



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

---

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA

Mecánica – Mecánica aplicada

“Estudio de las interacciones intergranulares durante la Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo en materiales con memoria de forma policristalinos”

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

DOCTOR EN INGENIERÍA

P R E S E N T A :

M. en I. Fernando Néstor García Castillo

Tutor principal:

Dr. en I. Jacinto Cortés Pérez, FES – Aragón

Comité tutor:

Dr. Arturo Barba Pingarrón, Facultad de Ingeniería

Dr. Jorge Carrera Bolaños, Facultad de Ingeniería

Dr. José Gonzalo González Reyes, Instituto de Investigaciones en Mat.

Dr. Schouwenaars Franssens Rafael, Facultad de Ingeniería



México, D.F. Mayo 2016

---

# Jurado

---

## JURADO ASIGNADO:

Presidente: Dr. González Reyes José Gonzalo

Secretario: Dr. Carrera Bolaños Jorge

Vocal: Dr. Cortés Pérez Jacinto

1<sup>er.</sup> Suplente: Dr. Flores Zúñiga Horacio

2<sup>do.</sup> Suplente: Dr. Amigó Borrás Vicente

Lugar o lugares donde se realizó la tesis:

Ciudad Universitaria, México D.F.

San Juan de Aragón, Estado de México.

Valencia, Valencia España.

## TUTOR DE TESIS:

Dr. Jacinto Cortés Pérez

-----  
**FIRMA**

# Dedicatorias

---

El presente trabajo es dedicado a:

**Mi familia**

Con admiración y respeto.

Porque sin su apoyo nada de esto sería posible.

**Guadalupe**

**Fernando Moisés**

**María Fernanda**

**María del Carmen**

**Nancy**

**C. Omar**

**Ivonne**

**Ximena**

**Alejandro**

**Diego**

**Emiliano**

# Reconocimientos

---

## **Dr. Jacinto Cortés Pérez**

Por los comentarios, dominio del tema, por dirigir el presente trabajo con esa visión y profesionalismo que lo caracteriza.

## **Dr. Vicente Amigó Borrás**

Por la asesoría brindada y todo lo que ello conlleva para medir orientaciones cristalinas con la técnica *EBSD*. Por el gran apoyo brindado durante las estancias realizadas en la Universidad Politécnica de Valencia.

## **Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Jorge Carrera Bolaños, Dr. José Gonzalo González Reyes, Dr. Schouwenaars Franssens Rafael, Dr. Flores Zúñiga Horacio.**

Por su grandiosa ayuda y excelentes comentarios sobre la tesis durante todo el desarrollo del trabajo.

## **Dr. Francisco Manuel Sánchez Arévalo**

Por el gran apoyo y comentarios respecto a la esencia del trabajo. Por el gran interés y ayuda para la elaboración del artículo.

## **Gabriel Ángel Lara Rodríguez**

Por la fabricación del material (Cu-Al-Be) utilizado en el presente estudio en el “laboratorio de proceso de materiales avanzados” del Instituto de Investigaciones en Materiales - UNAM.

## **Manuel Josep Planes Insausti, José Luis Moya López, Alicia Nuez Imbernón, Mercedes Taberero Mendoza.**

Por el soporte técnico y la disposición en el laboratorio de microscopia de la Universidad Politécnica de Valencia para la medición de orientaciones cristalinas en *EBSD*.

## **Juan José Candel y Patricia Franconetti Rodríguez**

Por la capacitación para la utilización de los equipos disponibles en la UPV y la preparación de las muestras para metalografía.

## **Rut Benavente Martínez, Inmaculada López Sánchez, Ma. Carmen Gamir Aleixandre, José Luis Ortiz Rosales.**

Por el apoyo técnico en el uso de sus equipos y consumibles en la UPV.

# Reconocimientos

---

## **Ing. Martin Estrada Arcos**

Por la realización del diseño y desarrollo de hardware y software para equipo mecánico-óptico para pruebas de flexión in situ.

## **Ing. Miguel Ángel Romero Barrientos**

Por la construcción y diseño de equipo mecánico-óptico para pruebas mecánicas in situ.

**M. en I. Rodrigo Lechuga Taboada, González Hernández Pedro, Hernández San Juan Herminio, Alarcón Chimalpopoca Joussueth, Ríos Cortés Uzziel, Cruz Garduño Brenda Angélica, Luis Huerta Martínez, Daniel Mateos Peña, Ernesto Maldonado Alonso, Gustavo Enrique González Gaspar.**

Por su gran y valioso apoyo en la presente tesis.

**Universidad Nacional Autónoma de México y División de Estudios de Postgrado de la Facultad de Ingeniería**

Por apoyarme y permitirme estudiar el doctorado.

## **Coordinación de Estudios de Posgrado (CEP)-UNAM**

Por el apoyo económico durante el Doctorado y la estancia en la Universidad Politécnica de Valencia.

## **Instituto de Tecnología de Materiales-UPV.**

Por el apoyo en los gastos realizados durante la medición de orientaciones cristalinas en *EBSD* y por las facilidades otorgadas durante la estancia en su universidad.

## **PAPIIT: IN111310 y IT102414. PAPIME: PE102214**

Por el apoyo económico para poder realizar mediciones con la técnica *EBSD* en la Universidad Politécnica de Valencia.

## **Centro Tecnológico Aragón (CTA)**

Por las facilidades y oportunidades brindadas durante la realización de la presente tesis.

# Agradecimientos

---

## **Compañeros y alumnos del Laboratorio de Mecánica Aplicada del CTA**

Dr. David Becerril García, M. en I. Jesús Alejandro Ríos Cortés, Ing. Carlos Reséndiz Rodea, M. en I. Rodrigo Lechuga Taboada, Ing. Miguel Ángel Romero Barrientos, M. en I. Salvador Cabrera González, Ing. Martín Estrada Arcos, M. en I. Smyrna Vanessa Rivera Cortés, M. en I. Claudio Arturo Domínguez Migoya, Ing. Iván Leos Santiago, Ing. Aldo Flores Velázquez, M. en I. Francisco De Matías Aguilar, M. en Arq. Isai Néstor Chepí Rivera, Ing. Guillermo Domínguez Alvarado, Ing. Noé Benumea Aguilar, Arq. Alejandra Ponce Perea, Daniel Mateos Peña, Gustavo Enrique González Gaspar, Ernesto Maldonado Alonso, Daniel Pérez González, Enrique Ramírez Chamorro, Daniela Contreras Velasco, Diana P. Luna G.; así como, a todos los que por alguna razón omití sin menospreciar su contribución y apoyo.

## **Compañeros de posgrado**

Luis Marcos Palacios Romero, Yolanda Torres Pérez, José Luis Ramírez Cruz.

## **Compañeros de la Universidad Politécnica de Valencia**

Agueda, Edgar Raygoza, Francisco Devesa Albeza, Irma Angarita Moncaleano, José Velázquez Varela, Juan José Candel, Lissette Espinosa Fernández, Luis Antonio Gómez Soler, Madhur Suria Mata García, Marie Pierre Licausi, Miri, Niccolò Magliarditi, Patricia Franconetti Rodríguez, Ramy Shaltout, Ronald Miguel Gómez Angarita, Silvia.

## **Compañeros del CIMA**

Alejandra Álvarez S., C. Zulema Santos A., Georgette García G., H. Alan Salazar G., Keyla I. Terán S., Larissa González P., M. Isabel Morquecho G., Marco A. Reyes S., Montserrat Rojas R., Vanesa Martínez G.

## Introducción

En aplicaciones de ingeniería mecánica, los materiales con memoria de forma (*MMF*) son considerados especiales, debido a que poseen efectos que los materiales convencionales no tienen. Dichos efectos son: el efecto memoria de forma simple, superelasticidad, doble efecto memoria deforma y doble efecto memoria de forma asistido. Actualmente se pueden encontrar muchas aplicaciones, utilizando estos efectos de manera independiente o combinados, que cada vez se acercan más a los usos que en un inicio parecían futuristas. Una de las principales ventajas de los *MMF* radica en que éstos pueden ser usados como sensores y actuadores a la vez, lo cual simplifica considerablemente los dispositivos o equipos diseñados utilizando estos materiales.

Es claro que el avance en los diseños actuales va de la mano con un mejor conocimiento del comportamiento mecánico de estos materiales. Por tal razón ahora existen modelos y teorías que simulan de manera más apropiada su comportamiento mecánico; sin embargo, muchas de estas teorías son basadas en estudio de materiales monocristalinos. La razón principal de ello es que los *MMF* son altamente anisotrópicos, histeréticos y dependientes de la temperatura; por lo que el comportamiento mecánico de ellos es complicado de predecir incluso en los casos más sencillos de carga como son: tensión, flexión y torsión.

Por otro lado, es evidente que la mayoría de las aplicaciones se realiza con materiales policristalinos, es por ello que existen estudios y resultados importantes en este sentido en *MMF*. Sin embargo los modelos encontrados aún dan resultados aproximados debido a que, como es bien sabido, los efectos microestructurales alteran de manera considerable las propiedades macroscópicas de los materiales.

Esta problemática no es presentada sólo en *MMF* de hecho durante mucho tiempo ha sido tema de interés en el estudio de los materiales convencionales el obtener las relaciones entre el comportamiento microestructural y macroscópico de ellos. Un ejemplo de ello es la relación entre el esfuerzo de cedencia y el tamaño de grano (Hall-Pech), la cual no considera la orientación cristalina en cada grano. Por otro lado existen otros estudios que si consideran dicha orientación y utilizan tanto métodos experimentales como numéricos para su estudio, aunque en todos los casos se tiene el problema inherente que no se conocen las condiciones en la frontera en cada grano.

De manera similar en *MMF* se han realizado estudios que consideran aspectos microestructurales e interacciones intergranulares. De hecho el efecto superelástico, durante la transformación martensítica inducida por esfuerzo (*TMIE*), es un efecto que permite estudiar interacciones intergranulares. Lo anterior debido a que en estos materiales la transformación martensítica (*TM*) puede ser observada in situ, es reversible y solamente se presentan 24 posibles variantes de martensita (*VM*) en cada grano. A pesar de esta ventaja que poseen estos materiales en la literatura se encuentran escasos estudios que consideran de manera conjunta la orientación cristalina y la *TM*. Por lo que hasta ahora ambos aspectos no han sido del todo aprovechados.

Considerando lo anterior, el presente trabajo tiene como hipótesis:

Conociendo la orientación cristalina de cada grano de una muestra policristalina; así como, los parámetros del material con memoria de forma, sometido a tensión simple, se puede realizar lo siguiente:

- a) Simular la distorsión que sufriría cada uno de los granos si se induce cualquiera de las 24 posibles variantes de martensita.
- b) Calcular la “huella” de cada una de las variantes de martensita (*VMs*) en la superficie de observación.



c) Determinar la magnitud de las deformaciones y esfuerzos inducidos.

d) Cuantificar la energía necesaria para inducir la transformación.

Por ello el objetivo general es:

“Elaborar un modelo que permita correlacionar la formación de diversas variantes de martensita inducidas por esfuerzo, en materiales con memoria de forma policristalinos tipo Cu-Al-Be sujetos a tensión simple, con las acciones mecánicas que se ejerzan ente granos vecinos”

Así mismo, se proponen los siguientes objetivos particulares:

1. Cuantificar la contribución del Factor de Schmid (*FS*) en la formación de variantes de martensita inducidas por esfuerzo a cada grano de un material policristalino.
2. Analizar la distorsión que experimentan los granos individuales, de una muestra policristalina, al sufrir la transformación martensítica inducida por esfuerzo.
3. Evaluar en términos energéticos las contribuciones del Factor de Schmid y el parámetro de distorsión en la formación de variantes de martensita en cada grano de un policristal.

En base a lo anterior en este trabajo se presenta un estudio teórico-experimental el cual permite encontrar un modelo para predecir la aparición de *VMs* durante la *TMIE* en una prueba de tensión simple. Las pruebas se realizaron en una muestra policristalina de Cu-11.5% wt. Al-0.5% wt. Be con memoria de forma. Para encontrar el modelo se considera una combinación de una relación de deformación (SR)  $|\frac{\epsilon_{x0}}{\epsilon_{y0}}|$  obtenida con un modelo matemático previamente desarrollado, el *FS* y los diagramas de transformación de esfuerzo plano (*STD*) de cada una de las 24 *VMs* en cada grano estudiado. Para encontrar dicho modelo se

midieron orientaciones cristalinas en un monocristal y de varios granos de un policristal por Electron backscattering diffraction (*EBSD*). El modelo encontrado cumple con lo observado en los granos estudiados y es consistente con estudios previamente desarrollados. Adicionalmente, se realizan simulaciones de la distorsión que sufrirían las fronteras de grano en el sistema de observación, de varios granos bajo un estado de tensión simple. Las distorsiones se realizaron considerando diferentes *VMs* con mayor *FS* y *SR*. Esto permite observar que las *VMs* formadas son las que tienen en general su campo de desplazamiento en la misma dirección de la aplicación de la carga; es decir las *VMs* formadas son las que presentan menor resistencia a ser deformados.

En el capítulo 1 se describe de manera breve el comportamiento mecánico de los materiales cristalinos; así como, algunas de las teorías utilizadas para su estudio. Se presta especial atención en la *TM* en aceros, ya que estos estudios son retomados en *MMF*. Adicionalmente se presentan algunos aspectos generales de los *MMF* e investigaciones relacionadas con la influencia de la microestructura en ellos. Finalmente se hace una breve descripción de los diferentes modelos matemáticos desarrollados sobre el comportamiento mecánico de los *MMF*. Se hace énfasis en un modelo matemático desarrollado previamente debido a que éste es utilizado para desarrollar el modelo para predecir las *VMs* que aparecerán en una prueba de tensión simple para una muestra policristalina.

En el capítulo 2 Se presenta el modelo general de predicción de *VMs* que es desarrollado en este trabajo.

En el capítulo 3 se describe el método experimental, se detallan las muestras utilizadas, sus características generales (geometría, temperaturas de transformación, etc.) y la fabricación de las mismas. Adicionalmente se presenta un breve resumen de la técnica *EBSD* y como ésta fue usada para la medición de las orientaciones cristalinas en las muestras estudiadas.

Finalmente en el capítulo 4 se presenta una discusión de los resultados obtenidos en el presente trabajo.

