDowell [LIM, 1999]<sub>a</sub> también estudiaron el efecto del ciclado a deformación máxima en probetas pseudoelásticas ( $T > A_f$ ), observando un decremento de la tensión crítica para inducir tensión, un incremento del ratio de endurecimiento por deformación, acumulación de deformación residual y un decrecimiento de la energía de histéresis con el ciclado. Un estudio

parecido realizaron Tolomeo et al [TOL, 2000] pero comparando las cargas cíclicas casi-estáticas con monotónicas a temperatura controlada en régimen superelástico.

Pero, entre todos los estudios de ciclado, se ha de destacar el excelente trabajo de Tobushi et al. que analizaron el ciclado carga y descarga a temperatura constante ( $T > A_f$ ) y ciclado térmico a tensión constante [TOB, 1991]; las características en el ciclado de alambres pseudoelásticos [KAW, 1991], estudiando el efecto sobre la deformación máxima, la temperatura de ensayo y el procesado previo de impartición de memoria de forma; las propiedades en el ciclado bajo deformación residual constante y tensión residual constante [TOB, 1992]<sub>a</sub>; y el efecto del ciclado en las propiedades de doble memoria de forma en alambres muelles a temperaturas superiores a  $M_s$  [TOB, 1990]. En base a todos estos estudios experimentales, hicieron una modificación del modelo de Tanaka para incluir el efecto del ciclado introduciendo una variable de deformación plástica y otra variable del número de ciclos [TOB, 1992]<sub>b</sub>.

### **3.1.2. Ensayos bajo otras condiciones de carga**

De igual forma que, como hemos visto, existen numerosos ensayos a tracción con diferentes variantes, no es así con otros estados de carga. Entre los ensayos a compresión, algunos ya han sido comentados en el apartado anterior, como el realizado en condiciones cíclicas en combinación con cargas a tracción por Liu et al. [LIU, 1998] en el que se detectaba cierta asimetría entre ambos procesos pues no detectaban meseta de tensión en compresión debido a un rápido endurecimiento del material, o bien el realizado por Chen et al. [CHE,2001] sobre elementos de 6,35 mm de diámetro y 12,7 mm de largo a compresión bajo cargas pulsantes. También han sido realizados ensayos a pandeo sobre columnas de NiTi de 2 mm de diámetro y diferentes longitudes para comparar su comportamiento frente a otros materiales como acero inoxidable y aluminio [RAH,2001]. Siddons et al. [SID, 2001] presentaron toda una serie de curvas de comportamiento en ciclado en tracción y compresión para tubos NiTi en el rango superelástico, mostrando un incremento de la deformación residual en el ciclado mayor a compresión que a tracción.

Dentro de los ensayos a flexión, el más completo de todos es el realizado por Wick et al [WIC,1995] donde desarrollaron todo un equipo experimental para el ensayo de alambres NiTi de sección circular y rectangular en flexión de 3 puntos, 4 puntos y flexión pura. Dado que el análisis a flexión forma parte del Capítulo 5 del presente trabajo, donde se desarrolla un modelo propio a flexión para viga empotrada y se ensaya experimentalmente, se profundiza con más detalle los precedentes de la bibliografía en dicho Capítulo 5.

En estados de carga combinado, destacamos los ensayos realizados por Thamburaja et al. [TAM, 2002] sobre tubos NiTi en condiciones de tracción-torsión combinada con el objeto de analizar los cambios en la microestructura del material y verificar así el modelo constitutivo micromecánico desarrollado por los autores. De igual forma McNaney et al [McN, 2003] ensayaron sobre tubos superelásticos de pared delgada NiTi a diferentes velocidades y temperatura constante en condiciones de carga combinada tracción/torsión, para verificar el modelo micromecánico para monocristales de Siredey. T.J. Lim y D.L. McDowell [LIM, 1999]<sub>b</sub> también ensayaron en tubos superelásticos de pared delgada NiTi en carga proporcional y no proporcional de tracción y torsión combinada y en tracción-compresión, poniendo de relieve, de nuevo, una ligera asimetría entre ambos procesos de carga. Con un enfoque más metalúrgico y con el objeto de analizar la evolución de la microestructura de la martensita, Sun et al. [SUN,2002] ensayaron tubos NiTi policristalinos en tracción y torsión en el rango superelástico encontrando ligeras diferencias en el proceso de nucleación y propagación de la martensita en cada estado de carga.

En estados de carga triaxiales, Jacobus et al. [JAC, 1996] analizaron el efecto del estado de tensión en la transformación martensítica inducida por tensión en NiTi, aplicando estados de tensión uniaxial y triaxial con presión hidrostática y comparando los distintos estados de tensión con la tensión y la deformación efectivas.

Excelente es el trabajo realizado por M.Dolce y D.Cardone [DOL, 2001]<sub>a</sub>, [DOL,2001]<sub>b</sub> donde realizaron un estudio completo en tracción, flexión pura, torsión, torsión/flexión, y tracción/compresión en alambres, barras y tubos, tanto en condición inicial de

martensita como austenita sometidos a cargas cíclicas pulsantes, con el objeto de estudiar la aplicación de estos materiales en condiciones sísmicas.

Por último, y con el objeto de analizar el comportamiento a fatiga de estos materiales, han sido muy importantes los trabajos realizados por Y.S. Kim y S. Miyazaki [KIM, 1997] analizando las propiedades a fatiga de un alambre superelástico ensayado a flexión al igual que J. Yang [YAN, 1997] y Tobushi et al [TOB, 2000].

### **3.1.3. Ensayos destinados a la verificación de modelos constitutivos macroscópicos**

Como hemos visto existen diversas referencias sobre ensayos realizados a tracción en alambres SMA, sin embargo *no es fácil obtener en la bibliografía resultados experimentales de verificación de diferentes modelos constitutivos bajo los mismos ensayos experimentales y en todo el rango completo de temperaturas de transformación*. En el Anejo 1 se resume en forma de tabla, los artículos analizados de la literatura sobre *comparación experimental* de los modelos macromecánicos estudiados. En la tabla se comparan todas las referencias bajo los mismos ítems, *destacando las deficiencias y/o diferencias encontradas para poder ser complementados y mejorados con los ensayos realizados en el presente trabajo*.

Alguno de los autores de los modelos o sus colaboradores, verificaron sus propios modelos de forma experimental, pero, en general, se encuentran ciertas deficiencias y diferencias que han sido puestas de relieve en la Tabla A1.1 del Anejo 1: en algunos casos los ensayos son escasos o poco definidos; en otros se ensayan las probetas a rotura, con lo que no se podía analizar el proceso de descarga; otros realizaban el calentamiento por corriente eléctrica, lo que produce sustanciales diferencias con el calentamiento por convección (como veremos en el apartado 3.2.1.4); en la mayoría de ellos no se analiza con detalle el comportamiento del material para temperaturas inferiores a  $M_f$ , y otros sólo realizaban un ciclo en cada temperatura, con lo que no se garantizaba la repetibilidad de los resultados en el ciclado y sólo se verificaban los modelos en el primer ciclo de tensión-deformación y, como se demuestra en este

capítulo, el primer ciclo es sustancialmente diferente de los ciclos sucesivos. Por otro lado, en algunos de los artículos analizados se menciona la necesidad de ciclar previamente las probetas para estabilizar su comportamiento y asegurar resultados repetitivos. Sin embargo, *ninguno de esos artículos establece de forma precisa* cómo debe realizarse dicha estabilización. Es por ello que este será uno de los primeros objetivos a investigar previo a la obtención de los ensayos para la determinación de los parámetros constitutivos.

### **3.2. PROCEDIMIENTOS Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES PARA LOS ENSAYOS DE ALAMBRE NiTi**

Uno de los principales problemas que aparecen cuando se desea caracterizar las aleaciones con memoria de forma, es que no existen procedimientos estándares para la obtención de los parámetros constitutivos que apoyen la verificación experimental de las características más relevantes de estos materiales. Esta estandarización es fundamental para poder comparar los diferentes resultados obtenidos experimentalmente bajo diferentes condiciones de ensayo. De igual forma, no existe homogeneidad ni unicidad de criterio en cómo o cuáles han de ser las condiciones bajo las que se realicen dichos ensayos experimentales. *Es por ello necesario, en primer lugar, establecer claramente qué parámetros o condiciones de ensayo influyen de manera decisiva en los resultados experimentales, y definir, a continuación, cómo influyen en dichos resultados. Una vez sentadas estas bases, se puede proceder a elegir el material más adecuado para conseguir el objetivo planteado, así como a diseñar la maquinaria y equipos más idóneos.*

#### **3.2.1. Condiciones para la realización de los ensayos**

Se presentan a continuación las condiciones experimentales que influyen notablemente en los resultados de los ensayos a tracción en alambres NiTi y que han de ser definidos claramente antes de cualquier procedimiento experimental. La mayoría de las condiciones que se presentan *han sido verificadas experimentalmente en el laboratorio* tal y como se demuestra. En otros casos, las condiciones han sido estudiadas con

profundidad por otros autores en la bibliografía, con lo que se presentan las conclusiones de dichos autores y se justifica los valores adoptados en nuestro procedimiento experimental.

### **3.2.1.1. Medio en el que se ensaya la probeta a tracción**

Dado que la transformación martensítica directa y reversa es tanto exotérmica como endotérmica, para mantener la probeta durante el ensayo en condiciones realmente de temperatura constante, es necesario sumergirla en un baño líquido isotérmico. Shaw y Kyriakides [SHA,1995] realizaron un exhaustivo estudio de ensayos a tracción donde las probetas estaban sumergidas en glicol (para ensayos a temperaturas menores de 0°C), agua (para temperaturas entre 10 y 80°C) y aceite especial de alta temperatura (para más de 80°C). Compararon esos ensayos con los realizados en aire como fluido del medio, llegando a la conclusión de que el mejor medio para poder evacuar (o suministrar) de forma rápida el calor de la probeta y conseguir así un ensayo totalmente isotérmico, era con un baño líquido. Sin embargo, las pocas posibilidades de aplicación de las SMA en este medio, y sin perder de vista que el objetivo es obtener una serie de resultados experimentales con fines de aplicaciones ingenieriles, nos conducen a la ***necesidad de realizar los ensayos en aire como fluido circundante***. Para conseguir con este medio que el ensayo sea suficientemente isotérmico se debe elegir una velocidad de ensayo adecuada, tal y como veremos a continuación.

### **3.2.1.2. Control del ensayo a tracción: control por deformación o por fuerza**

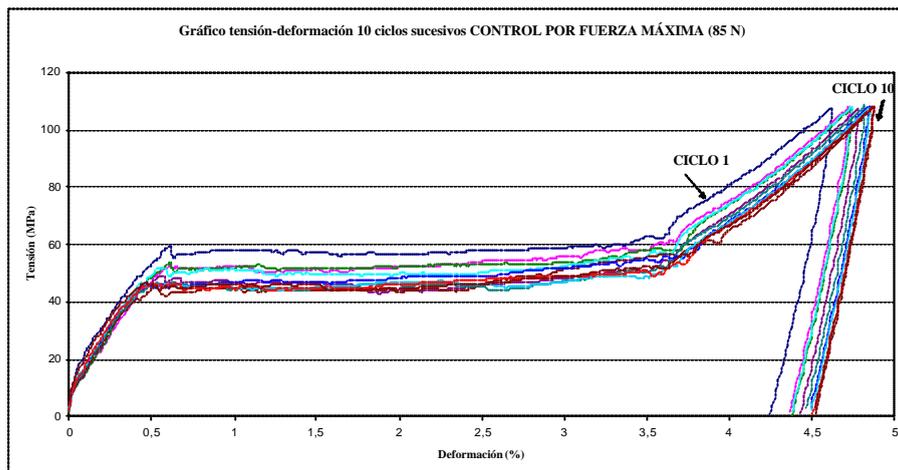
En el ensayo a tracción se puede imponer, como variable de control, una deformación máxima o una tensión (o fuerza) máxima. Aparentemente, no tiene porqué existir diferencias en los resultados obtenidos, sin embargo, T.W. Shield et al [SHI,1997], demostraron que en el control por fuerza, el alambre era dañado si la carga se aplicaba demasiado deprisa o era excesivamente grande y establecieron que los niveles de tensión de la transformación dependían del sistema de aplicación de la carga, siendo menores en control por fuerza que en control por deformación. Sin

embargo, en una publicación posterior, [CRO,1998], corrigieron estas conclusiones estableciendo que, si bien el alambre es altamente sensible a la historia previa de carga, no lo era a la naturaleza de aplicación de la carga.

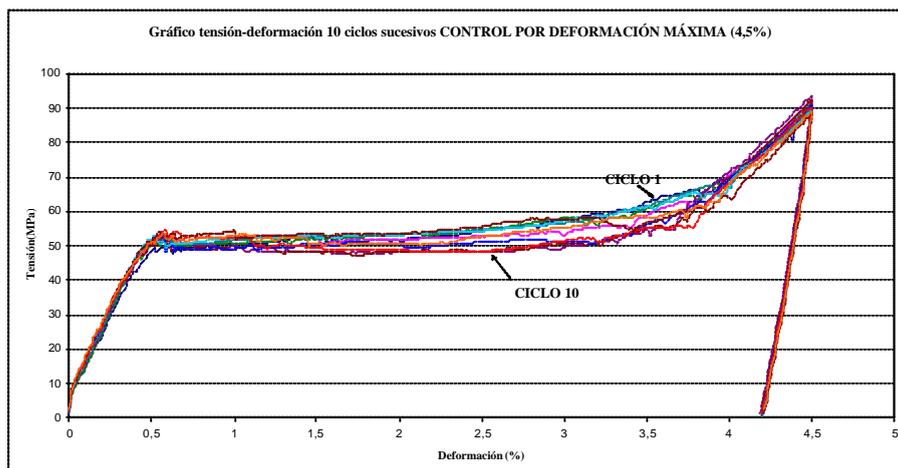
Ante estos resultados, se decide analizar las consecuencias de ambas opciones para definir la más adecuada a nuestra operativa de ensayos. Para ello se realizan diez ciclos sucesivos a una probeta con control por fuerza máxima y otra por control por deformación máxima. Para que los resultados fueran comparables se elige una fuerza máxima (85 N) que produce prácticamente la misma deformación que la deformada por control por deformación (4,5%). Las conclusiones se aprecian en las figuras 3.1 y 3.2. Dado que en el ciclado, tal y como se demuestra en profundidad en el siguiente apartado, el comportamiento a tracción cambia con el número de ciclos, las consecuencias de imponer una fuerza o una deformación máxima son distintas. En el control por fuerza, al imponer una fuerza máxima, obligamos a que la probeta cada vez se deforme más (el primer ciclo tuvo una deformación máxima del 4,61% y el ciclo 10 de 4,88%) y por tanto la deformación residual cada vez es mayor y la tensión máxima es constante. Esto es debido a que, en el ciclado, la tensión del final de la transformación se produce a menor deformación (y también menor valor). Dado que el comportamiento después del final de la transformación es prácticamente elástico, se produce con la misma pendiente que el ciclo 1. Por tanto, para poder llegar a la misma tensión que el ciclo 1, requiere una deformación adicional. Sin embargo, en el control por deformación, la deformación residual crece también ligeramente, pero la tensión máxima cada vez es más pequeña por la misma razón explicada, con lo cual, el daño producido a la probeta es menor que en el control por carga. Evidentemente, estas consecuencias son válidas mientras el valor máximo impuesto tanto en control por fuerza como en control por deformación estén dentro de unos límites adecuados como para no producir deformaciones irreversibles. Esta puede ser una de las principales razones de las discrepancias encontradas con los estudios de T.W.Shield y W.C. Crone.

Además de estas observaciones, cabe destacar que uno de los parámetros de control que más nos interesa como aplicación práctica es la deformación recuperable por

memoria de forma al calentar, con lo que interesa que la deformación residual sea prácticamente constante y esto se consigue mejor con el control por deformación. Por último, y por razones de operatividad de la máquina del laboratorio que se presenta en apartados posteriores, el control por deformación máxima es más preciso que por carga máxima, motivo por el cual aparecen las divergencias entre las figuras 3.1 y 3.2. Por todo lo anteriormente expuesto se decide que el control en nuestra operativa de ensayos será **control por deformación máxima**.