## Índice

Introducción .....	7
Abreviaturas .....	16
Capítulo 1. Comportamiento mecánico de materiales cristalinos .....	17
1.1.    Introducción .....	18
1.2.    Comportamiento mecánico de materiales mono y policristalinos .....	19
1.2.1    Monocristales .....	19
1.2.2    Cristalografía de la transformación martensita .....	24
1.2.3    Policristales .....	27
1.2.5    Estudios sobre comportamiento mecánico de policristales .....	29
1.3.    Comportamiento mecánico de los <i>MMF</i> .....	33
1.3.1    Generalidades de los <i>MMF</i> .....	33
1.3.2    Comportamiento mecánico de <i>MMF</i> durante la <i>TMIE</i> en mono y policristales. ....	40
1.3.3    Estudios sobre la <i>TMIE</i> .....	43
1.3.4    Modelos matemáticos .....	47
Capítulo 2. Modelo para la predicción de variantes de martensita durante la <i>TMIE</i> .....	51
2.1.    Introducción .....	52
2.2.    Modelo de Cortés-Pérez .....	52
2.3.    Variantes de martensita en el sistema de observación .....	55
2.4.    Factor de Schmid .....	57
2.5.    Relación de deformación en el sistema de observación .....	58
2.6.    Diagramas de transformación .....	60
2.7.    Modelo para la predicción de variantes de martensita en tensión simple .....	62
Capítulo 3 Método experimental .....	63
3.1.    Introducción .....	64
3.2.    Fabricación de la aleación .....	64
3.3.    Calorimetría diferencial de barrido .....	65

3.4.	Tratamiento térmico .....	67
3.5.	Preparación de las muestras.....	67
3.6	Electron Backscatter Diffracttion ( <i>EBSD</i> ) y medición de orientaciones cristalinas.....	68
3.6.1.	<i>EBSD</i> .....	68
3.6.2.	Medición de orientaciones cristalinas.....	72
3.6.3.	Preparación de las muestras .....	73
3.7.	Pruebas realizadas .....	74
3.8.	Software para adquisición de puntos en micrografías .....	75
Capítulo 4 Análisis de resultados y discusión.....		77
4.1	Resultados y análisis .....	78
4.1.1	Caso monocristalino.....	78
4.1.2	Caso policristalino .....	85
4.2.1.	Modelo de predicción de variantes de martensita en muestras sometidas a tensión. 91	
4.2.2.	Relación de deformación como modelo de predicción de variantes.....	93
4.2.3.	Diagramas de transformación como confirmación de modelo de predicción de VMs. 99	
Conclusiones .....		105
Bibliografía .....		107
Anexos.....		112
1.	VMs formadas por grano en muestras P, P <sub>1</sub> y P <sub>2</sub> . .....	112
2.	Graficas de las 24 VMs por grano en muestras P <sub>1</sub> , P <sub>2</sub> y P .....	117
3.	Comparación de variantes con valores más grandes de <i>F5</i> en granos de muestras P, P <sub>1</sub> y P <sub>2</sub> . ...	122
4.	<i>STD</i> en muestras P <sub>1</sub> , P <sub>2</sub> y P.....	127

## Figuras

Figura 1.1. Ejes de simetría de una celda cúbica.....	19
Figura 1.2. Grupo Oh, $m\bar{3}m$ ó $4m\bar{3}2m$ .....	20
Figura 1.3. Índices de Miller de algunos planos de una celda cúbica [1].....	20
Figura 1.4. Representación idealizada de la orientación cristalina en un monocristal .....	21
Figura 1.5. Mecanismos de deformación plástica en metales [2]. .....	21
Figura 1.6. Descomposición de una fuerza en un plano de deslizamiento. ....	23
Figura 1.7. Sistemas de deslizamiento para diferentes direcciones de aplicación de una fuerza en una celda cúbica centrada en las caras [2] .....	23
Figura 1.8. Determinación de $K_1$ por la medición de trazas de láminas de twining sobre una superficie pulida. [2].....	24
Figura 1.9. Deformación durante la transformación martensítica [3].....	25
Figura 1.10. Transformación de Bain [3]. .....	26
Figura 1.11. Representación esquemática de la teoría fenomenológica de la transformación martensítica [3]. .....	26
Figura 1.12. Representación idealizada de la orientación cristalina en un policristal. ....	27
Figura 1.13. Esquema de deformación plástica en granos de un policristal [4]. .....	28
Figura 1.14. Modelo de Ashby. ....	29
Figura 1.15. Representación esquemática del aumento en la complejidad sobre el estudio de los materiales policristalinos. ....	30
Figura 1.16. Variación de las deformaciones principales de una muestra de Aluminio [8]......	31
Figura 1.17. Deformación plástica en una muestra policristalina de aluminio [9]. ....	31
Figura 1.18. Simulación de un material policristalino variando el espesor de las fronteras de grano [4].....	32
Figura 1.19. Micrografía, trazas de planos de deslizamiento y misorientación por grano después de 12% de deformación en muestra de Al-0.5%Mg [11]. .....	32
Figura 1.20. Historia de las aplicaciones de los MMF en Japón hasta 2005 [15].....	34
Figura 1.21. Diagrama esfuerzo-deformación-temperatura para los MMF [23].....	35
Figura 1.22. Deformación de la fase austenítica durante la TM.....	35
Figura 1.23. Estructuras presentes en MMF [24] [25].....	36
Figura 1.24. Fracción Volumétrica-Temperatura. ....	37
Figura 1.25. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación para un MMF. ....	37
Figura 1.26. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación para el Cu-Al-Ni. ....	38
Figura 1.27. Anisotropía en MMF [24] [26]. .....	40
Figura 1.28. Evolución de la TMIE en un monocristal de Cu-Al-Ni [27]. .....	41
Figura 1.29. Evaluación de la TMIE en una muestra de Cu-Al-Be [28]. ....	41
Figura 1.30. TMIE en pruebas de tensión simple [29]. .....	42
Figura 1.31. Resultados que muestran la variación del esfuerzo transformacional para distintos puntos en una misma muestra [31].	44
Figura 1.32. Diagrama de transformación bajo un estado de esfuerzos plano hipotético [32]. ....	44
Figura 1.33. VMs formadas en prueba de tensión en un policristal [34] .....	45
Figura 1.34. Cambio en la orientación cristalina en 4 granos [35]. .....	46

Figura 1.35. Muestra policristalina de Cu-Al-Be con sus valores de $FS$ por grano y $VMs$ formadas en una región del mismo [36].	46
Figura 1.36. Evolución de las $VMs$ formadas en 3 granos de una muestra policristalina y su orientación cristalina [37].	47
Figura 1.37. Representación de aspectos microestructurales dentro de un grano en un policristal [51].	49
Figura 1.38. Resumen de modelo matemático desarrollado por Cortés-Pérez [24].	50
Figura 2.1. Sistemas de referencia usados en el modelo de Cortés-Pérez.	52
Figura 2.2. Diferentes casos de la relación de deformación.	59
Figura 2.3. Fig. Diagramas de transformación en función de la orientación cristalina para Cu-Al-Be [34].	61
Figura 3.1 Horno de inducción ubicado en el laboratorio de proceso de materiales avanzados del IIM-UNAM.	64
Figura 3.2 Equipo de calorimetría diferencial de barrido (DSC) Modelo Q100. UPV.	65
Figura 3.3. Calorimetría diferencial de Barrido.	66
Figura 3.4 Tratamiento térmico (Betatizado) realizado a las muestras estudiadas.	67
Figura 3.5. Cortadora automática Accutom-5 UPV.	68
Figura 3.6. Geometría de las muestras	68
Figura 3.7. Principio de funcionamiento del <i>EBS</i> D	69
Figura 3.8. Orientación cristalina de una celda CCC con diagramas de Kikuchi y su relación con la representación de esferas.	69
Figura 3.9. Diagrama esquemático de los elementos de la técnica <i>EBS</i> D.	70
Figura 3.10. Orientación cristalina de un grano en un policristal.	71
Figura 3.11. Sistema de referencia para mediciones de <i>EBS</i> D.	71
Figura 3.12. SEM JSM-6300 con <i>EBS</i> D. UPV.	72
Figura 3.13. Definición de la fase Beta en Cu-Al-Be en software INCA de equipo <i>EBS</i> D.	73
Figura 3.14. Muestra monocristalina después de su preparación.	74
Figura 3.15. a) Equipment Deben-Gatan microtest. b) Muestra montada en equipo con interfase a la computadora.	75
Figura 3.16. a) Equipo adaptado a microscopio. b) sistema de movimiento c) Sistema de iluminación independiente.	75
Figura 3.17. Imagen previamente adquirida e insertada en software desarrollado por Estrada M. [62]	76
Figura 4.1 $VMs$ formadas en lado izquierdo, sección central y lado derecho en prueba a tensión simple.	78
Figura 4.2. $VMs$ formadas en el $M_1$ sometido a tensión simple, en lado izquierdo, sección central y lado derecho Kaouache [63].	78
Figura 4.3. $VMs$ formadas en $M_2$ sometido a tensión simple en lado derecho de la muestra Kaouache [63].	79
Figura 4.4 Comparación de $VMs$ calculadas y $VM$ real formada en la sección central de M	80
Figura 4.5. Granos estudiados en muestra P.	86
Figura 4.6. Comparación de la simulación de distorsión de las fronteras de grano de los granos 74, 94 y 96 bajo <i>TMIE</i> .	92
Figura 4.7. Casos presentados para $ SR $	95
Figura 4.8. $VMs$ predichas para el grano 42.	97
Figura 4.9. $VMs$ predichas para el grano 42, 96 y $1P_1$ .	98
Figura 4.10. Diagramas de transformación para los granos 42, 43 y 63.	99
Figura 4.11. Diagramas de transformación calculados para los granos 42, 43, 63, 76, 94, y 96 de la muestra P.	101
Figura 4.12. Diagramas de transformación calculados para los granos $1P_1$ , $2P_1$ , $3P_1$ y $1p_2$ .	102

## Tablas

Tabla 1.1 Planos de hábito para algunas aleaciones base hierro [3].....	24
Tabla 1.2. Valores de constantes elásticas de diversos MMF base cobre [24].....	38
Tabla 1.3. Sistemas de Transformación para diferentes MMF [30] .....	42
Tabla 2.1. Parámetros de red de las fases austenita y martensita para una aleación de Cu-Al-Be [57] .....	55
Tabla 3.1 Datos teóricos del monocristal y policristal .....	66
Tabla 3.2 Procedimiento de preparación para EBSD utilizado para el Cu-Al-Be. ....	74
Tabla 4.1 Orientación cristalina de los monocristales estudiados. ....	79
Tabla 4.2 Fss para las 24 posibles VMs en los 3 monocristales estudiados.....	80
Tabla 4.3. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M. Variantes ubicadas en diagrama de transformación. ....	82
Tabla 4.4. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M1. Variantes ubicadas en diagrama de transformación.....	83
Tabla 4.5. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M2. Variantes ubicadas en diagrama de transformación.....	84
Tabla 4.6. Orientación cristalina de los granos estudiados en la muestra P. ....	86
Tabla 4.7 Orientaciones cristalinas de granos de muestras policristalinas reportadas por Kaouache [37]. ....	87
Tabla 4.8. Comparación de VMs formadas y calculadas utilizando el FS en muestra P. ....	88
Tabla 4.9. Comparación de VMs formadas y calculadas utilizando el FS en muestras de Kaouache [37].* .....	90
Tabla 4.10. Tensores de deformación para los granos de la muestra P acorde a $ SR $ .....	94
Tabla 4.11. VMs seleccionadas usando SR .....	96
Tabla 4.12. VMs predichas utilizando SR en grano 42.....	96
Tabla 4.13. Posible orden de crecimiento acorde a la combinación de BC-SR-FS para el grano 42. ....	97
Tabla 4.14. Resumen de VMs predichas en los granos analizados. Se muestra la coincidencia entre las VMs formadas y calculadas.....	98
Tabla 4.15. Resumen de VMs predichas con la combinación de SR-FS-STD.....	103
Tabla 4.16. VMs esperadas en todos los granos del policristal P .....	104

## Abreviaturas

<i>MMF</i>	Materiales con memoria de forma
<i>TMIE</i>	Transformación martensítica inducida por esfuerzos
<i>TM</i>	Trasformación martensítica
<i>VMs</i>	Variantes de martensita
<i>SR</i>	Relación de deformación
<i>FS</i>	Factor de Schmid
<i>STD</i>	Diagramas de transformación de esfuerzo
<i>EBSD</i>	Electron backscattering diffraction
$M_i$	Martensita inicial
$M_f$	Martensita final
$A_i$	Austenita inicial
$A_f$	Austenita final
$f$	Fracción volumétrica
<i>CVD</i>	Campo vectorial de desplazamientos
<i>DN</i>	Dirección normal
<i>DR</i>	Dirección de rolado
<i>DT</i>	Dirección transversal
<i>DSC</i>	Calorimetría diferencial de barrido



## Capítulo

### 1. Comportamiento mecánico de materiales cristalinos

## 1.1. Introducción

La idea de que los materiales están compuestos de pequeñas partículas es muy antigua; sin embargo, tomó un auge diferente después de los estudios experimentales de Von Laue en 1912. Laue observó una difracción de los rayos X en materiales metálicos que indicaba la presencia de diminutas partículas separadas por distancias interatómicas dentro del material [1]. Este hecho fue la confirmación de teorías que definían los arreglos interatómicos en materiales metálicos como es el caso de las redes de Bravais durante el siglo XIX y el consolidamiento de otras como la Cristalografía en el siglo XX. Ahora se sabe que en un extremo están los monocristales que en general son muy anisotrópicos y en el otro extremo los policristales que en el caso ideal (granos orientados al azar) son isotrópicos. Así mismo se sabe que en los procesos de manufactura se pueden producir policristales con textura cristalina, donde se utilizan métodos como armónicos esféricos para su estudio.

Desde el punto de vista del estudio mecánico de los materiales estos avances dieron bases teóricas y experimentales para una mejor predicción del comportamiento de ellos durante su operación. Parte de ello tiene sustento en un sinnúmero de investigaciones realizadas para encontrar la relación entre la estructura atómica de cada material y su comportamiento elástico o plástico. Actualmente es bien conocido que el comportamiento de los monocristales dista de manera importante de los policristales; debido a que los materiales policristalinos tienen adicionalmente interacción intergranular.

En este capítulo se presentan algunos estudios en este sentido en materiales convencionales y *MMF*.

## 1.2. Comportamiento mecánico de materiales mono y policristalinos

### 1.2.1 Monocristales

Un cristal es un arreglo tridimensional de átomos el cual es generado por operaciones de traslación de un arreglo mínimo de ellos. Dicho arreglo es continuo a lo largo del mismo y no es interrumpido hasta las propias fronteras del material. Este arreglo de átomos cambia dependiendo del tipo de material o aleación se tenga, pero cualquiera que sea la aleación tendrá una de las 7 estructuras cristalinas de Bravais (Triclínica, Monoclínica, Ortorrómbica, Tetragonal, Romboédrica, Hexagonal o Cubica).

Los cristales pueden ser clasificados a partir de sus simetrías, por ejemplo una celda cubica tiene 3 ejes de simetría 4 (representados como cuadrados), 4 ejes de simetría 3 (representados como triángulos) y 6 ejes de simetría 2 (representados como elipses). Un eje de simetría 4 por ejemplo significa que es necesario girar  $90^\circ$  sobre el eje para llegar a una posición geoméricamente análoga, por tanto en el eje 3 los giros serán de  $120^\circ$  y en el 2 de  $180^\circ$ . En la Figura 1.1 se pueden apreciar los ejes de simetría mencionados.