**Figura 3.1.** Ensayo sobre una probeta ciclada 10 veces consecutivamente con límite de fuerza máxima (85 N) a temperatura ambiente (22°C). Se observa como, en el ciclado, la deformación máxima cada vez es mayor.



**Figura 3.2.** Ensayo sobre una probeta ciclada 10 veces consecutivamente con control por deformación máxima (4,5%) a temperatura ambiente (22°C). Se observa como, en el ciclado, la tensión máxima cada vez es menor.

### 3.2.1.3. *Velocidad de deformación en el ensayo a tracción*

La velocidad de deformación aplicada en el ensayo es fundamental en este tipo de materiales si queremos conseguir ensayos en condiciones isotérmicas, dado que la transformación martensítica es exotérmica produciendo elevación de la temperatura al producirse dicha transformación. Si la velocidad es elevada, se producirán múltiples frentes de nucleación de martensita a lo largo de la probeta debido a una combinación entre el calentamiento y la tensión producto de la incapacidad del medio circundante de evacuar el calor. Shaw y Kyriakides [SHA,1995] realizaron ensayos con velocidades comprendidas entre  $4 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  y  $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  concluyendo que, elevar la velocidad de aplicación de la deformación conduce a cambios térmicos en la probeta que cambian la temperatura del material localmente y alteran las tensiones de transformación. En un estudio posterior [SHA, 2000], concluyeron que el número de localizaciones de nucleación y las cinéticas de los frentes de propagación son sensibles a la naturaleza del medio y al ratio de deformación impuesto debido a la absorción/cesión de calor latente y a la sensibilidad, inherente al material, de la tensión de la transformación con la temperatura, observando comportamientos distintos si la transformación es isotérmica (ratio de deformación bajo y medio convectivo) o bien, adiabática (ratio de deformación alto y medio no convectivo).

Un estudio semejante para determinar el número y la localización de los frentes de nucleación en función de la velocidad de deformación fue realizado por Leo et al [LEO, 1993] aplicando velocidades de 50 mm/min, 5 mm/min y 0,5 mm/min a probetas de 130 mm de longitud y estudiando la evolución de la temperatura en la probeta con diferentes termopares dispuestos en su longitud.

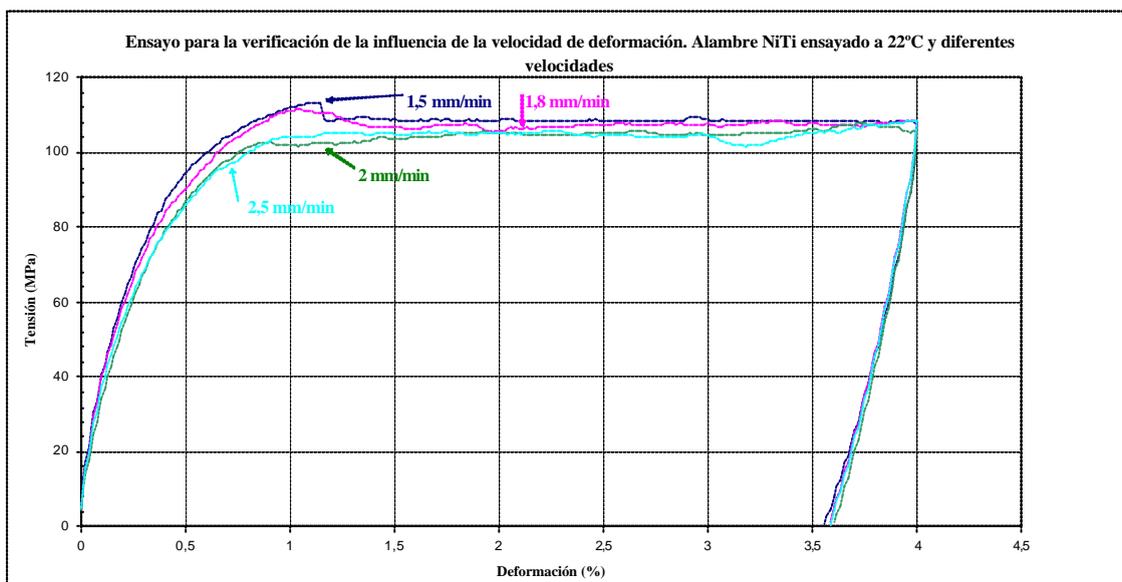
Tobushi et al [TOB, 1998] analizaron también la influencia de la velocidad de aplicación de la deformación en alambres NiTi, estableciendo que para velocidades inferiores al 2%/min todos los valores asociados con la transformación (trabajo disipado, tensiones de transformación, energía de deformación) son independientes de la velocidad de la deformación.

En base a lo anterior, podemos concluir que, la posible existencia de un campo no homogéneo de temperatura dentro del material consecuencia de altos ratios de aplicación de la deformación, implica que no puedan ser aplicados los modelos constitutivos desarrollados en el capítulo 2. En un sistema de carga puramente isotérmico existe una relación directa entre el incremento de la tensión que se requiere para producir la transformación y las características del material, como el intervalo  $M_S$ - $M_f$  y la pendiente  $d\sigma/dT$  de la relación de Clausius Clapeyron. Este ya no es el caso cuando, en función de la velocidad de deformación aplicada y/o las condiciones de intercambio de calor impuestas, el calor latente de transformación produce variaciones de temperaturas notables en la probeta. En estas situaciones, se requiere una compleja relación entre el final de la tensión de transformación con los parámetros materiales y ya no son válidos los modelos analizados.

Como consecuencia, se elige una velocidad de deformación acorde a los anteriores estudios y compatible con la estabilidad de la máquina de ensayos de nuestro laboratorio. ***La velocidad elegida es de 1,5 mm/minuto para probetas de 100 mm de longitud libre entre mordazas, lo que implica  $0,25 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ , o bien, 1,5%/minuto.*** Teniendo en cuenta el diámetro de la muestra ensayada (1 mm) y como el ratio del calor retenido (proporcional al volumen) frente al calor transferido por convección (proporcional a la superficie) es proporcional al diámetro del alambre, podemos suponer que las condiciones del ensayo son prácticamente isotérmicas. Por tanto, la elección de una velocidad de 1,5 mm/min es consistente con los resultados expuestos anteriormente.

Para verificar además que con esta velocidad de ensayo se refleja completamente todos los fenómenos de la transformación martensítica, en coherencia con los estudios realizados por Tobushi et al [TOB, 1998], realizamos diferentes ensayos a velocidades comprendidas entre 1,5 mm/min y 2,5 mm/min (1,5%/min y 2,5%/min). La velocidad de 1,5%/min es la que más se adecua a los resultados esperados (figura 3.3). En esa figura se aprecia como aparece el pico de sobre tensión al inicio de la transformación martensítica y luego la curva es horizontal hasta el final de la transformación. Este fenómeno corresponde al punto de cedencia superior seguido de

la propagación de las bandas de Lüder. La aparición de este pico de sobre tensión en el inicio de la transformación se debe a que se requiere mayor fuerza para crear un núcleo de fase martensita y por ello aparece dicho pico al inicio de la meseta. Si la velocidad es pequeña, hay suficiente tiempo para que la interface se mueva después de la creación del núcleo y la tensión requerida para la formación de ese núcleo se relaja. Por ello se comienza con pico y se progresa constante con pequeñas fluctuaciones. Por el contrario, si la velocidad de deformación es grande, la interface se mueve rápidamente después de la creación del núcleo y, por tanto, hay menos tiempo para relajar la tensión en la interface. Por ello, la resistencia de fricción interna contra el movimiento de la interface crece y hay un fenómeno similar al deslizamiento. Por ello, la sobre tensión no aparece y la fluctuación de la curva es mayor [LIU,2000],[LIU,2001].



**Figura 3.3.** Ensayo para la verificación de la influencia de la velocidad de deformación sobre alambre NiTi a temperatura ambiente (22°C). Se observa como a velocidades mayores no se aprecia el pico de sobre tensión de inicio de nucleación de la transformación martensítica y la meseta es menos estable.