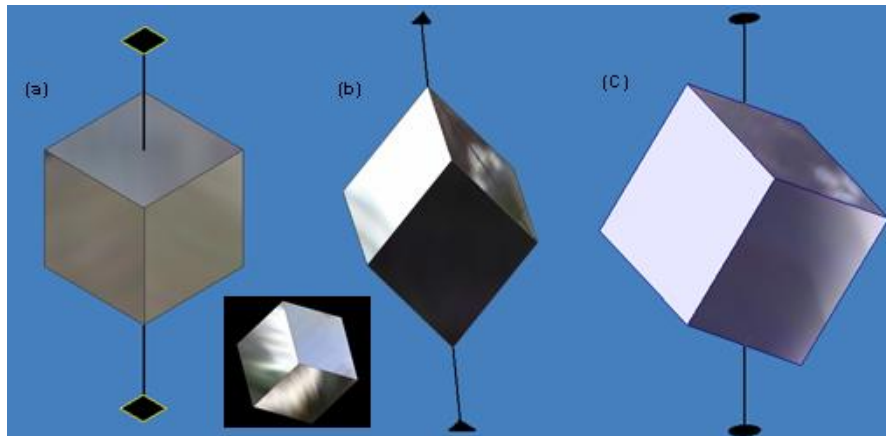


Figura 1.1. Ejes de simetría de una celda cúbica. a) eje cuatro. b) eje tres. c) Eje dos.

De manera más general cualquier cristal puede ser clasificado dentro de los 32 grupos puntuales y 230 grupos espaciales, los cuales consideran las simetrías de grupo en una configuración espacial. En la Figura 1.2 se muestra la proyección estereográfica del grupo Oh en la notación de Schoenflies, donde se pueden apreciar los ejes de simetría 4, 3 y 2 mencionados anteriormente. Este mismo grupo se conoce también como  $m\bar{3}m$  ó  $\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$  en la notación de Hermann–Mauguin. Cabe mencionar que en la proyección estereográfica es posible representar las simetrías, direcciones y planos cristalográficos de un poliedro (tridimensional) en dos dimensiones. El procedimiento para general dicha

proyección (por ejemplo para los ejes de simetría), consiste en colocar el centro del poliedro en el centro de una esfera, prolongar los ejes hacia la superficie de la misma por encima o sobre su plano ecuatorial y regresar dichas líneas hacia el vértice inferior por debajo de dicho plano; la intersección de ellas con el plano ecuatorial se representan con un punto o con la simbología del eje en cuestión. Por tanto el círculo de la Figura 1.2 es el plano ecuatorial de la esfera. Esta proyección es utilizada también para representar la orientación de un cristal en particular.

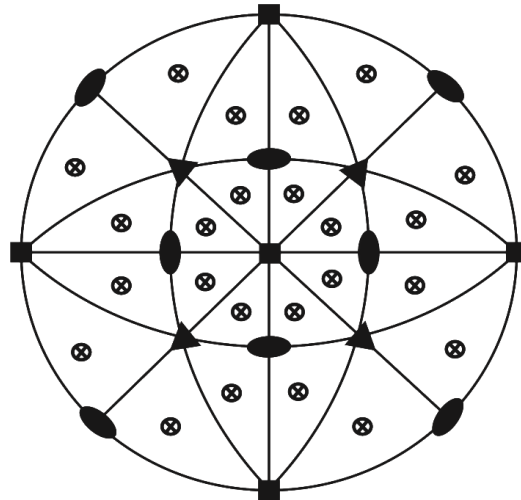


Figura 1.2. Grupo Oh,  $m\bar{3}m$  ó  $\frac{4}{m} \frac{3}{m} \frac{2}{m}$ .

Por otro lado los planos y direcciones de un cristal son representados por medio de los Índices de Miller, donde los planos y direcciones son representados como  $(hkl)$  y  $[uvw]$  respectivamente. En la Figura 1.3 se muestran los Índices de Miller de algunos planos de una celda cúbica.

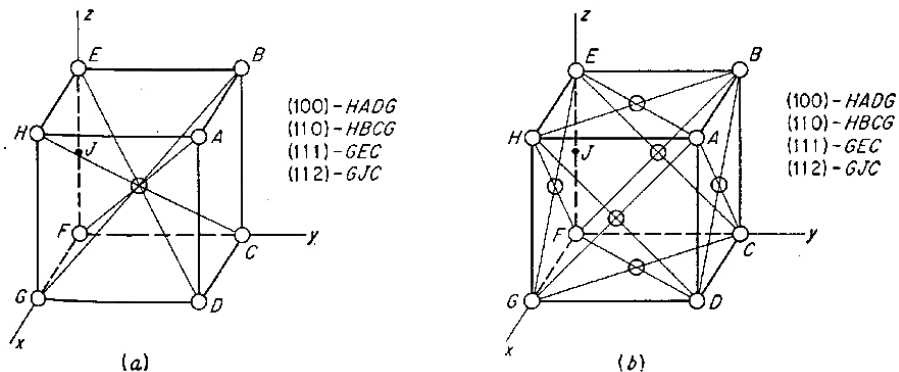


Figura 1.3. Índices de Miller de algunos planos de una celda cúbica. a) Cúbica centrada en el cuerpo. b) Cúbica centrada en las caras [1].

Adicionalmente los cristales poseen orientación cristalina, esto debido a que es muy difícil alguno de los ejes del sistema de referencia de la muestra coincidan con uno de los ejes de la celda unitaria. Figura 1.4. Por ello el tipo de celda que tenga el material y su orientación contribuyen a la alta anisotropía de un monocristal.

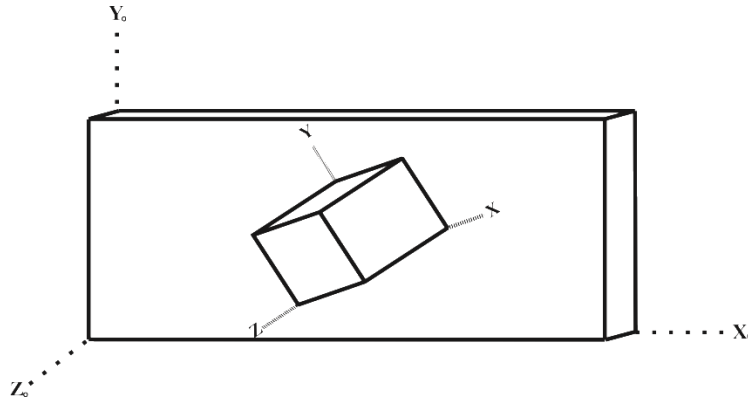


Figura 1.4. Representación idealizada de la orientación cristalina en un monocristal

Por lo anterior es claro que el comportamiento mecánico de los monocristales depende de orientación, la dirección de la aplicación de la carga y de la magnitud de la misma. Cuando las fuerzas aplicadas son menores a un valor crítico su comportamiento es elástico, mientras que si se sobrepasa ese valor será plástico. En el segundo caso la deformación plástica en materiales cristalinos ocurre principalmente por deslizamiento de planos o por gemelado (twining). En la Figura 1.5 se muestran ambos casos.

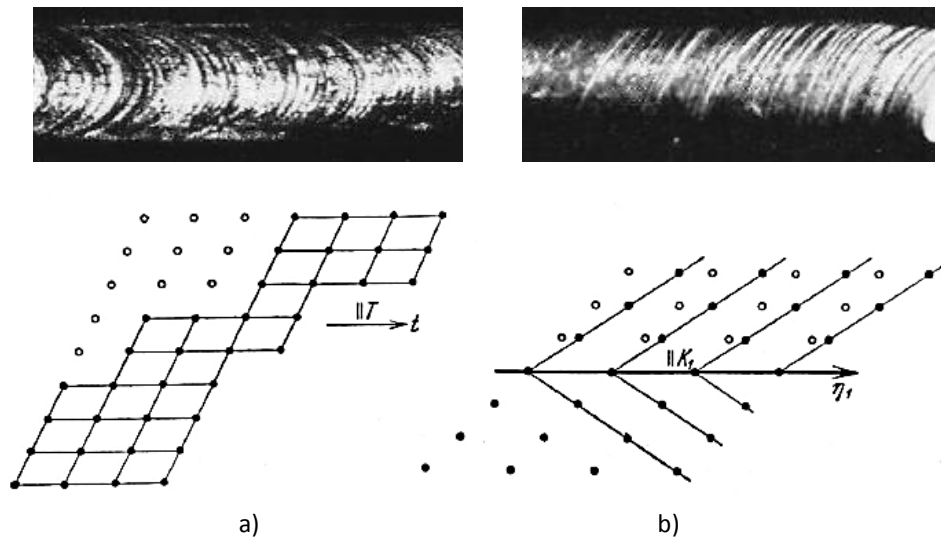


Figura 1.5. Mecanismos de deformación plástica en metales. a) Deslizamiento (Cd) b) Gemelado (Mg) [2].

Como puede observarse en la figura anterior el deslizamiento implica un movimiento de bloques del cristal sobre otros a lo largo de planos cristalográficos llamados planos de deslizamiento. Para el caso de una muestra sometida a un esfuerzo este deslizamiento se presenta bajo las condiciones establecidas por el esfuerzo cortante crítico el cual puede ser expresado como sigue:

$$\tau = b \sigma n \quad 1.1$$

Donde  $\tau$  es el esfuerzo cortante sobre un plano normal  $n$  y una dirección de deslizamiento  $b$ . Dado que el esfuerzo es un tensor de rango 2 y los vectores  $n$  así como  $b$  de rango 1 el esfuerzo cortante crítico es un escalar. En el caso especial de una prueba de tensión con el eje tensil alineado en una dirección de referencia, la dirección y el plano tienen un coeficiente diferente de cero, lo que nos lleva a:

$$\tau = \text{Cos}\lambda \sigma \text{Cos}\phi \quad 1.2$$

Donde  $\text{Cos}\lambda \text{Cos}\phi$  es el conocido Factor de Schmid el cual puede ser expresado en términos de los Índices de Miller como:

$$FS = \frac{\left( \begin{pmatrix} f_1 \\ f_2 \\ f_3 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \right) \cdot \left( \begin{pmatrix} f_1 \\ f_2 \\ f_3 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \right)}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \sqrt{f_1^2 + f_2^2 + f_3^2}} \quad 1.3$$

Dónde:  $f_1, f_2, f_3$  son los Índices de Miller del eje de aplicación de la carga,  $u, v, w$  los de la dirección del deslizamiento y  $h, k, l$  los del plano de deslizamiento. En la Figura 1.6 se muestra el diagrama para calcular el FS, donde  $F$ , es la fuerza aplicada al cristal,  $F_N, F_C$  son la fuerza normal y paralela al plano de deslizamiento respectivamente, cuyos ángulos con respecto a la fuerza aplicada son:  $\phi, \lambda$ .

El conjunto de planos y direcciones en los cuales se puede presentar deslizamiento se conoce como sistema de deslizamiento. Por ejemplo hay doce sistemas equivalentes en una celda cúbica centrada en las caras (4 planos octaédricos y 3 caras diagonales). En la Figura 1.7 se muestran estos sistemas en una proyección estereográfica. De estos sistemas de deslizamiento se activará aquel con mayor FS.

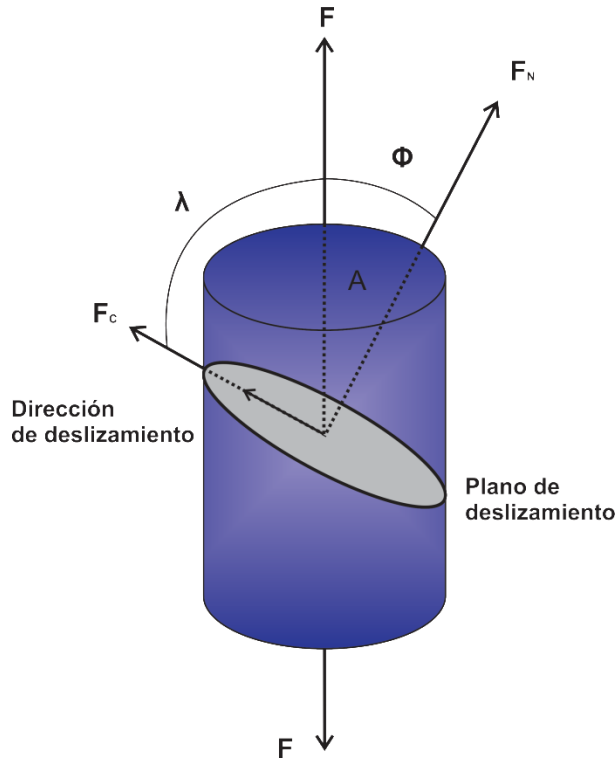


Figura 1.6. Descomposición de una fuerza en un plano de deslizamiento.

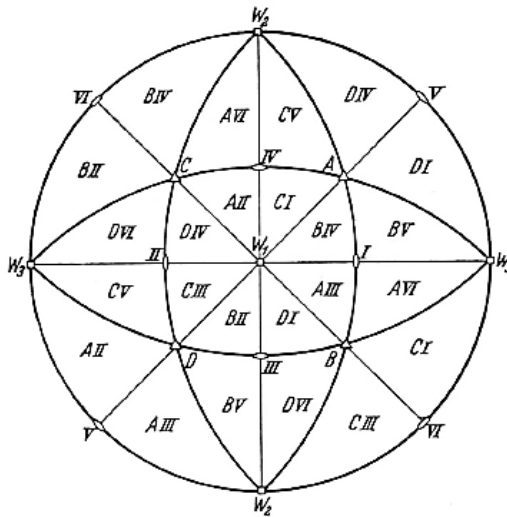


Figura 1.7. Sistemas de deslizamiento para diferentes direcciones de aplicación de una fuerza en una celda cúbica centrada en las caras. A - D planos de deslizamiento. I - IV direcciones de deslizamiento. [2]

Por otro lado para el caso de la deformación por twining se presenta en forma simétrica; es decir, la parte del cristal gemelada es un espejo de la fase madre del cristal. En este caso para determinar los planos y las direcciones tipo 1 y 2 (plano twin  $\mathbf{K}_1$  y dirección  $\eta_2$ ; 2º plano no distorsionado  $\mathbf{K}_2$  y dirección  $\eta_1$ ) existen diferentes métodos. Uno de ellos es medir los ángulos de las láminas formadas en la superficie de observación con respecto a un sistema de referencia como se muestra en la Figura 1.8.

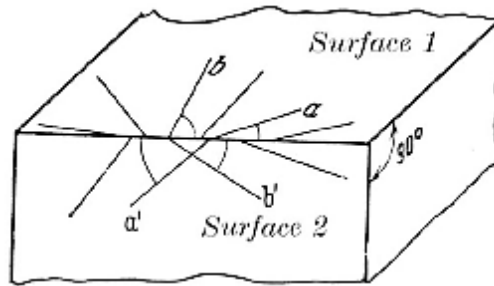


Figura 1.8. Determinación de  $K_1$  por la medición de trazas de láminas de twinning sobre una superficie pulida. [2]

Muchos casos donde se presentan estos dos tipos de deformación plástica han sido estudiados de manera profunda. Un caso especial es la transformación martensítica en aceros debido a que ellos son ampliamente utilizados. Estos estudios son presentados en la siguiente sección.

### 1.2.2 Cristalografía de la transformación martensita

La martensita ( $\alpha$ ) se presenta entre otros casos en aceros, en general está surge de una fase madre llamada austenita ( $\gamma$ ), sin difusión, puede ocurrir a bajas temperaturas, ocurre por deformación homogénea de la red cristalina, de corte y su rapidez de crecimiento es de aproximadamente la velocidad del sonido en el material. La interfase entre la martensita y la austenita se conoce como plano de hábito. En la Tabla 1.1 se muestran los planos de hábito en algunas aleaciones de hierro, los Índices de Miller son aproximados pues regularmente su valor es irracional.