#### 3.2.1.4. Calentamiento del material para los ensayos a diferentes temperaturas

El calentamiento del alambre para obtener los ensayos a tracción a diferentes temperaturas de ensayo, puede realizarse mediante un calentamiento por corriente eléctrica, o bien por calentamiento convectivo mediante una cámara térmica. En

ambos casos los resultados pueden ser diferentes. Con la activación eléctrica podemos controlar mejor las variaciones de temperatura mediante la activación del alambre pero es más difícil mantenerlo a una temperatura exacta y, además, requiere un tiempo de espera para que el alambre alcance el equilibrio una vez activado con pequeños cambios de corriente eléctrica. Pese a sus defectos, el equipo experimental para los ensayos es menos complejo y costoso y según las aplicaciones a las que vaya destinado el alambre, es más interesante y realista. Un problema añadido es que, dado que la resistencia (o resistividad) del alambre produce cambios notables en la transformación, estos cambios pueden alterar el control del experimento y producir variaciones no deseadas de temperatura. Según Prahlad et al [PRA, 2001] el gráfico tensión-temperatura obtenido por calentamiento eléctrico queda ligeramente desplazado hacia la izquierda (hacia bajas temperaturas) comparado con el obtenido por calentamiento convectivo. Al mismo nivel de tensión, parece que el material transforma a menores temperaturas. Sin embargo, no cambia ni la tensión crítica para el demaclado de la martensita a bajas temperaturas, ni la pendiente de las tensiones críticas. La explicación que dan estos autores a este hecho es porque, en un policristal que contiene diferentes fases, la resistividad de una de las fases es diferente de la otra. Cuando pasa la corriente a través del alambre puede causar que prácticamente la totalidad de la corriente pase por aquellos caminos de menor resistividad. Por lo tanto los perfiles de temperaturas locales en las fronteras de diferentes fases pueden ser diferentes (y más altas) que las temperaturas medidas en la superficie (puesto que es temperatura ambiente). Esto puede resultar en un aparente descenso de las temperaturas de transformación en el caso de calentamiento por resistividad. Es importante hacer notar que en ambos casos, la medida de la temperatura fue mediante termopares unidos por pasta conductora, y no directamente sobre el alambre, con lo que pudieron darse interferencias en las mediciones.

Por todo lo anterior, los valores obtenidos para ambos casos de calentamiento pueden ser sustancialmente diferentes, con lo que utilizar las constantes derivadas mediante el calentamiento eléctrico puede conducir a valores erróneos cuando se emplean en aplicaciones de calentamiento convectivo y viceversa. Teniendo en cuenta, además, que la diferencia de resistividad entre las fases puede producir valores erróneos, y

sabiendo que el control de la temperatura puede ser difícil (y pequeñas variaciones hasta de 1°C en el material produce variaciones de hasta 10 MPa) se decide **realizar todos los ensayos con calentamiento ambiental por convección forzada mediante una cámara térmica diseñada** específicamente para la máquina de ensayos tal y como se explica en apartados posteriores.

### 3.2.1.5. **Método de medición de la deformación en el ensayo a tracción**

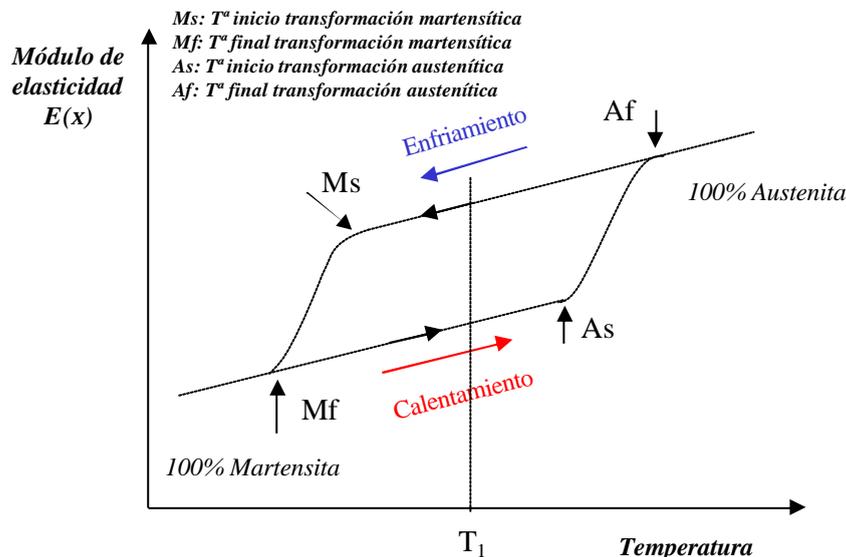
Para la medición de la deformación algunos autores utilizan como medida el desplazamiento del carro (medidas de deformaciones globales) o bien, mediante medida de variación de longitud por extensómetros (deformaciones locales). D.A. Miller y D.C. Lagoudas [MIL, 2000] justifican la elección de medición por desplazamiento de carro puesto que, como en el proceso de transformación martensítica aparecen múltiples frentes de fase, no consideran apropiado el uso de extensómetros para medir la deformación en los alambre NiTi pues el desarrollo de la deformación plástica no puede ser confinada a una sección específica y es mejor elegir una medida global de la deformación. Sin embargo, Shaw y Kyriakides [SHA,1995] demostraron que el uso de medidas de deformación global puede conducir a resultados erróneos como consecuencia de pequeños deslizamientos en las mordazas, más acusados a mayores deformaciones y/o tensiones. Estas diferencias son mayores a medida que incrementamos la temperatura del ensayo, puesto que las tensiones que se requieren para producir la transformación son mayores.

En nuestro caso, y dado que hemos elegido una velocidad de ensayo suficientemente pequeña como para considerar que no existen múltiples frentes de fase simultáneamente, **consideramos más apropiado para los ensayos, la medición por extensómetro**, aportando resultados mucho más precisos para la variación de longitud. El extensómetro de la máquina de ensayos que se explica en apartados posteriores, tiene una separación de 50 mm condicionando que la longitud de la probeta no sea excesivamente grande y, como hemos comentado, no dé resultados demasiado localizados. Esta longitud de probeta se determina de 100 mm libres entre

mordazas (180 mm totales entre extremos) para cumplir dicho requisito y además, garantizar que no exista deslizamientos en las mordazas.

### 3.2.1.6. Historia térmica previa de la probeta

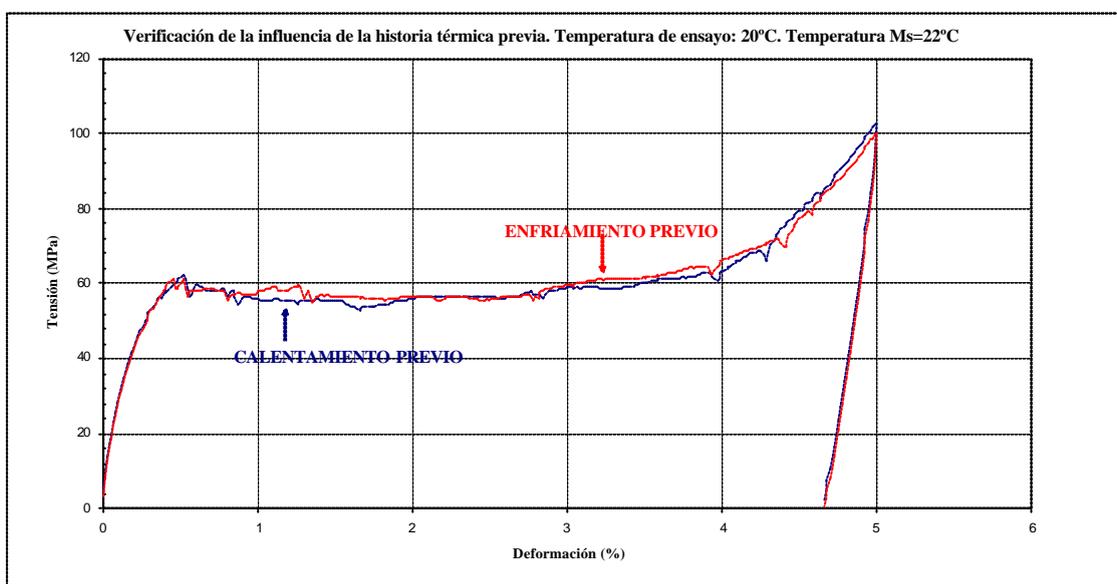
Se entiende como historia térmica previa, la temperatura a la que se ha sometido la probeta previa al ensayo pues determina la fracción de fase de martensita. Pese a que este efecto se explicó desde el punto de vista de la modelización en el Capítulo 2, analizamos ahora cómo condiciona este fenómeno las condiciones del ensayo. El efecto se entiende claramente observando la figura 3.4 donde se presenta la evolución del módulo de elasticidad (función de la fracción de martensita) con la temperatura de una forma esquemática. Si se realiza un ensayo a una determinada temperatura  $T_1$  dentro del intervalo comprendido entre  $M_s$  y  $A_s$ , el módulo de elasticidad será diferente si venimos de una historia térmica “caliente” que si venimos de una historia “fría”. Esto se reflejará en que la curva tensión-deformación tendrá valores de tensión más altos porque el módulo de elasticidad será mayor. Este efecto es más acusado dentro de este intervalo de temperaturas ( $M_s < T < A_s$ ), no siendo tan apreciable si las temperaturas de ensayo son menores de  $M_s$  o mayores de  $A_s$ .