Tabla 1.1 Planos de hábito para algunas aleaciones base hierro [3]

Composition /wt.%	Approximate habit plane indices
Low-alloy steels, Fe-28Ni	$\{1\ 1\ 1\}_\gamma$
Plate martensite in Fe-1.8C	$\{2\ 9\ 5\}_\gamma$
Fe-30Ni-0.3C	$\{3\ 15\ 10\}_\gamma$
Fe-8Cr-1C	$\{2\ 5\ 2\}_\gamma$

Debido a que durante la *TM* se presenta un cambio en la estructura de la austenita es posible tener una relación de los sistemas de deslizamiento entre ambas fases. Por ejemplo cuando la fase austenita es cúbica centrada en el cuerpo y la fase martensita es cúbica centrada en las caras su relación entre planos y direcciones es:



$$\begin{array}{l} \{1\ 1\ 1\}_{\gamma} \quad || \quad \{0\ 1\ 1\}_{\alpha} \\ \langle 1\ 0\ \bar{1} \rangle_{\gamma} \quad || \quad \langle 1\ 1\ \bar{1} \rangle_{\alpha} \end{array} \quad 1.4$$

De manera general la deformación en la *TM* se da por medio de una deformación de corte y una componente de dilatación. Esta última componente regularmente no es considerada debido a que es más pequeña comparada con la deformación de corte 0.22 contra 0.03 de dilatación aproximadamente. Figura 1.9.

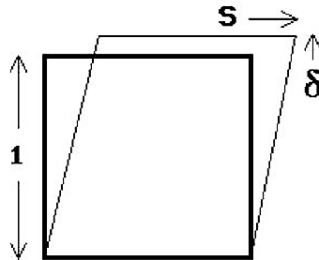


Figura 1.9. Deformación durante la transformación martensítica [3].

Existen mecanismos que explican la transformación de una fase en la otra conocidos como deformación de Bain. En esta transformación se considera una fase madre como cúbica centrada en las caras que es transformada en una celda cúbica centrada en el cuerpo. Dicha transformación se realiza con una compresión en el eje “z” y una expansión en el eje “y” como se muestra en la Figura 1.10.

Esta transformación implica una relación entre ambas fases como sigue:

$$[0\ 0\ 1]_{fcc} \quad || \quad [0\ 0\ 1]_{bcc} \quad [1\ \bar{1}\ 0]_{fcc} \quad || \quad [1\ 0\ 0]_{bcc} \quad [1\ 1\ 0]_{fcc} \quad || \quad [0\ 1\ 0]_{bcc} \quad 1.5$$

Como se mencionó anteriormente los valores de los Índices de Miller son en general irracionales y además se da en un plano invariante, lo que no considera el modelo de Bain. Por estas y otras inconsistencias fue propuesta la denominada “teoría fenomenológica de la transformación martensítica” Figura 1.11. Como puede observarse en dicha teoría es combinada la deformación de Bain (**B**) con una rotación (**R**), **RB**, lo que genera una línea invariante de deformación pasos a-c. Sin embargo, a pesar de que la deformación (**P**<sub>1</sub>) da un plano invariante pasos a-b ésta genera una estructura incorrecta. Si un segundo cortante (**P**<sub>2</sub>) es combinado con **P**<sub>1</sub> entonces es obtenida una correcta estructura pero con una incorrecta forma pasos b-c. Esta última discrepancia es resuelta si el efecto de **P**<sub>2</sub> es cancelado macroscópicamente por una inhomogénea deformación de red invariante, la cual puede ser un deslizamiento o twinning.

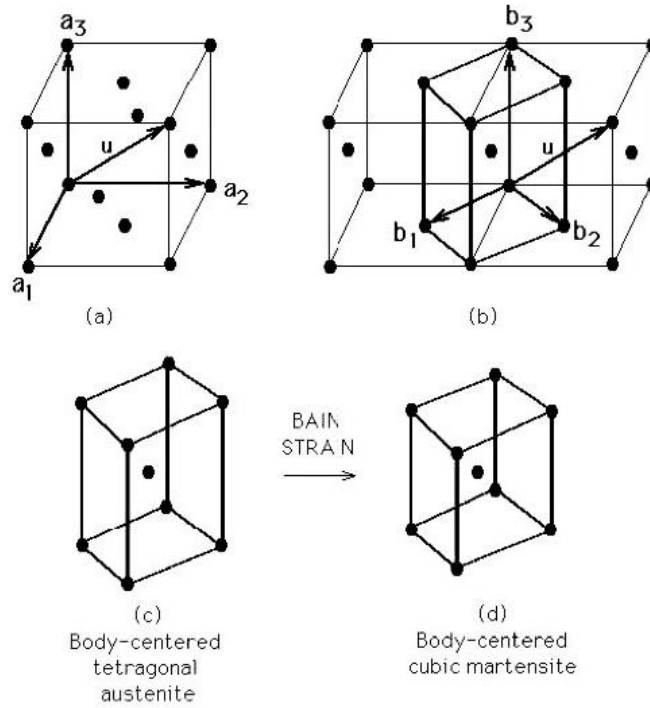


Figura 1.10. Transformación de Bain [3].

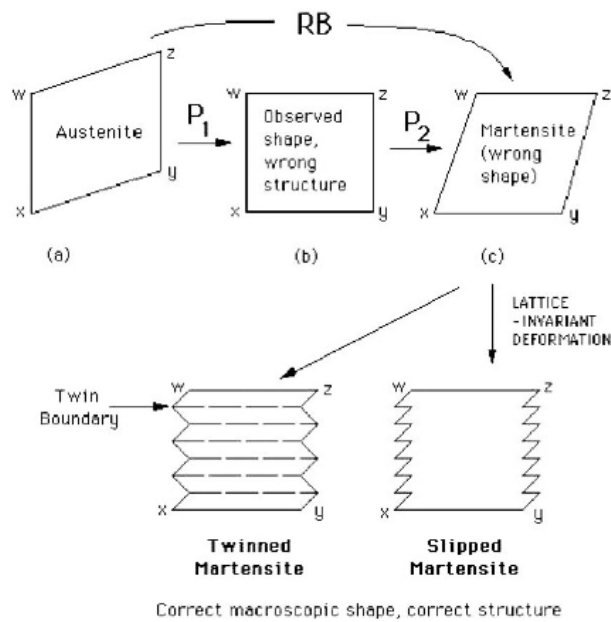


Figura 1.11. Representación esquemática de la teoría fenomenológica de la transformación martensítica [3].

### 1.2.3 Policristales.

El comportamiento mecánico de los materiales policristalinos es estudiado, de manera general, por la teoría de los medios continuos y su predicción funciona de manera muy cercana a la realidad en diseños ingenieriles. Sin embargo, las premisas de dicha teoría como son la de continuidad y homogeneidad no se cumplen cuando se considera la estructura cristalina del material. Como se sabe los policristales están constituidos de granos los cuales interactúan entre sí de manera mecánica cuando el material es sometido a un determinado arreglo de fuerzas externas, lo cual aumenta el grado de complejidad su estudio. Es por eso que el comportamiento de ellos tiene que ser analizado de manera diferente.

De manera general la orientación cristalina cambia abruptamente grano a grano, a menos que el policristal este texturizado. Figura 1.12. Conforme la diferencia de orientación entre dos granos decrece el estado de orden aumenta.

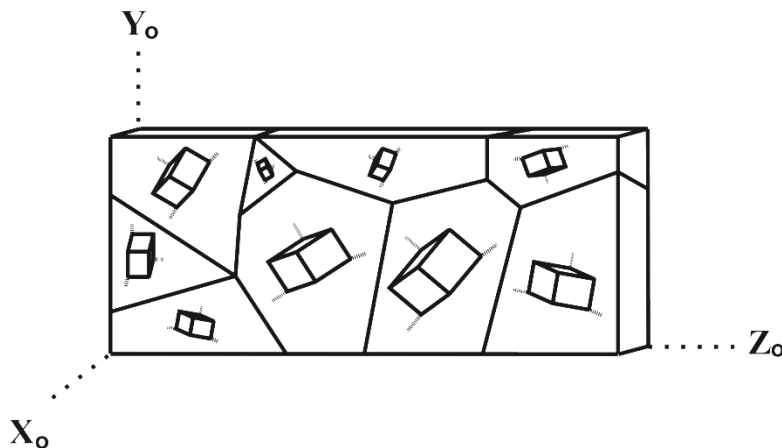


Figura 1.12. Representación idealizada de la orientación cristalina en un policristal.

Las fronteras de grano en policristales son regiones de discontinuidades en la red cristalina existente en cada grano y tienen distancias de sólo unos pequeños diámetros atómicos. Como se vio anteriormente cuando un monocristal es deformado en una prueba de tensión la deformación se presenta libremente sobre un solo sistema de deslizamiento. Esto no sucede en el caso policristalino por la diferencia de orientaciones cristalinas mencionadas. En el caso de un policristal cada grano del mismo no se encuentra en un estado de esfuerzos uniaxial cuando la muestra está bajo ese estado de carga. Debido a que la continuidad debe ser mantenida las fronteras entre los granos deformados permanecen intactas. Aunque cada grano trata de deformar homogéneamente acorde a la deformación macroscópica el comportamiento entre las fronteras del grano y el centro del

mismo es considerablemente diferente. Debido a que más sistemas de deslizamiento operan en regiones adyacentes a la frontera de grano la dureza es mayor en ella que en el centro del mismo del grano. Conforme el tamaño de grano decrece y la deformación incrementa esta deformación se convierte en más homogénea. Por tanto se sabe que las fronteras de grano actúan como barreras al flujo plástico, como fuente de dislocaciones, provocan esfuerzos adicionales en las proximidades de ellas y múltiples deslizamientos son activados en las regiones cercanas a estas fronteras; sin embargo, en la región central del grano un solo sistema de deslizamiento es dominante si éste está propiamente orientado. Figura 1.13.

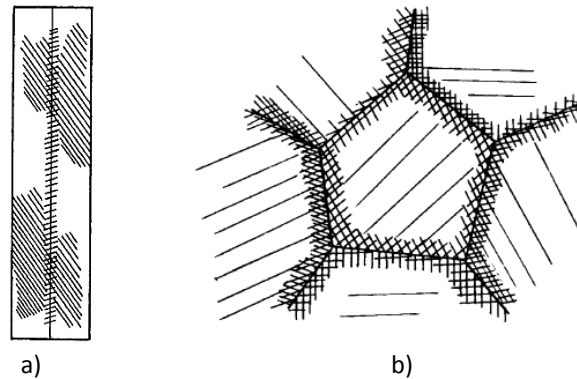


Figura 1.13. Esquema de deformación plástica en granos de un policristal. a) Activación de un segundo sistema de deslizamiento en la vecindad de una frontera de grano debido a la compatibilidad de esfuerzos en Fe-3% Si. b) Generalización para un policristal [4].

Con el fin de considerar los efectos antes mencionados se han hecho intentos para encontrar una relación entre el esfuerzo de cedencia en policristales y la microestructura. Una idea es basarse en el esfuerzo cortante crítico considerando el recíproco del  $FS$  ( $M$ ).

$$\tau = FS \sigma = \frac{\sigma}{M} \quad 1.6$$

Para un policristal el factor de orientación  $M$  varía de grano a grano con lo que es posible obtener el factor promedio  $\bar{M}$ . Taylor obtuvo para una celda cúbica centrada en las caras un valor de  $\bar{M} = 3.1$  [5]. Por otro lado Von Mises mostró que para un cristal bajo un cambio de forma por desplazamiento se requiere la operación de sólo 5 sistemas de deslizamiento debido a que se requiere mantener un volumen constante. De hecho, cristales que no poseen estos 5 sistemas no son dúctiles en forma cristalina. Los sistemas cúbicos satisfacen este requerimiento por lo que materiales con este tipo de celdas tiene alta ductilidad. Aprovechando esta idea Taylor asume que estos 5 sistemas son los que requieren la menor cantidad de trabajo por lo que estableció la siguiente relación:

$$\sigma d\epsilon = \tau_c \sum_i d\gamma_i \quad 1.7$$

Donde  $\sigma$  y  $d\epsilon$  son el esfuerzo y deformación macroscópica incrementando en una prueba de tensión y  $\sum_i d\gamma_i$  son los incrementos de deformación de todos los sistemas de deslizamiento activados. Si se asume que el esfuerzo cortante crítico es el mismo en cada sistema de deslizamiento entonces:

$$\frac{\sigma}{\tau} = \frac{\sum_{i=1}^n |d\gamma_i|}{d\epsilon} = \bar{M} \quad 1.8$$

Con ello Taylor obtuvo un nuevo valor para  $\bar{M} = 3.06$ . Esto es consistente con experimentos en muestras de aluminio.

### 1.2.5 Estudios sobre comportamiento mecánico de policristales

Un modelo de deformación en un policristal fue propuesto por Ashby [6] Figura 1.14. En esta misma figura (a) se muestra como el material es sometido a tensión y sus granos tienen una distancia original "D". Durante la deformación se producen traslapes y huecos en las fronteras de grano (b). Finalmente esto puede ser corregido introduciendo dislocaciones (c y d). Este modelo permite la aparición de planos de deslizamiento acordes al FS.

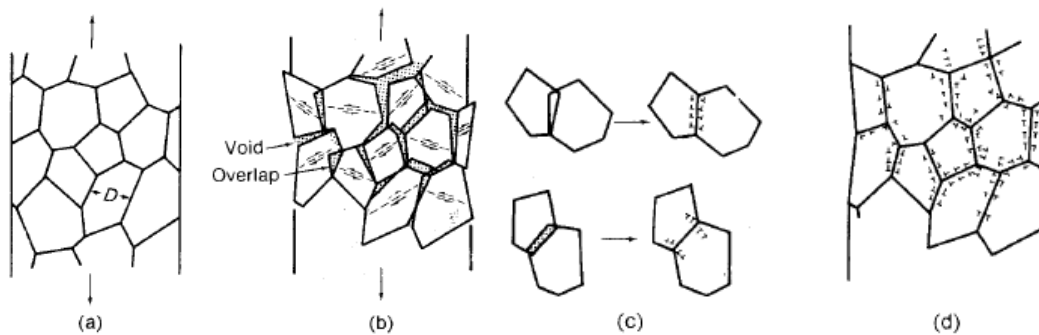


Figura 1.14. Modelo de Ashby.

Actualmente existen estudios teóricos donde se analiza el comportamiento mecánico de policristales por medio de elementos finitos [7]. En la Figura 1.15 se muestra el aumento en el grado de complejidad en el estudio de un mono cristal a un policristal con 2 sistemas de deslizamiento consideradas en estas modelaciones.

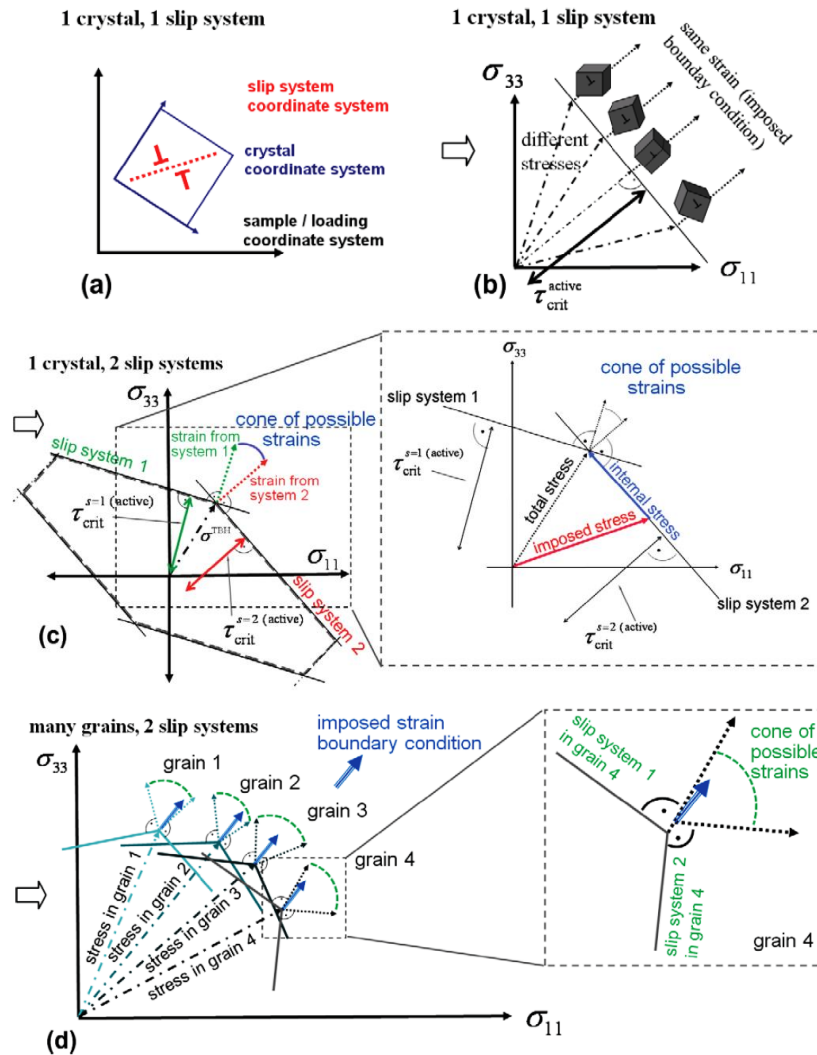


Figura 1.15. Representación esquemática del aumento en la complejidad sobre el estudio de los materiales policristalinos. a) y b) Monocristal. c) Gráfica de cedencia para un Monocristal con 2 sistemas de deslizamiento d) Policristal [7].

En la Figura 1.16 se muestra uno de los resultados obtenidos por M. Sachtleber, et al. [8] donde se puede ver la variación de la deformación equivalente de Von Mises en una muestra de aluminio variando su espesor. En esta simulación se aprecia la alta variación de la deformación grano a grano, lo que indica una fuerte dependencia de la orientación cristalina.

Algunos otros autores han realizado simulaciones uniendo granos en 3D como Zhao, et al. [9]. Este estudio revela que la topología y microtextura tienen una significativa influencia en el origen de la heterogeneidad en la deformación. Figura 1.17.

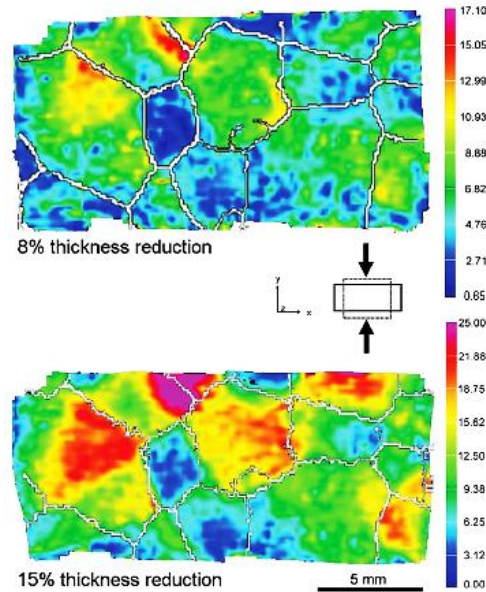


Figura 1.16. Variación de las deformaciones principales de una muestra de Aluminio [8].

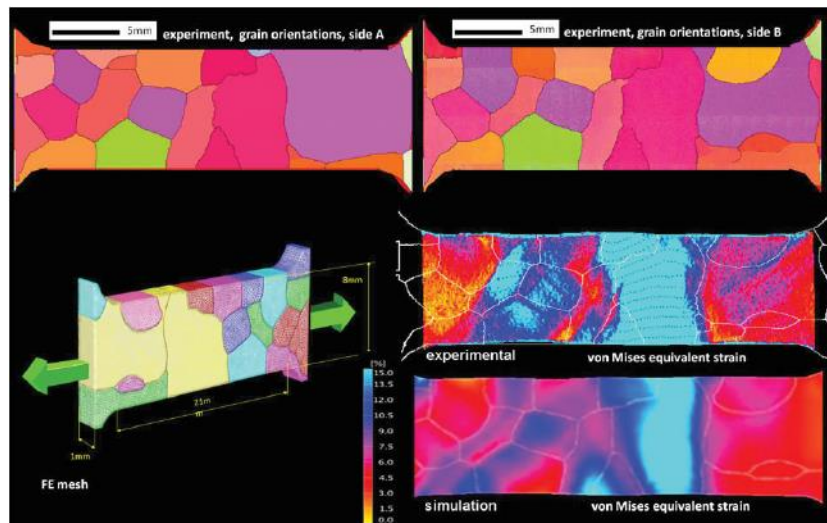


Figura 1.17. Deformación plástica en una muestra policristalina de aluminio [9].

Otros trabajos que sobresalen son los que simulan el comportamiento de los materiales desde el punto de vista nanocrystalino [10]. Una de las ideas de estas simulaciones es considerar como dos materiales el grano. Uno constituido con mayor rigidez (frontera de grano) y otro con menor (interior del grano). Figura 1.18.

Por otro lado existen trabajos experimentales donde se presentan estudios de interacción intergranular y textura. Por ejemplo Nian et. al. [11] mide las orientaciones cristalinas por *EBS*D de una muestra de Al-0.5%Mg a diferentes porcentajes de deformación plástica. Además ubica las trazas de los planos de deslizamiento, obtiene sus *FS*s y analiza sus resultados con los modelos de Sachs y Taylor. Figura 1.19.

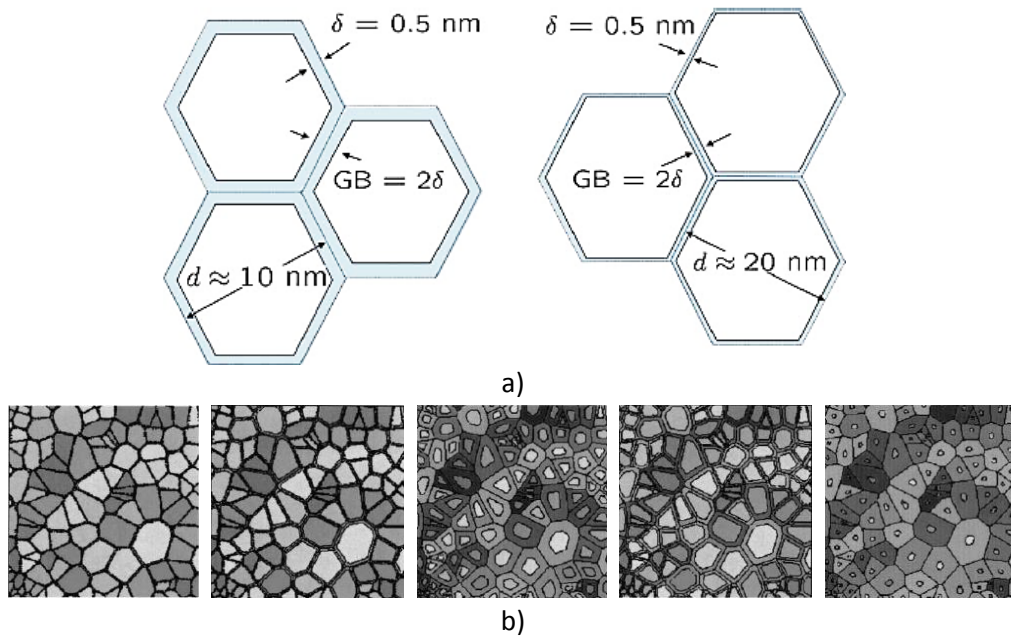


Figura 1.18. Simulación de un material policristalino variando el espesor de las fronteras de grano. a) Parámetros considerados [12]. b) Simulación de una región de un material policristalino [4]

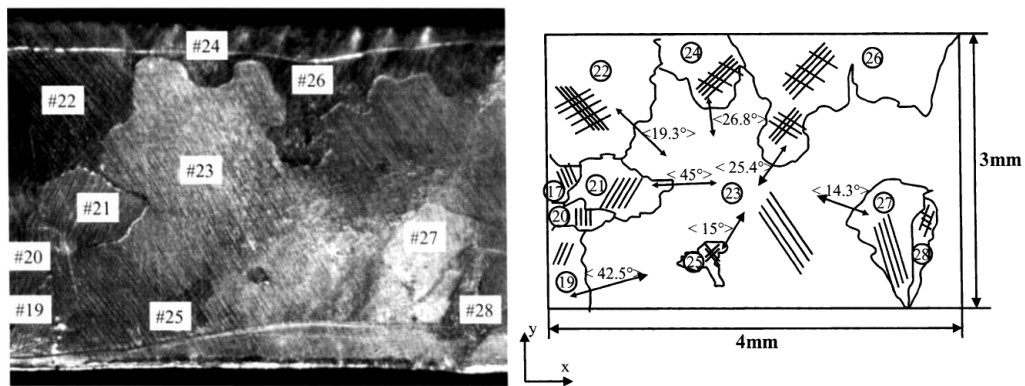


Figura 1.19. Micrografía, trazas de planos de deslizamiento y misorientación por grano después de 12% de deformación en muestra de Al-0.5%Mg [11].



### 1.3 Comportamiento mecánico de los MMF

#### 1.3.1 Generalidades de los MMF

Las aleaciones con memoria de forma presentan efectos asociados que los materiales convencionales no poseen. Dichos efectos son: el efecto memoria de forma simple, efecto superelástico, doble efecto memoria de forma y doble efecto memoria de forma asistido. Existen varias aleaciones que presentan estos efectos, algunas de ellas son las de base níquel (Ni-Ti, Ni-Al, Ni-Ti-Cu, Ni-Ti-Nb, Ni-Ti-Zn, Ni-Ti-Pd, Ni-Ti-Zr), base cobre (Cu-Zn, Cu-Sn, Cu-Al-Ni, Cu-Al-Be, Cu-Zn-Al), Fe-Pt, Fe-Mn-Si, Ag-Cd, Au-Cd, In-Ti, Mn-Cu, entre otras. Actualmente la aleación más comercial es la de Ni-Ti (nitinol); pero tiene la desventaja de ser costosa, razón por la cual se continúa buscando nuevas alternativas de MMF. Estas aleaciones y sus efectos han sido aprovechados para desarrollar aplicaciones que con materiales convencionales sería muy complicado realizar. La principal ventaja de los MMF radica en que pueden ser utilizados como sensores y actuadores a la vez, lo que reduce algunos diseños considerablemente. Las aplicaciones abarcan diferentes áreas como son la medicina, aeroespacial, automóviles, trenes, celulares, etc. [13, 14, 15, 16, 17, 18] ver Figura 1.20, y más recientemente en recuperación de energía de desecho [19, 20, 21, 22].

En la Figura 1.21 se muestra en una curva esfuerzo-deformación-temperatura los efectos memoria de forma simple y superelástico. Como puede observarse en dicha figura si la temperatura de prueba está por debajo de una temperatura  $M_f$  el material recupera deformaciones aparentemente plásticas por medio de un aumento en la temperatura; este comportamiento se conoce como efecto memoria de forma simple. Por otro lado si el material está por encima de la temperatura  $A_f$  se presentara el efecto superelástico; es decir, presenta deformaciones elásticas de hasta 18%. El que presenten uno u otro efecto depende de la composición y la temperatura de prueba. Es de sumo interés por ello conocer las temperaturas de transformación ( $A_i$ ,  $A_f$ ,  $M_i$ ,  $M_f$ ) independientemente cual sea el efecto estudiado. Estos efectos son debidos a una  $TM$  la cual se presenta sin difusión, de primer orden, constituida principalmente por una deformación de corte [23] y a diferencia de la presentada en los aceros es del tipo termoelástica. Es sin difusión porque durante la  $TM$  no hay difusión atómica y, por lo tanto, no hay cambio en la composición química del material, los átomos presentan pequeños desplazamientos menores al parámetro de red. Por ser de primer orden, presentan discontinuidades en las primeras derivadas de sus potenciales termodinámicos como son: el volumen, la presión, etc. Existe un intervalo de temperatura en el cual ambas fases, la austenítica y la martensítica, coexisten además de que se presenta una entalpía de transformación.

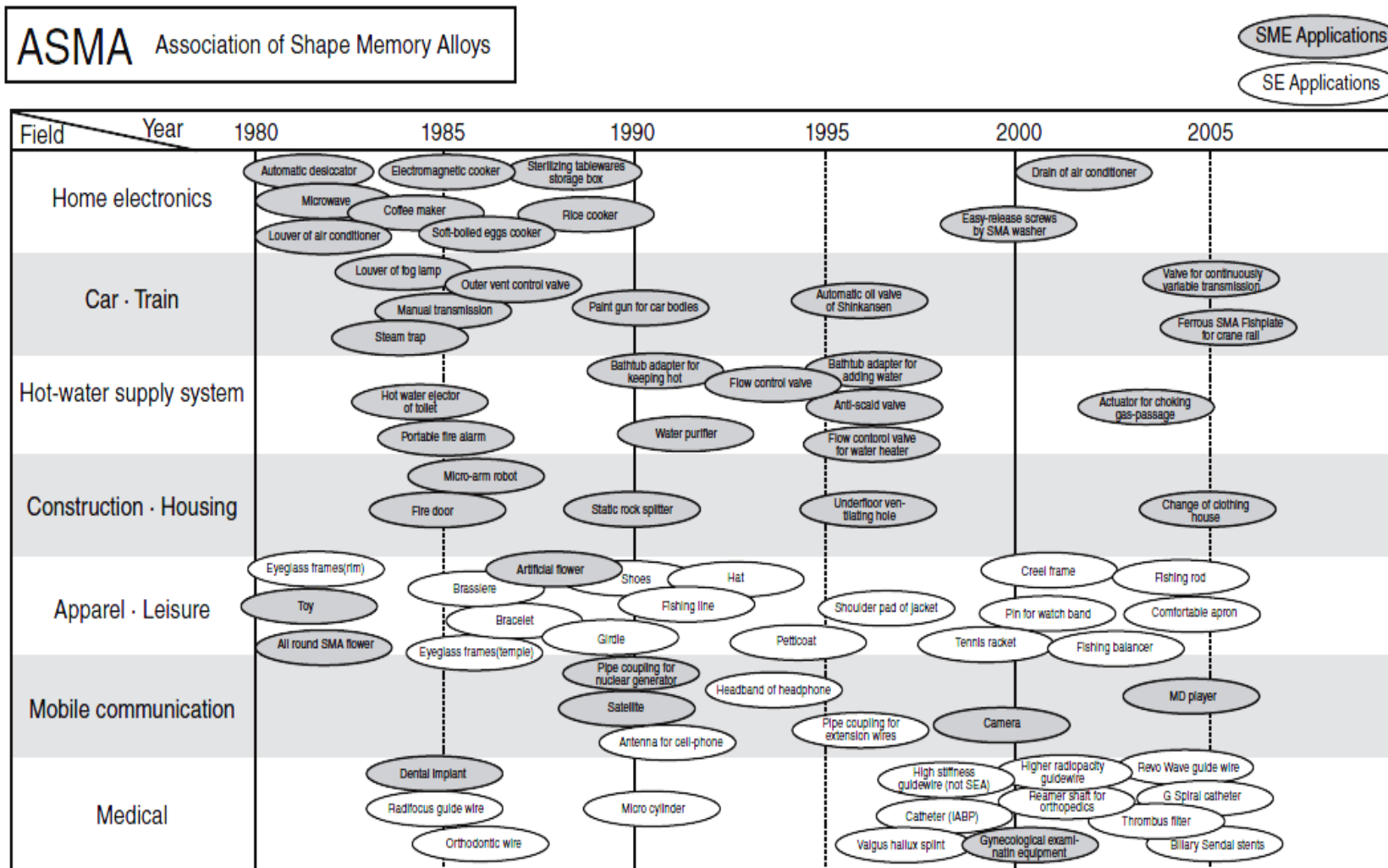


Figura 1.20. Historia de las aplicaciones de los MMF en Japón hasta 2005 [15].