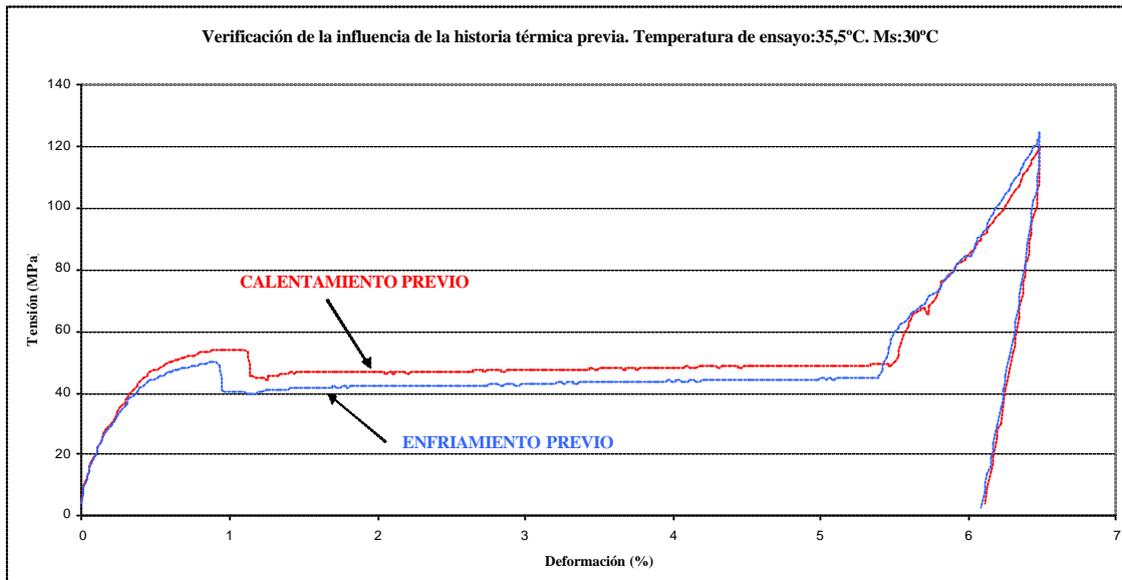
**Figura 3.4.** Representación esquemática de la evolución del módulo elástico (dependiente de  $x$ , fracción en volumen de la martensita) con la temperatura. Se puede observar como, a una determinada temperatura  $T_1$ , el módulo no es igual si provenimos de austenita pura que si provenimos de martensita pura.

La historia térmica de la probeta, pese a que puede influir decisivamente en los resultados, no está contemplada prácticamente por ninguno de los autores mencionados en el apartado 3.1.3 que comparan modelos constitutivos a excepción de Ford y White [FOR, 1996].

Para constatar este hecho, realizamos dos ensayos idénticos a dos probetas NiTi pero una de ellas había estado previamente en el congelador sumergida en hielo (-10°C y 10 minutos) y la otra no. Como se puede apreciar en la figura 3.5, dado que la temperatura de ensayo era próxima a la  $M_s$ , las diferencias no son apreciables. Por el contrario, en la figura 3.6, esas diferencias comienzan a destacar.



**Figura 3.5.** Gráficas tensión-deformación de dos alambre NiTi idénticamente ensayados, pero con diferente historia térmica previa. Dado que la temperatura de ensayo (20°C) es muy próxima a la  $M_s$ , las diferencias son prácticamente inapreciables.



**Figura 3.6.** Gráficas tensión-deformación de dos alambre NiTi idénticamente ensayados, pero con diferente historia térmica previa. En este caso la temperatura de ensayo es superior a la  $M_s$  y las diferencias deben ser tenidas en cuenta.

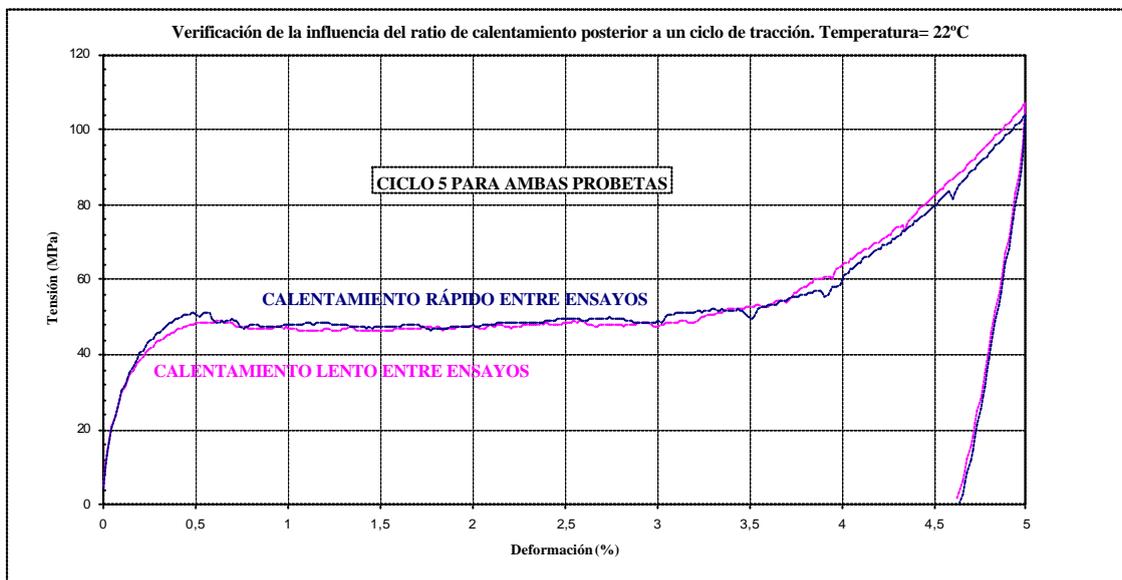
Pese a que estos gráficos no pueden considerarse como concluyentes, los estudios de D. Ford [FOR,1996] y las previsiones realizadas para los modelos (Capítulo 2) hacen obligado que el proceso sea sistemático para garantizar, cómo mínimo, la repetibilidad de los resultados.

Como conclusión a todo lo anterior, y para garantizar que en todos los casos las condiciones de partida sean las mismas, se decide que *la historia térmica sea “caliente”, es decir, proviniendo de un 100% de austenita. Para ello, se calentarán las probetas por encima de  $A_f$  previo a cada ensayo.*

### 3.2.1.7. Velocidad de calentamiento en la recuperación de forma

Se analiza la influencia de la velocidad de calentamiento de las probetas, una vez realizado el ciclo de carga y descarga en tracción, con el objetivo de que recuperen su forma original. Puede pensarse que, puesto que la transformación reversa es endotérmica, la velocidad de calentamiento aplicado para dicha recuperación de forma puede influir en esa recuperación y en el comportamiento posterior. Para ello

se realizaron dos ensayos en idénticas condiciones a dos probetas de NiTi: una de ellas se calentaba lentamente entre los ciclos hasta una temperatura superior a  $A_f$  ( $150^\circ\text{C}$ ), mientras que la otra se calentaba rápidamente (se introducía 2 minutos en horno precalentado a una temperatura de  $150^\circ\text{C}$ ). Como se aprecia en la figura 3.7, donde se representa el ciclo 5 de ambas probetas, la diferencia es mínima. Esto tiene lógica puesto que la transformación martensítica es una transformación a térmica lo que implica que la cantidad de fase creada en la transformación depende sólo de la temperatura y no del tiempo a esa temperatura. Es por ello que *se decide realizar un calentamiento rápido posterior a cada ensayo a  $T > A_f$* .



**Figura 3.7.** Gráficas tensión-deformación de dos alambre NiTi idénticamente ensayados, pero con diferente calentamiento posterior a cada ensayo. En el ciclo 5, representado en la figura, las diferencias son inapreciables.

### 3.2.1.8. Tratamiento térmico previo de la probeta

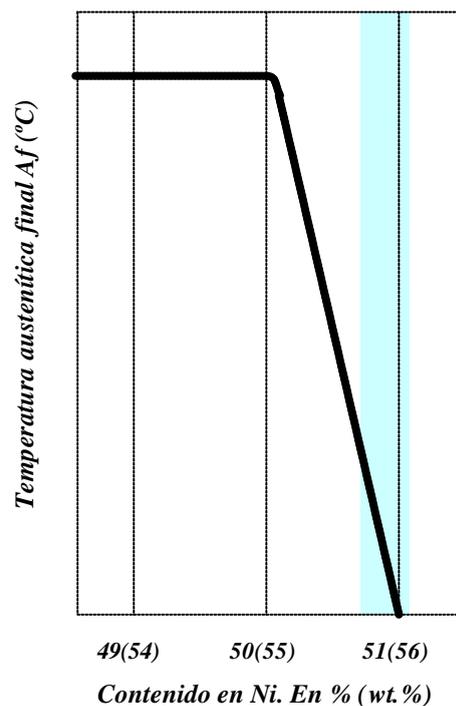
El tratamiento térmico al que se puede someter una probeta antes de los ensayos, al igual que el trabajado frío previo, condiciona severamente el comportamiento posterior del material, tal y como se avanzó en el apartado 1.4 del Capítulo 1. Mediante un adecuado tratamiento térmico de recocido, controlando tanto el tiempo como la temperatura, y en un dispositivo adecuado, se puede impartir la memoria de

la forma que se desee que recuerde el material al calentar. También se consigue desplazar convenientemente las temperaturas de transformación, pero se corre el riesgo de que, si las temperaturas son demasiado elevadas, la resistencia del material se vea gravemente afectada. Mediante un envejecido, también a temperatura y tiempo adecuado, se puede conseguir modificar las temperaturas de transformación austeníticas, interesante para aplicaciones superelásticas. La variación de las propiedades mecánicas en aleaciones NiTi en función de la temperatura de recocido fue estudiado por P.Prader et al [PRAD,1997] donde, realizando recocidos de 20 minutos en alambres de 1 mm de diámetro a temperaturas comprendidas entre 450°C y 550°C y templado al agua observaron, entre otras cosas, como, en condiciones superelásticas, a mayor temperatura de recocido, la tensión necesaria para el inicio de la transformación martensítica era menor y la meseta en la transformación reversa también era menor. En cuanto a las temperaturas de transformación, detectaron que el recocido disminuye las temperaturas austeníticas pero crecen las martensíticas a causa de que la estabilización de la austenita decrece y se requiere menor enfriamiento para la aparición de martensita.

Un estudio parecido fue realizado por X.Huang et al [HUA,2000] pero analizando además el efecto de la temperatura del tratamiento térmico en la aparición y/o desaparición de la fase R en el material, estableciendo que, al aumentar la temperatura de recocido, esta fase R tiene tendencia a desaparecer por encima de los 650°C. Igualmente Filip y Mazanec [FIL,1995] realizaron un amplio estudio donde analizaban la influencia del trabajado en frío y tratamiento térmico posterior en las propiedades mecánicas del NiTi a tracción.

A.R.Pelton et al [PEL,2000] justificaron la razón del cambio de las temperaturas austeníticas con el envejecido y establecieron ciertos límites de ajuste de la temperatura  $A_f$ : para temperaturas de envejecido de 300°C no cambia de forma apreciable, mientras que a 350-450°C hay un gran impacto en esa temperatura. A 550°C hay un pequeño decrecimiento y, posteriormente, una rápida subida. El punto crítico es 425°C, que es donde más crece  $A_f$ . La razón que aportan es que, a altas temperaturas, hay suficiente energía térmica como para permitir la difusión rápida de

átomos de Ni y Ti en la matriz. Sin embargo, a medida que crece la temperatura, es más difícil formar núcleos de precipitados. A bajas temperaturas ocurre justo lo contrario: altos ratios de nucleación y bajos ratios de difusión. En el rango intermedio 350-450°C estamos en el equilibrio de ambos procesos: máximos ratios de precipitación. El cambio en  $A_f$  es debido, pues, a la difusión relativa de átomos Ni y Ti, donde los átomos de Ni se congregan en precipitados y los átomos de Ti se mueven a la matriz NiTi. A medida que esta matriz se enriquece de Ti, la temperatura de transformación crece, tal y como se puede observar de la relación de la composición y la temperatura esquematizada en la figura 3.8. Aunque la composición total sigue siendo la misma, las localizaciones de composición pueden afectar las temperaturas. Con todo esto, establecieron que se puede ajustar  $A_f$  a gusto del usuario del material, subiéndola mediante envejecidos de 300-500°C y bajándola entre 500-550°C.

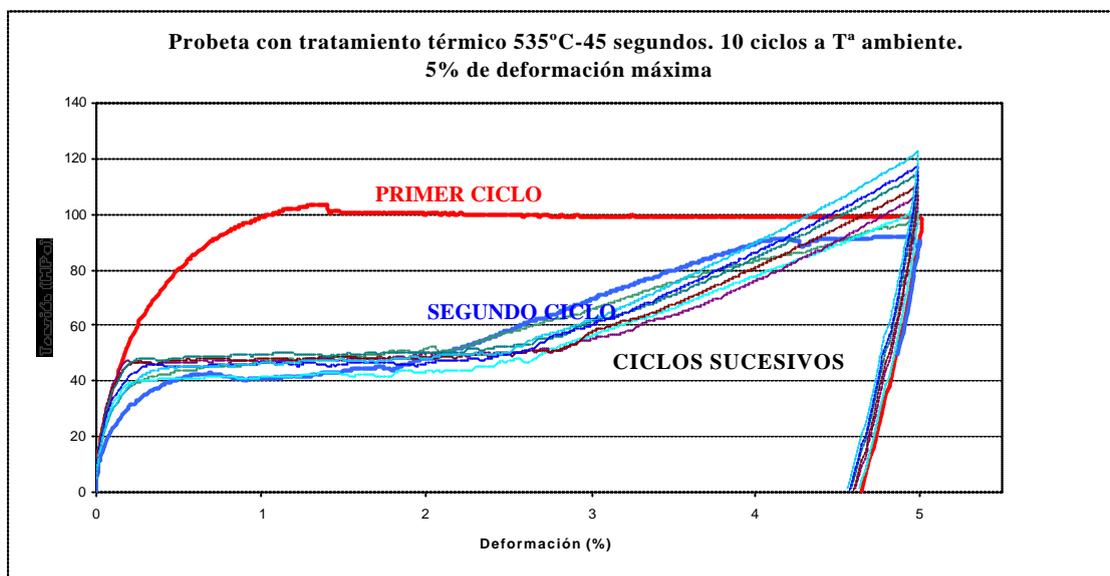


**Figura 3.8.** Esquema del efecto del contenido en Ni del Nitinol sobre la temperatura de transformación de fase  $A_f$ . Nótese como un pequeño cambio en la composición de la aleación puede tener un enorme efecto en la  $A_f$ . La región sombreada representa el área que suelen cubrir las aleaciones binarias típicas de NiTi superelásticas. [RUS,2000]