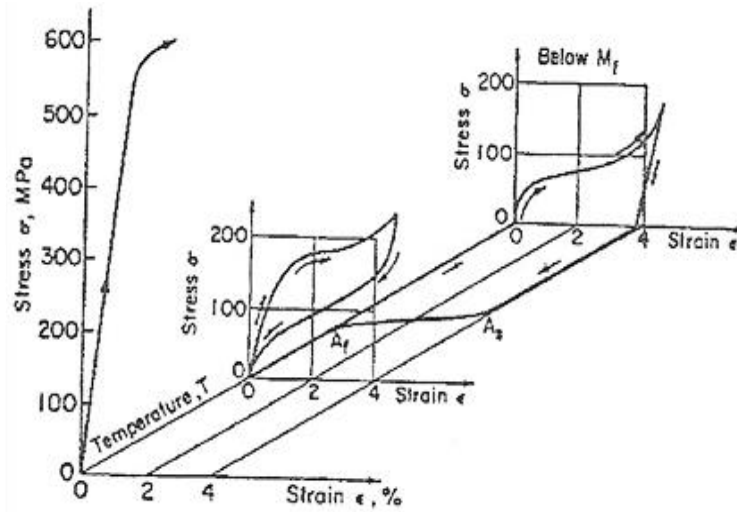


Figura 1.21. Diagrama esfuerzo-deformación-temperatura para los MMF [23].

La *TM* puede ser inducida por temperatura, esfuerzo, combinación de ambos e incluso por campos magnéticos. Como se puede apreciar en la Figura 1.22, durante la *TM* la estructura de la fase madre sufre una distorsión del tipo cortante puro acompañado de un pequeño movimiento coordinado de los átomos del centro llamado reacomodo.

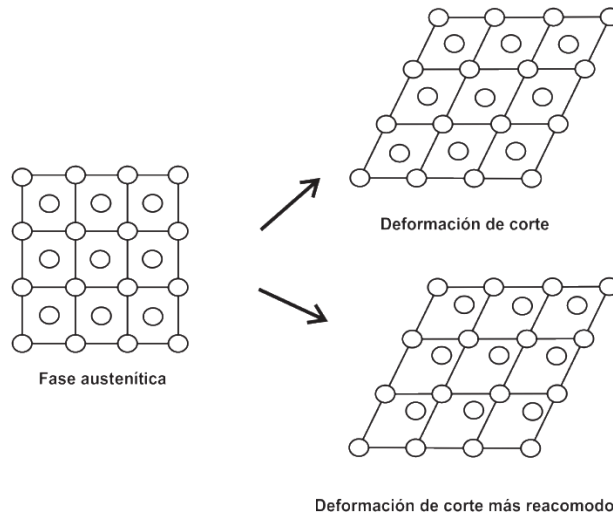
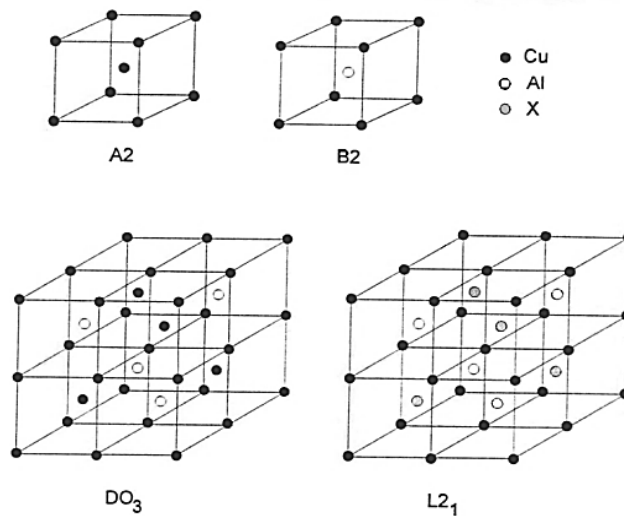


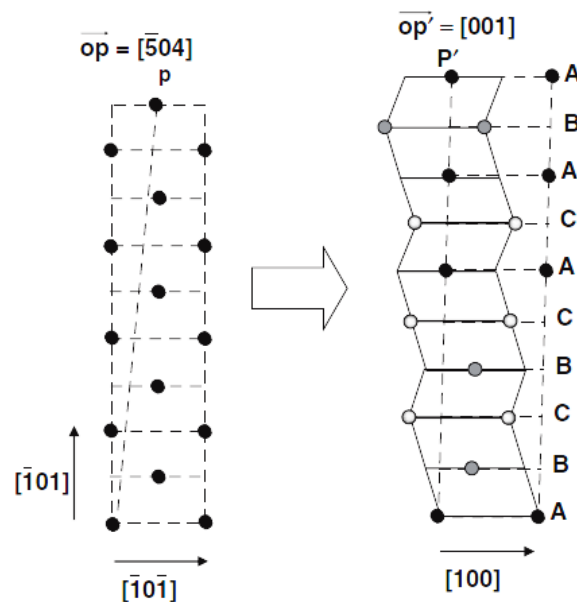
Figura 1.22. Deformación de la fase austenítica durante la *TM*.

La fase austenítica o madre en los *MMF* posee una estructura de simetría cúbica ordenada químicamente. Mientras que la estructura de la fase martensítica es compacta y frecuentemente de largo período con celdas unitarias que pueden ser: ortorrómbica, monoclinica, triclinica, entre otras. En la Figura 1.23 se muestran las estructuras de las fases austenítica y martensítica típicamente presentes en *MMF*.

En MMF base cobre se pueden presentar transformaciones del tipo  $\beta \rightarrow \beta'$  y  $\beta \rightarrow \gamma'$ . Cuando la austenita esta desordenada su estructura es A2 que equivale a una bcc y se llama algunas veces beta. Pero cuando se ordena químicamente se producen: B2 (CsCl), L21ó DO3 este es el caso de la beta prima. Por otro lado la fase martensítica, en aleaciones de cobre, puede tomar cualquiera de las 4 estructuras que se denotan por  $\beta'$ ,  $\beta''$ ,  $\gamma'$  y  $\alpha'$ .



a)



b)

Figura 1.23. Estructuras presentes en MMF. a) Fase austenita en aleaciones base cobre [24]. b) Martensita 9R obtenida a partir de la fase B2 [25].

Cuando la  $TM$  es inducida por enfriamiento, puede ser descrita mediante un diagrama como el que se muestra en la Figura 1.24 donde se presenta una gráfica fracción volumétrica transformada-temperatura ( $f - T$ ). Como se mencionó anteriormente existen cuatro temperaturas características para la transformación austenita-martensítica y martensita-austenita las cuales representan el inicio y el fin de ambas transformaciones, respectivamente. Claramente se ve que  $f$  (fracción volumétrica de martensita) varía en el intervalo  $0 \leq f \leq 1$ .

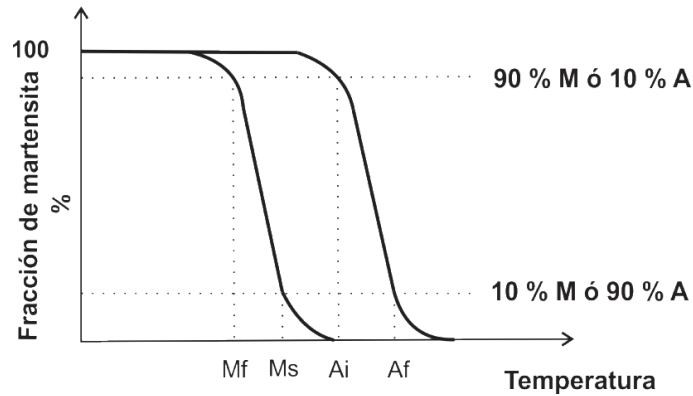


Figura 1.24. Fracción Volumétrica-Temperatura.

Por otro lado, como se mencionó la  $TM$  puede ser inducida por esfuerzo o bien por una combinación de esfuerzo y temperatura. En la Figura 1.25 se aprecia que cuando la  $TM$  es inducida por enfriamiento ( $\sigma = 0$ ) esta inicia en  $T = M_s$  y finaliza en  $T = M_f$ . Adicionalmente también se puede ver que cuando la  $TM$  es inducida por esfuerzo ( $T = \text{constante} > M_s$ ) ésta inicia cuando el esfuerzo alcanza un cierto valor crítico  $\sigma_c$  y termina cuando el esfuerzo es igual a  $\sigma_f$  y que ambos dependen de la temperatura a la cual se realiza la prueba. Este diagrama nos indica también la dependencia de las temperaturas de transformación con respecto al esfuerzo aplicado.

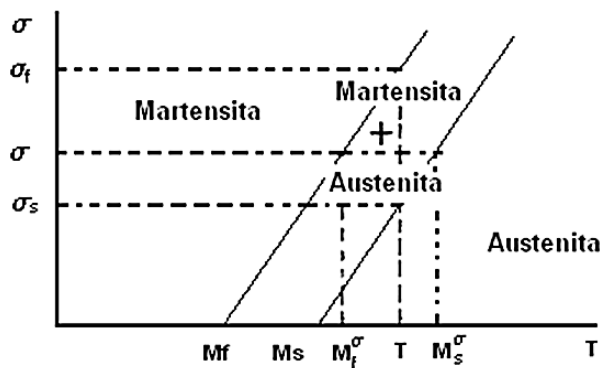


Figura 1.25. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación para un MMF.

En realidad, los diagramas esfuerzo-temperatura-transformación de los *MMF* son considerablemente más complejos ya que algunos presentan diferentes tipos de transformaciones en determinados rangos de temperatura, como es el caso de aleaciones de Cu-Al-Ni [24] y en la mayoría de los casos se presentan transformaciones sucesivas es decir transformaciones del tipo: martensita-martensita. En la Figura 1.26 se muestran un diagrama de esfuerzo-temperatura-transformación correspondientes al Cu-Al-Ni [24].

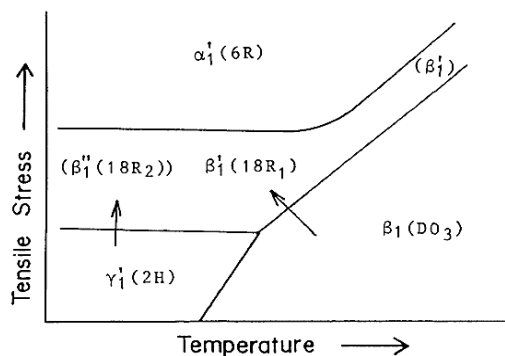


Figura 1.26. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación para el Cu-Al-Ni.

Por otro lado existen al menos tres aspectos relevantes referentes a la anisotropía mecánica que presentan los *MMF*: en la fase austenita, en el esfuerzo transformacional (esfuerzo necesario para inducir la transformación) y en la deformación transformacional (deformación necesaria para inducir la transformación). Dichos aspectos están relacionados con la estructura de la fase austenítica; así como, con la posición relativa de los planos de hábito y con la proyección de la deformación relativa al sistema de observación. En la Tabla 1.2 se muestran las constantes anisotrópicas para diferentes aleaciones base cobre, adicionalmente en la Figura 1.27 se muestra la anisotropía referente al esfuerzo y los diagramas de transformación.

Tabla 1.2. Valores de constantes elásticas de diversos *MMF* base cobre [24].

Elastic Constant at 293K x 10 <sup>-10</sup> Pa	Cu-Al-Be Ms=260K	Cu-Al-Be Ms<30K	Cu-19.3Zn- 13.0Al Ms=280K	Cu-15.1Zn- 16.9Al Ms=220K	Cu-20.8Zn- 12.7Al Ms=158K	Cu-14Al- 4.2Ni Ms=264K
C <sub>L</sub>	22.87	22.76	20.3	23.1	19.4	23.1
C <sub>22</sub>	14.16	14.28	13.0	14.2	11.6	13.4
C <sub>12</sub>	12.74	12.54	11.8	12.8	10.2	11.7
C <sub>44</sub>	9.42	9.35	8.6	9.6	8.4	9.7
C'	0.71	0.87	0.54	0.7	0.71	0.87
A	13.2	10.7	15	13.5	11.8	11.0

Como se sabe las constantes mencionadas en la tabla anterior son obtenidas a partir de la ley generalizada de Hooke la cual en forma tensorial puede escribirse como:

$$S(E) = C[E] \quad 1.9$$

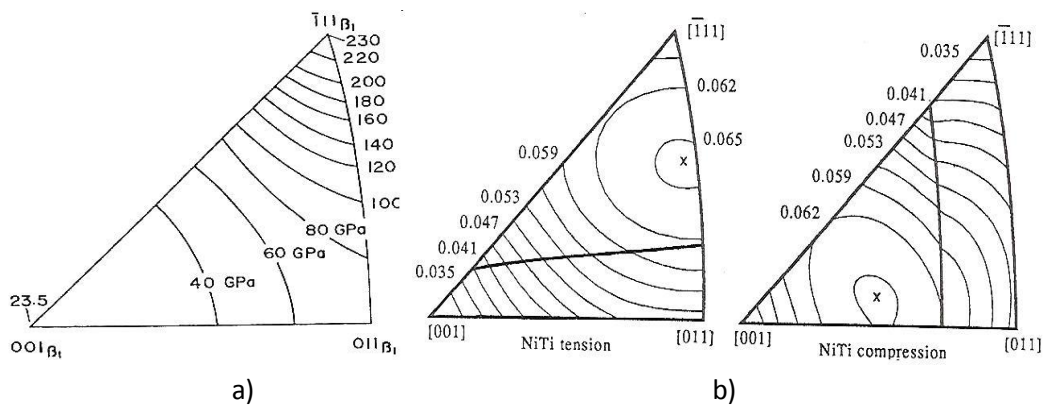
Donde  $C$  es el tensor de constantes elásticas,  $E$  el tensor de deformación y  $S(E)$  es el tensor de esfuerzos en función de las deformaciones. Debido a que  $S$  y  $E$  son de rango 2 el tensor de constantes elásticas es de rango 4 con 81 componentes. Estas 81 constantes se reducen a 36 por la simetría de los tensores de esfuerzo y deformación, donde de estas 36 hay 6 que son iguales. Si se aplican consideraciones de energía se tendrán finalmente 21 constantes elásticas independientes. Dado que cada sistema cristalino tiene diferente simetría el sistema triclinico tiene 21 constantes mientras que el caso cubico se tienen solamente 3 ( $C_{12}$ ,  $C_{22}$  y  $C_{44}$ ). Con dichas constantes puede encontrarse la anisotropia "A" como:

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{22} - C_{12}} \quad 1.10$$

Donde:

$$C' = \frac{C_{22} - C_{12}}{2} \quad 1.11$$

Cabe mencionar que si se considera un material isótropo las constantes elásticas serán únicamente dos llamadas constantes de Lamé.



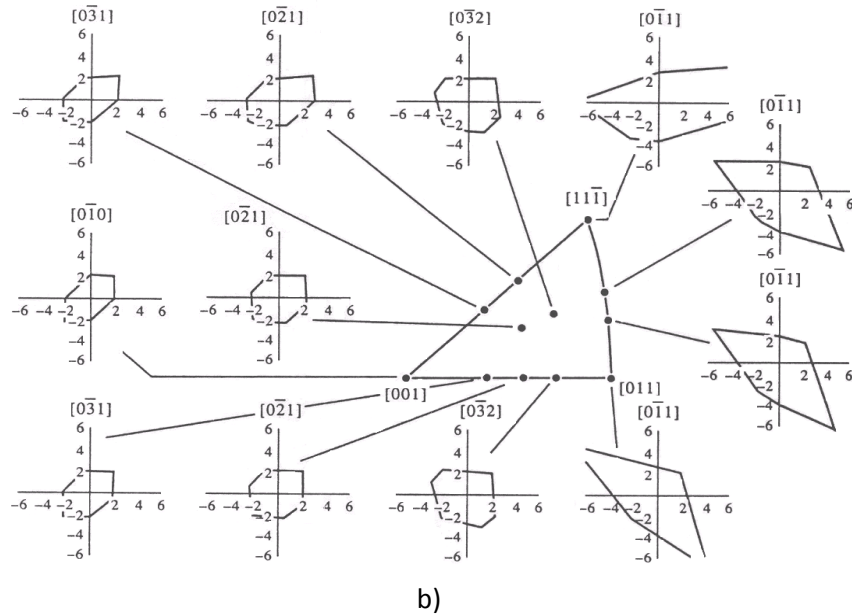


Figura 1.27. Anisotropía en MMF. a) Variación del Módulo de Young de la fase austenita en Cu-Al-Ni [24]. b) Variación de la deformación transformacional para el Ni-Ti en tensión y compresión [24]. c) Diagramas de transformación para diferentes orientaciones en Cu-Ni-Al [26].

### 1.3.2 Comportamiento mecánico de MMF durante la TMIE en mono y policristales.

La *TMIE* se presenta cuando el *MMF* se encuentra a una temperatura por encima de  $A_f$ , es decir, cuando el efecto superelástico gobierna el comportamiento del material. En él la transformación es inducida a temperatura constante y debida a una fuerza aplicada. En las Figura 1.28 y Figura 1.29 se muestra el llamado lazo superelástico para una muestra monocristalina y una policristalina. Como puede observarse en el caso monocristalino se presenta una meseta de deformación mientras que en el policristal, se observa más bien un cambio de pendiente. Este cambio en los materiales policristalinos, se asocia a la alta anisotropía que presenta la deformación transformacional; así como, a otros efectos asociados a la microestructura. En ambas figuras también se observa el esfuerzo crítico el cual marca el inicio de la *TMIE*. Como puede observarse la *TM* aparece como líneas llamadas *VMs* en la superficie de observación. Debido a que el monocristal tiene una misma orientación, en él se forma una sola *VM* dominante la cual pasa a través de todo el material. Por otro lado, en el caso policristalino se puede apreciar que las *VMs* no pueden pasar de grano a grano y algunos granos pueden presentar *TM* o no. De hecho aunque aparezcan *VM* con la misma inclinación en diferentes granos, eso no implica que sean las mismas *VMs* debido a la orientación cristalina de cada uno de ellos. En cada grano puede formarse más *VMs* dependiendo del estado de esfuerzos, las interacciones intergranulares y la orientación. Lo anterior puede verse más claro en la Figura 1.30.



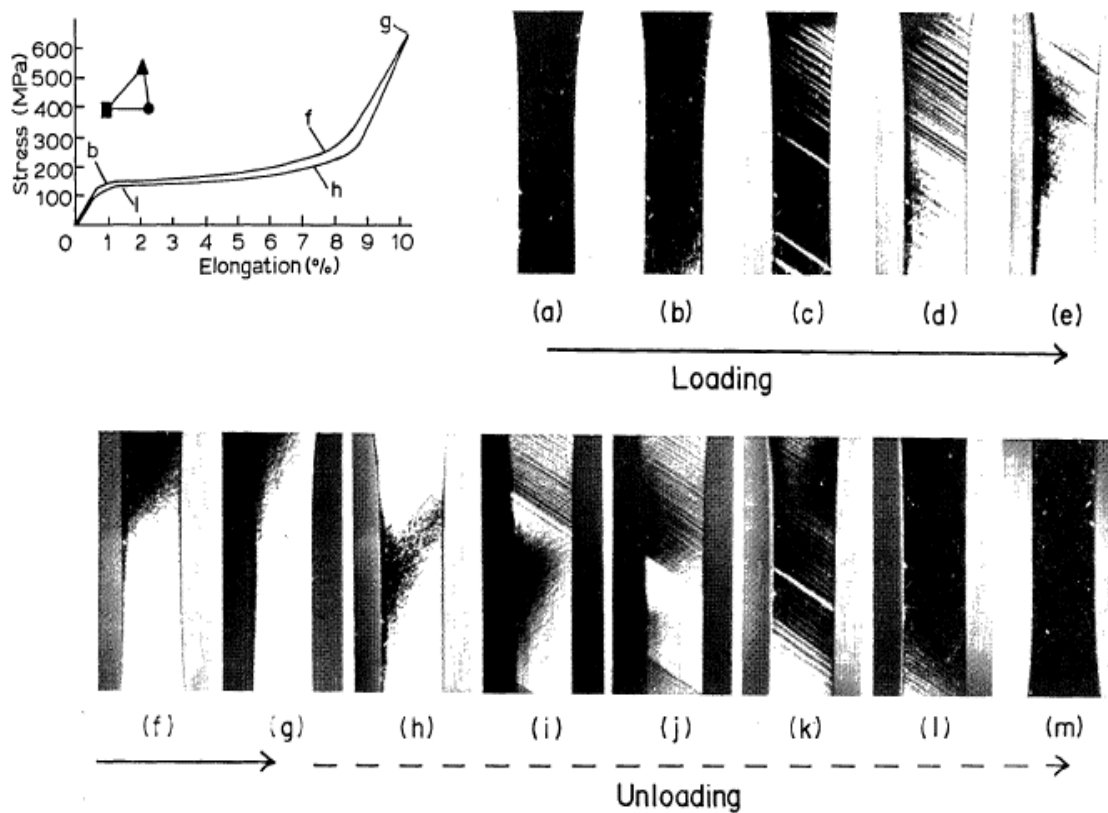


Figura 1.28. Evolución de la *TMIE* en un monocristal de Cu-Al-Ni [27].

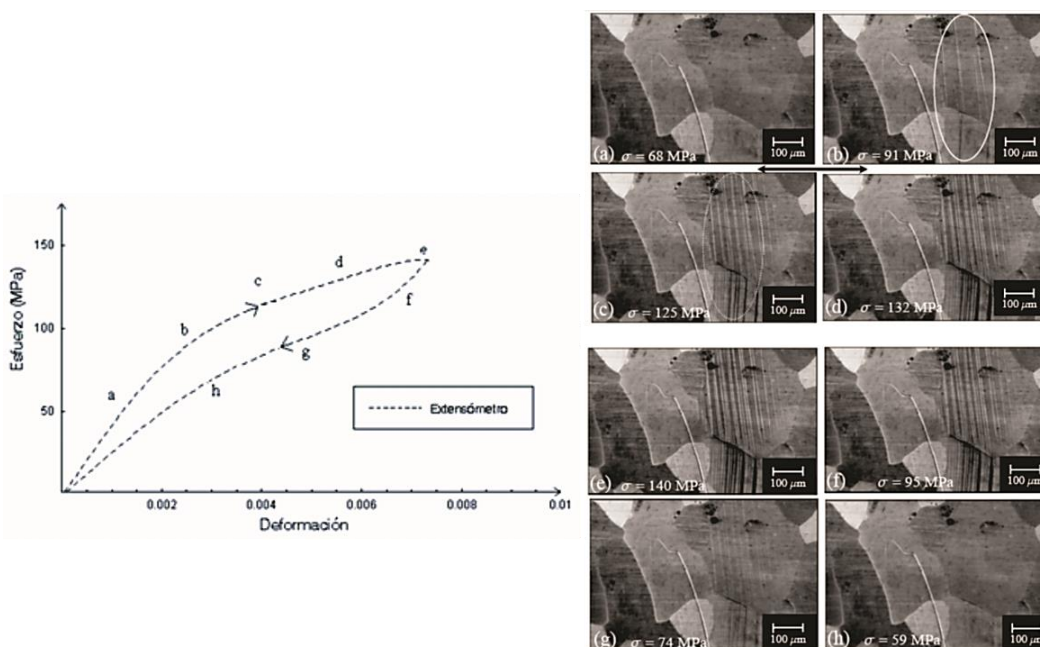


Figura 1.29. Evaluación de la *TMIE* en una muestra de Cu-Al-Be [28].

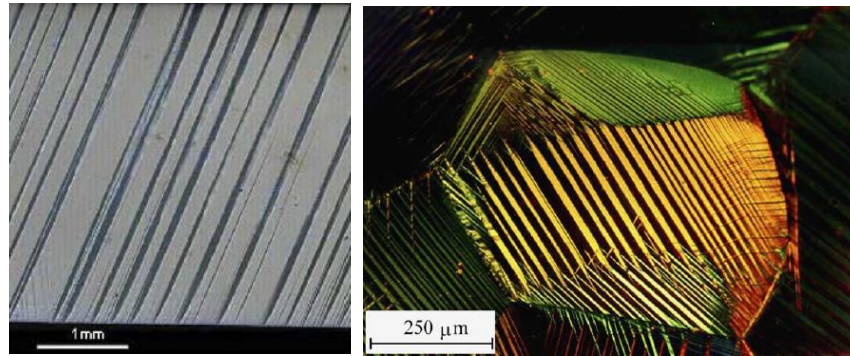


Figura 1.30. TMIE en pruebas de tensión simple. a) Formación de una sola VM en monocristal de Cu-Al-Ni. b) Formación de varias VMs en un solo grano de un Policristal de Cu-Zn-Al. [29].

En un cristal con estructura cúbica se han encontrado que existen 24 VMs en el material. De hecho estudios recientes han mostrado que en pruebas de tensión uniaxial la VM que se formara es la de máximo FS. Como se mencionó anteriormente este factor fue inicialmente empleado en el estudio de la cedencia de materiales cristalinos, en particular en la llamada teoría de deslizamiento. Para el estudio de MMF, el FS es retomado cambiando los términos: plano de deslizamiento por “plano de transformación”, dirección de deslizamiento por “dirección de cortante” y sistema de deslizamiento por “sistema de transformación”. En la Tabla 1.3 se muestran los sistemas de transformación para algunos MMF.

Tabla 1.3. Sistemas de Transformación para diferentes MMF [30]

SMA	Transformation	Shear amplitude	Habit plane	Shear direction	Reference
NiTi	B2 → B19	0.1307	{0-2152, 0-4044, 0-8889}	(0-7633, 0-4981, 0-4114)	Otsuka, Sawamura and Shimizu (1971)
AuCd	B2 → P3†	0.0079	{0-0711, 0-2675, 0-9609}	(0-9673, 0-2166, 0-1319)	Ohba, Emura and Otsuka (1992)
Cu-Al-Ni	D0 <sub>3</sub> → 2H	0.0932	{0-2603, 0-6347, 0-7276}	(0-1384, 0-7213, 0-6787)	Otsuka and Shimizu (1974)
Cu-Zn-Al	D0 <sub>3</sub> → 18R	0.1866	{0-1999, 0-6804, 0-7050}	(0-1856, 0-7328, 0-6546)	Chakravorty and Wayman (1989)
Cu-Zn-Ga	D0 <sub>3</sub> → 18R	0.1779	{0-1434, 0-6965, 0-7031}	(0-1392, 0-7176, 0-6824)	Saburi, Nenno, Kato and Takata (1976)
Cu-Zn	B2 → 9R	0.1769	{0-1364, 0-6963, 0-7074}	(0-1313, 0-7204, 0-6810)	Tadaki, Tokoro and Shimizu (1975)
NiAl	B2 → L1 <sub>0</sub> (3R)	0.1222	{0-0937, 0-6944, 0-7135}	(0-0904, 0-7196, 0-6885)	Aoki, Morii, Murakami and Otsuka (1994)
NiAl45	B2 → L1 <sub>0</sub> (3R)	0.1222	{0-0937, 0-6944, 0-7135}	(0-7650, 0-5088, 0-3948)	
NiAl90	B2 → L1 <sub>0</sub> (3R)	0.1222	{0-0937, 0-6944, 0-7135}	(0-9923, 0-0072, 0-1233)	

† Space group designation.

### 1.3.3 Estudios sobre la TMIE

Como puede observarse el comportamiento mecánico de los *MMF* policristalinos es considerablemente más complejo que el de los monocristales debido a que además de sumarse los efectos microestructurales su comportamiento mecánico es no lineal, dependiente de la temperatura e histerético. Es por ello que se han realizado estudios para relacionar los efectos microestructurales en el comportamiento de estos materiales. En este sentido se ha reportado una variación del esfuerzo de transformación en policristales de Cu-Al-Be sometidos a distintos arreglos de carga [31]. Esta variación se presentó en distintas regiones de la misma muestra en puntos donde el estado de esfuerzos es distinto. En la Figura 1.31 se muestra el efecto mencionado en una muestra de sección circular sometida a flexión en cantilever y a flexión-torsión.

En otro estudio realizado también a muestras de Cu-Al-Be mono y policristalinas sometidas a flexión se encontró que existe una influencia en la magnitud de esfuerzo de transformación debido a la presencia de vecinos próximos [32]. Dicha influencia se aprecia claramente en el diagrama de la Figura 1.32.

Adicionalmente existen estudios con técnicas de correlación de imágenes para obtener los campos de desplazamientos durante la *TMIE* en Cu-Al 11.2 wt.%-Be 0.6 wt.% en una prueba de tensión simple [33]. Así mismo Martínez-Fuentes et al. [34] aplica la metodología desarrollada por Sánchez-Arévalo et al. [33] para observar el comportamiento micro y macro mecánico de la misma aleación en forma mono y policristalina en flexión en 3 puntos. Estos autores observaron el crecimiento de *VMs* modificadas debido al estado local de esfuerzos en granos y su interacción intergranular, lo cual es consistente con los diagramas de transformación para el Cu-Al-Be. En la Figura 1.33 se muestran las *VMs* formadas en el policristal, los campos de desplazamiento y los diagramas de transformación obtenidos.