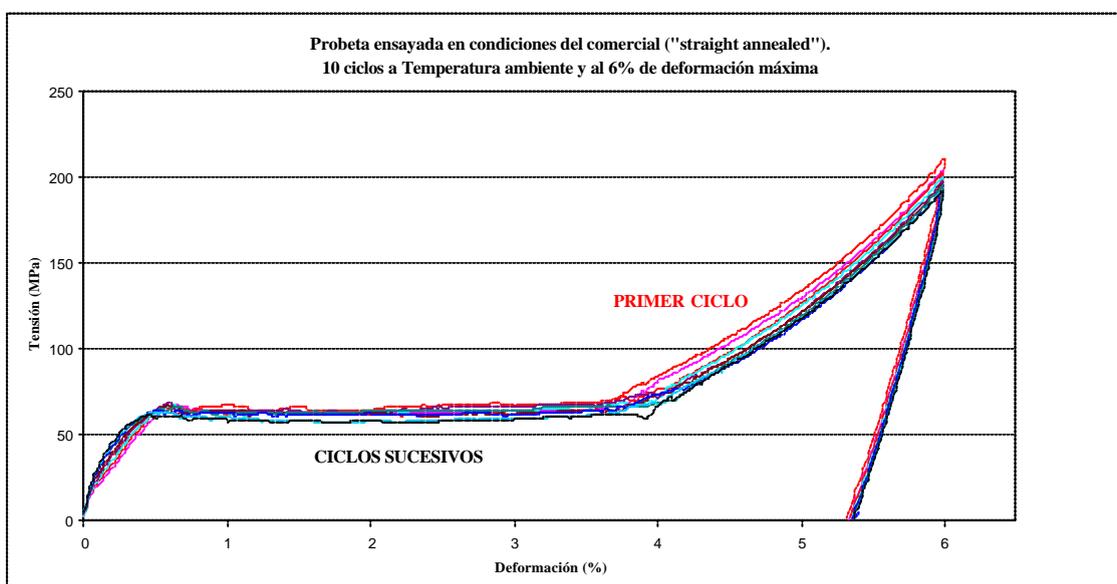
Para la realización de un recocido en las aleaciones NiTi, tanto el tiempo del tratamiento térmico como la temperatura, han de ser determinados experimentalmente para cada material o composición, forma o tamaño y dispositivo de impartición de memoria. En el caso de aleaciones comerciales el fabricante suele indicar el rango de temperaturas adecuado pero no es tan específico con el tiempo (por ejemplo, entre 500°C y 550°C) pero leves variaciones en cualquiera de los dos parámetros (tiempo o temperatura) pueden dar lugar a variaciones en las temperaturas de transformación del orden de 5-10°C. Esto hace que sea preferible, si es posible, trabajar con aleaciones comerciales donde el tratamiento térmico de impartición de forma (por ejemplo, forma recta en un alambre) haya sido realizado por el fabricante de forma totalmente controlada y continua para todo el material que se desea utilizar. Este material es el denominado “straight annealed”. Lamentablemente, no se indica por parte del fabricante, las condiciones en las que se realizó ese tratamiento térmico. Además, trabajar con el material en estas condiciones tiene un inconveniente: en el proceso del bobinado del alambre para su comercialización se produce una deformación del alambre, lo que podríamos llamar un “primer ciclo de deformación”, y ese primer ciclo además de ser, como se aprecia en la figura 3.9, sustancialmente diferente de los ciclos sucesivos, es el ciclo de mejores propiedades del material, con lo que es el más interesante para aplicaciones de un solo uso. Para “volver a recuperar” ese primer ciclo, se puede realizar un recocido, pero siempre determinando, con sucesivos experimentos, el tiempo y la temperatura adecuada.

En la figura 3.9 se deformó al 5% un alambre comercial “straight annealed” al que se le realizó previamente un recocido a 535°C durante 45 segundos sin dispositivo de memoria de forma (se introdujo en el horno directamente y al aire). En la figura 3.10 se observa el gráfico tensión-deformación de otra probeta del mismo alambre comercial, pero donde no se le hizo ningún tratamiento térmico (directamente de fábrica, únicamente se calentó para recuperar la deformación debida al bobinado). Se aprecian dos características evidentes: en la figura 3.9 se ve claramente como el primer ciclo y el segundo (y sucesivos) son totalmente diferentes bajo las mismas condiciones de ensayo, siendo el primero de mejores características mecánicas, y en

la figura 3.9 se observa como, el que parece el primer ciclo del material, es en realidad el segundo, pues el primero se realizó al bobinar.



**Figura 3.9.** Gráficas tensión-deformación de un alambre NiTi al que se le realizó un tratamiento térmico de 535°C 45 segundos. Se aprecia la diferencia significativa entre el primer ciclo (en rojo) y sucesivos.



**Figura 3.10.** Gráficas tensión-deformación de un alambre NiTi al que no se le realizó ningún tratamiento térmico a parte del realizado en fábrica. Comparando con la figura 3.9 se observa como, el primer ciclo de este gráfico, corresponde realmente a un segundo ciclo para el alambre.

Con todo lo anteriormente expuesto lo deseable es trabajar con materiales comerciales donde el tratamiento térmico venga impuesto de fábrica para asegurar así un control total en tiempos y temperaturas y, por tanto, en las temperaturas de transformación que varían sustancialmente. Sin embargo, esto solo es conveniente para aplicaciones cíclicas o repetitivas, puesto que en estas aplicaciones se desea utilizar el elemento, no en su primer ciclo (el óptimo) sino en sucesivos ciclos. Si se desean aplicaciones de un solo uso de memoria de forma (por ejemplo, acoplamientos mecánicos en uniones), es mucho más conveniente realizar un tratamiento térmico y que ese primer uso sea el de las mejores propiedades. Por otro lado, si el objetivo es la utilización en aplicaciones cíclicas, deberemos tener en cuenta que las propiedades mecánicas varían con el ciclado, y se ha de analizar la estabilidad frente al ciclado tal y como se muestra en apartados posteriores.

En el presente trabajo se contemplan los dos aspectos mencionados en el anterior párrafo: por un lado se analiza con detalle el proceso de estabilización frente al ciclado, estudiando todos los condicionantes que afectan al ciclado y sus consecuencias a la hora de obtener los parámetros constitutivos (apartado 3.3). Como se ensayarán las probetas en sucesivos ciclos de carga y descarga (con calentamiento intermedio para la recuperación de la forma), no importará que el material esté en condiciones “straight annealed”. Por otro lado, en el apartado 3.4, se analizará la obtención de parámetros para probetas “de un solo uso”o vírgenes. Para ello se debe realizar un adecuado tratamiento térmico donde el tiempo y la temperatura se establecen experimentalmente.

La razón de porqué analizar ambas condiciones de partida es doble: por un lado, como se verá en el apartado 3.3, el comportamiento de las probetas cicladas depende mucho de las condiciones bajo las cuales se realizó el ciclado. ***Como uno de los objetivos finales del trabajo es comprobar la bondad de los modelos macromecánicos aplicados a un estado de flexión, la verificación de las hipótesis realizadas en el modelo a flexión con ensayos experimentales de una probeta ciclada, podría llevarnos a conclusiones erróneas, no porque el modelo no fuera adecuado, sino por la propia variabilidad de la probeta a causa del ciclado. Se***

*considera, por tanto, conveniente, verificar el modelo a flexión con probetas “vírgenes” o de un solo uso, para que todas las divergencias que se encuentren (si las hay) sean sólo debidas al propio modelo y a las hipótesis realizadas, y no a la variabilidad del comportamiento mecánico de la probeta.* Otra de las causas que nos indican la conveniencia de utilizar probetas con tratamiento térmico en un solo ciclo, es que podremos ajustar las temperaturas de transformación consiguiendo que la temperatura  $M_f$  esté dentro de unos niveles que nos permitan ensayar probetas a temperatura menor de  $M_f$  con un margen adecuado al conjunto de la máquina de ensayos.

### 3.2.1.9. *Método de obtención de las temperaturas de transformación*

Aunque no puede considerarse en sí como un parámetro que influye en las condiciones de los ensayos, si que, la elección adecuada de un método de determinación de temperaturas de transformación, nos conducirá a resultados más precisos en la obtención de estos datos. Veamos a continuación cuáles son los métodos más comunes para la determinación de dichas temperaturas y cuál es el elegido en nuestro proceso experimental.

Pese a que muchas de las propiedades de las SMA cambian con la transformación de fase, los métodos utilizados para determinar las temperaturas de transformación de dichas fases desde un punto de vista práctico son cuatro: el principal de ellos y más directo es la medida de las temperaturas de transición mediante *DSC (calorímetro de escaneo diferencial)*. En esta técnica se mide el calor absorbido o cedido por una pequeña muestra a medida que es calentada o enfriada a lo largo de su rango de temperaturas de transformación. La muestra puede llegar a ser de miligramos, y, dado que la muestra no está sometida a tensión, no interviene en la medida. Los picos exotérmicos y endotérmicos son fáciles de medir y, con ello, obtener las temperaturas de transformación. Los mayores inconvenientes que presenta esta técnica son varios: en primer lugar el problema derivado de la preparación de la muestra. Se requiere cortar tamaños de muestra pequeños, normalmente con disco de diamante. Esto puede provocar cambios de fase e inducir trabajado en frío que hay

que eliminar con un tratamiento térmico adecuado. Esto es, como se puede deducir, inviable en el caso de pretender obtener las temperaturas en probetas cicladas mecánicamente, como es nuestro caso, porque el tratamiento térmico cambiaría completamente el comportamiento de la aleación. Tampoco es fácil obtener una reproducibilidad exacta en las condiciones del tratamiento térmico, y, como se ha explicado anteriormente, pequeñas variaciones en la temperatura o en el tiempo a esa temperatura puede cambiar de forma considerable las propiedades de la aleación. Por otro lado, factores como peso de la muestra, colocación de la muestra en la celda, la rampa de calentamiento o enfriamiento, así como el gas de purgado utilizado en el DSC influyen en los resultados obtenidos para las temperaturas de transición [MAR,1997].

El segundo método más utilizado para la medición de las temperaturas de transformación es mediante la *medición de la variación de resistividad con la temperatura*. La resistividad es función de la estructura cristalina y, dado que las SMA tienen diferente estructura cristalina en las diferentes fases que pueden presentar, como BCC en austenita, monoclinica en martensita y romboédrica en fase R en las aleaciones Nitinol, se pueden detectar las transformaciones de fase mediante variaciones en su resistividad. La dependencia de la resistividad con la temperatura presenta un repentino incremento cuando pasamos de martensita a austenita y un decrecimiento cuando pasamos de austenita a martensita. La fase R tiene el mayor valor de resistividad y su aparición se observa con un pico en la curva resistividad-temperatura. La aleación cambia del orden de un 20% su resistividad a lo largo del rango de temperaturas debido a esos cambios de fase. La medición de la resistividad se puede realizar con un multímetro común con precisión de medida de  $n\Omega$ , y el calentamiento/enfriamiento se puede realizar con la cámara térmica que se utiliza para los ensayos mecánicos, o bien con un horno de laboratorio convencional. Como gran ventaja de este método está el que no es necesario destruir la probeta ciclada para obtener sus temperaturas como en el caso del DSC. De esta manera se pueden obtener las temperaturas de la aleación con una probeta virgen, así como las temperaturas de transformación con la probeta ciclada para determinar los cambios en la temperatura con las condiciones de ciclado. Otra gran ventaja de este método es

su simplicidad tanto en la técnica de medida como en el instrumental utilizado. Sin embargo, correlacionar estos cambios con los cambios en las propiedades mecánicas o térmica no siempre es simple, especialmente en el caso de aleaciones NiTi equiatómica donde es posible la aparición de la fase R intermedia, lo que puede inducir a errores en la interpretación de los resultados si no se tiene sumo cuidado [HOD,1999].

El tercer método posible es el llamado *medición de temperatura  $A_f$  activa o funcional*. En él se deforma una muestra en condición martensítica y se mide su recuperación al calentar. Si la deformación es de flexión y se mide el ángulo de recuperación función de la temperatura, podemos obtener un gráfico donde leer las temperaturas  $A_f$  y  $A_s$  del material. Hay que procurar que el radio del doblado de  $180^\circ$  no sea más pequeño que 10 veces el diámetro del alambre [HOD,1999]. Este método es utilizado cuando se quiere obtener las temperaturas de una forma rápida para una aplicación concreta de la aleación en el que se requiera conocer las temperaturas austeníticas. En nuestro caso este método sirve para comprobar los resultados obtenidos con las medidas de resistividad para la probeta virgen y corroborar las temperaturas de transición austeníticas, difíciles de detectar mediante resistividad. Para evitar imponer deformaciones permanentes que falseen los resultados obtenidos posteriores con esta probeta, se limita el ángulo de doblado a  $45^\circ$ .

El cuarto método utilizado para la obtención de las temperaturas de transformación es la obtención de comportamiento tensión-deformación a diferentes temperaturas y, mediante la relación lineal entre la tensión y la temperatura (Clausius-Clapeyron) interpolar para obtener las temperaturas a tensión cero. Este método es complementario al de DSC o de resistividad, pues implica la aceptación de la hipótesis de comportamiento lineal entre tensión y temperatura. Esta es precisamente una de las hipótesis que se desea verificar en este trabajo experimental. Como variación a este método, se puede ensayar una probeta sometida a diferentes tensiones constantes, observando el cambio en la deformación cuando se varía la temperatura dentro del rango de transformación de fase. También se ha de extrapolar para obtener las temperaturas a tensión cero y, como antes, implica la aceptación de

comportamiento lineal tensión-temperatura. Si el comportamiento lineal es verificado con los sucesivos ensayos a tracción a diferentes temperaturas crecientes, este método, de nuevo, servirá para corroborar los valores obtenidos mediante resistividad. Este proceso se emplea en el Capítulo 4 donde se verifican los modelos constitutivos mediante ensayos a tensión constante.

En el presente trabajo se ha utilizado *la técnica de la medición del cambio de resistividad con la temperatura* combinado, para determinar las temperaturas austeníticas, con el *método de la  $A_f$  activa*. La razón principal es la sencillez, en principio, de la implementación experimental de este método, que no requiere el conocimiento de ninguna técnica específica adecuada como con el DSC; otra razón no menos importante, es que no implica la destrucción del material o probeta, fundamental para el caso que queramos analizar temperaturas en probetas que deben ser ensayadas con posterioridad.

Tanto el montaje del equipo necesario como la interpretación de las curvas de variación de resistividad con la temperatura y el método desarrollado para la determinación de las temperaturas, se explicará en apartados posteriores.

### **3.2.1.10. Velocidad de enfriamiento/calentamiento para la determinación de las temperaturas de transformación**

Elegido el método de determinación de las temperaturas de transformación, aparece un nuevo parámetro que influirá en la obtención de dichas temperaturas: la velocidad de calentamiento y enfriamiento de la probeta mientras se mide la resistencia eléctrica en sus bornes. Esta velocidad de calentamiento/enfriamiento ha de ser suficientemente lenta como para permitir detectar dichas variaciones de resistencia eléctrica (prácticamente inapreciables en la transformación de martensita a austenita) y para no alterar la cinética de la transformación. Este último fenómeno es muy apreciable en la transformación de austenita a martensita (enfriamiento). Durante este proceso, pequeñas variaciones en la velocidad de enfriamiento provocan grandes saltos de resistencia en el gráfico que alteran la interpretación de los resultados. Si la

transformación está en curso (entre  $M_s$  y  $M_f$ ) y descendemos de forma un poco brusca la temperatura, elevamos la cinética de la transformación y, dado que es exotérmica, provoca un aumento local de la temperatura de la probeta, que no se detecta en la temperatura ambiental de la cámara donde se hace el ensayo pero que sí se detecta en la lectura de la resistencia eléctrica. Si la transformación ya ha terminado, la alteración de la velocidad de enfriamiento es detectada de forma muy rápida por la probeta, pero ya no alteramos la cinética de la transformación. Podemos ver un ejemplo de lo explicado en la figura 3.11 para una probeta NiTi ensayada en la laboratorio con el equipo experimental explicado en el apartado 3.2.3.2. En el punto A del gráfico, a una temperatura dentro del rango de transformación, se produjo un descenso un poco brusco de la temperatura, alterando el ratio de enfriamiento. Eso provocó que la transformación progresara más rápidamente, produciendo un autocalentamiento de la probeta y, por tanto, la resistencia correspondía a la de una temperatura mayor que la que leía el termopar de la cámara ambiental. Eso explica el incremento anómalo en la curva, que debería tener una pendiente más o menos constante. En el punto B se repitió la alteración del ratio de enfriamiento, pero, esta vez, dado que la transformación ya había terminado, se reflejó en el gráfico en un descenso brusco de la resistencia. En lugar de seguir la tendencia asintótica, la curva desciende puesto que el material es muy sensible a la temperatura y lo refleja mucho antes que el termopar de la cámara.

Por todo ello se decide optar por *un ratio de enfriamiento y calentamiento lento de entre 1-2°C/minuto*.