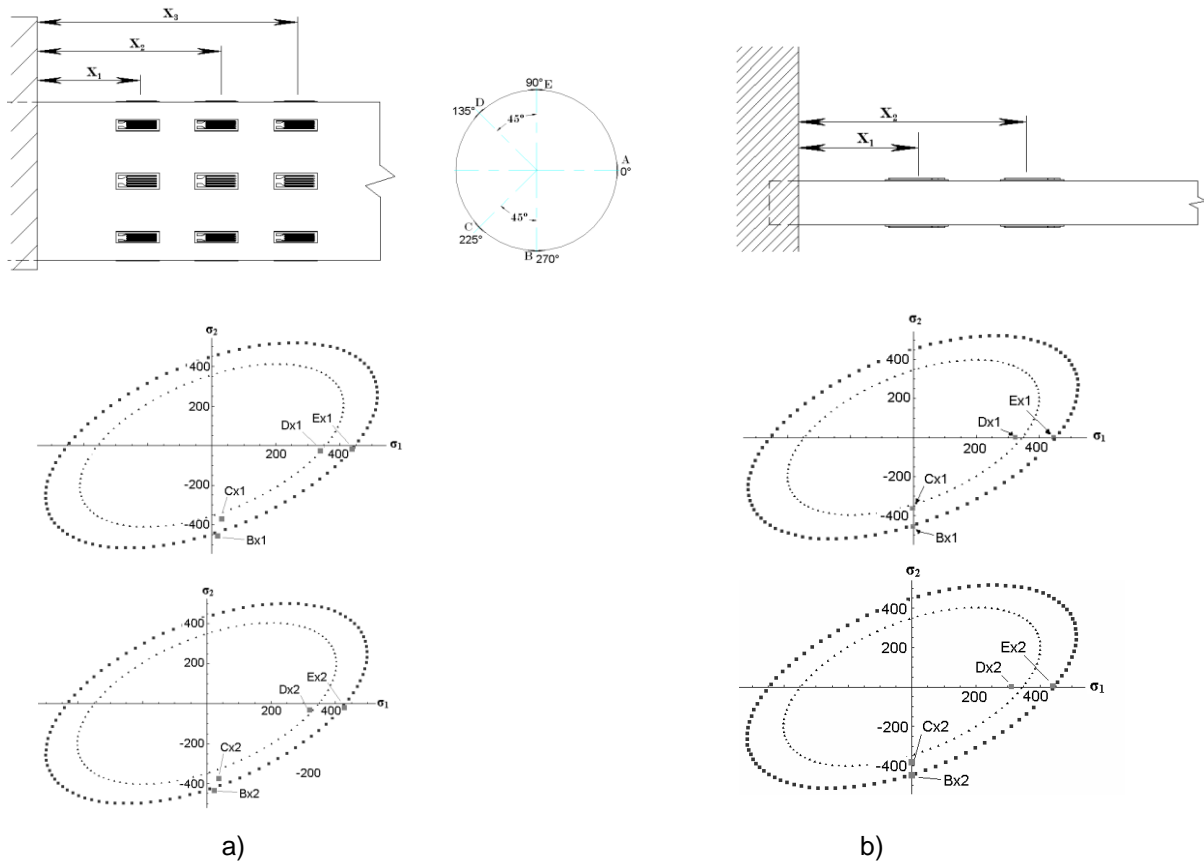


Figura 1.31. Resultados que muestran la variación del esfuerzo transformacional para distintos puntos en una misma muestra. a) Flexión-Torsión b) Flexión en cantiléver [31].

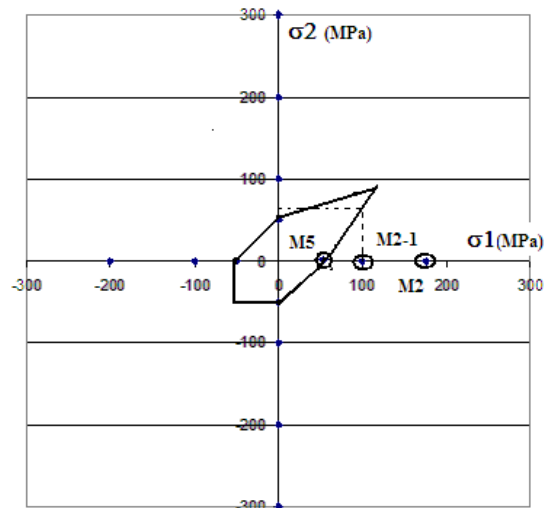


Figura 1.32. Diagrama de transformación bajo un estado de esfuerzos plano hipotético. En la figura se observa la variación del esfuerzo transformacional para tres muestras M2, M2-1 y M5. M5 es una muestra monocristalina M2-1 es la misma muestra que M2 sólo que se dividió en dos [32].

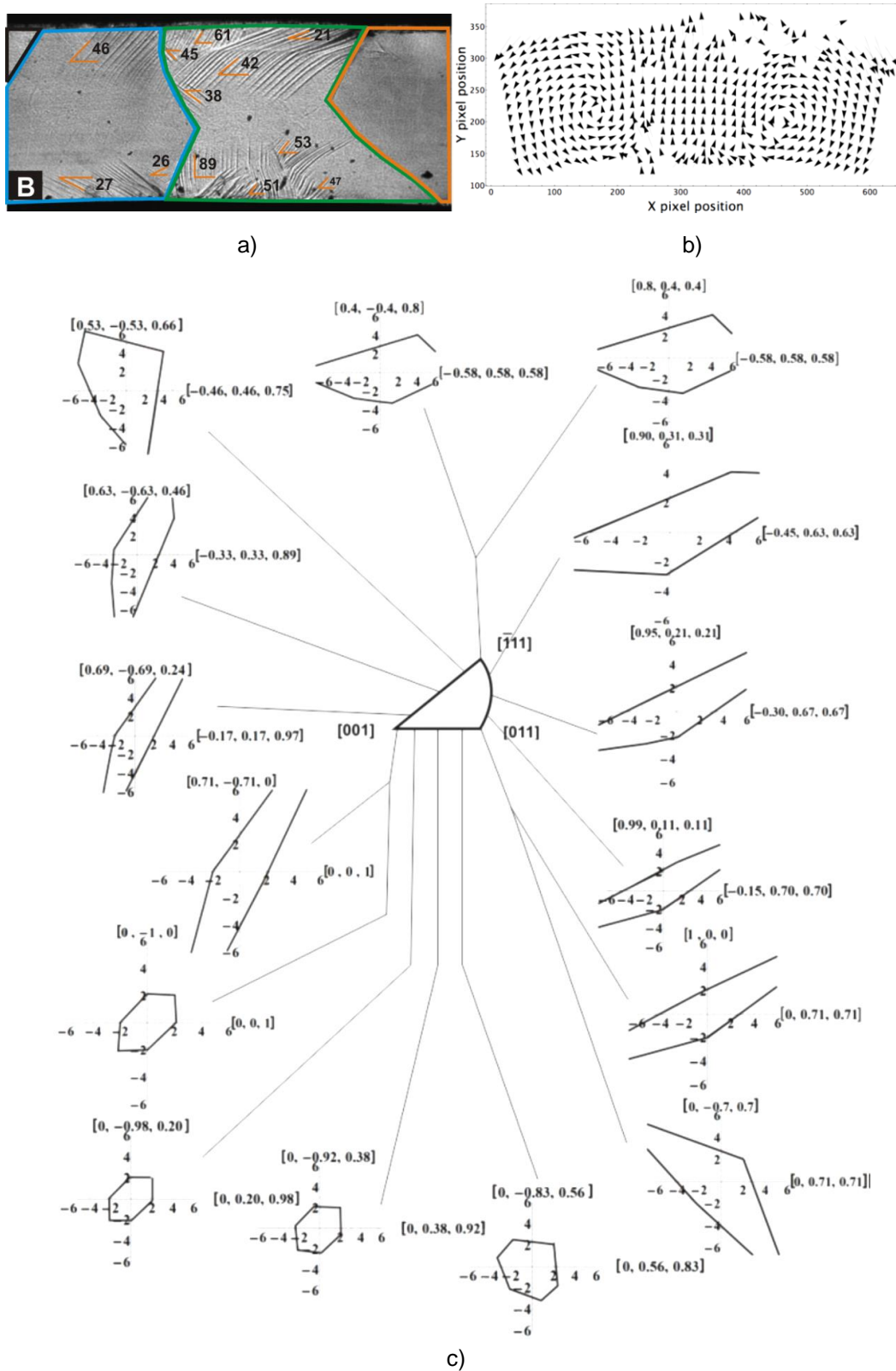


Figura 1.33. VMs formadas en prueba de tensión en un policristal. a) VMs formadas con sus ángulos. b) Campo de desplazamiento en el policristal. c) Diagramas de transformación con respecto a la orientación cristalina para el Cu-Al-Be. [34]

Como puede observarse los trabajos anteriores muestran análisis de las VMs formadas sin conocer la orientación cristalina la cual se sabe que tiene implicaciones fuertes en el comportamiento mecánico de todo policristal. En este sentido existen algunos trabajos que muestran una variación en la orientación cristalina conforme la *TMIE* va creciendo [35]. Figura 1.34.

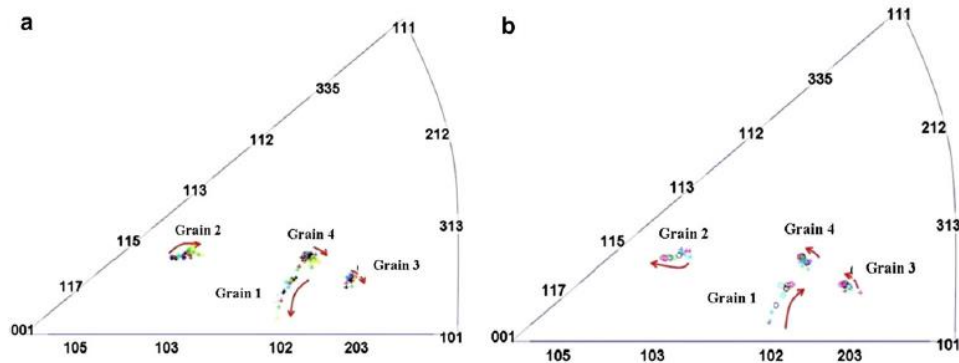


Figura 1.34. Cambio en la orientación cristalina en 4 granos. a) Carga. b) Descarga. [35].

Existen otros estudios en los cuales se mide la orientación cristalina y se presentan las VMs formadas por grano. En la Figura 1.35 se muestra un ejemplo de ello presentado por N. Bourgeois et. al. [36] para una muestra policristalina de Cu-Al-Be, donde analiza la no homogeneidad de las deformaciones.

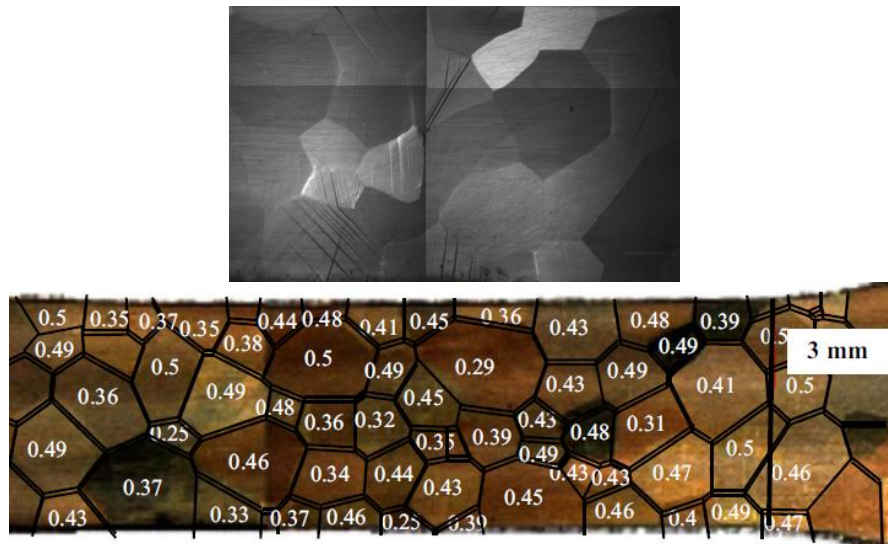


Figura 1.35. Muestra policristalina de Cu-Al-Be con sus valores de FS por grano y VMs formadas en una región del mismo [36].

Así mismo Kaouache et. al. [37] presenta un criterio para el análisis de la *TMIE* in situ en muestras de Cu-Al-Be. En este trabajo se miden las orientaciones cristalinas de los granos estudiados y son mostradas las VMs formadas en 4 granos de dos diferentes muestras.

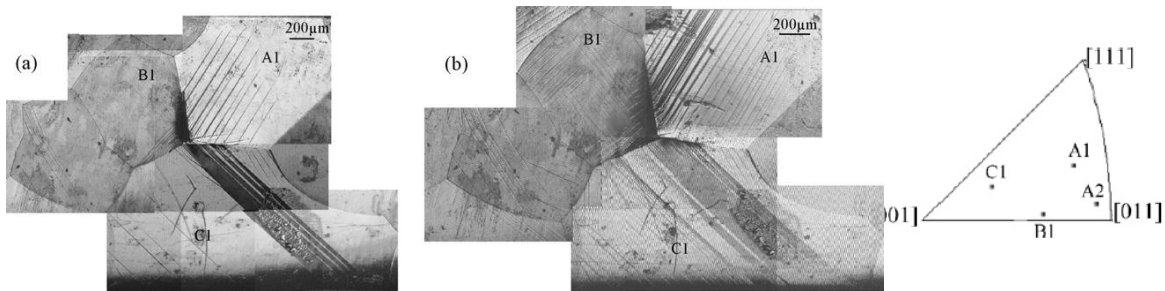


Figura 1.36. Evolución de las VMs formadas en 3 granos de una muestra policristalina y su orientación cristalina [37].

En este estudio se muestra como las VMs formadas cumplen con el FS; sin embargo como es sabido, en general éste es sólo válido para el caso monocristalino. El probar lo anterior es una parte importante de la presente tesis.

#### 1.3.4 Modelos matemáticos

Existen en la literatura muchos modelos matemáticos que buscan simular el comportamiento esfuerzo-deformación-temperatura que presentan los MMF. Una gran cantidad de ellos son concentrados en el caso monocristalino debido a la complejidad del comportamiento de estos materiales [38, 39, 40, 41, 29]. Debido a que la gran mayoría de aplicaciones requieren policristales algunos autores han reportado modelos donde se estudia el caso policristalino [42, 43, 44, 45]. Muchos modelos reportados son de tipo fenomenológicos, se basan en teorías conocidas como son: la elastoplásticidad y la viscoelásticidad, entre otros. Por ejemplo el modelo desarrollado por Delobelle y Lexcellent [46] es citado como un modelo viscoplástico con variables cinemáticas internas. El modelo parte del supuesto de que la deformación está compuesta de 3 partes: una elástica, una viscoplástica y otra pseudoelástica. Las dos últimas componentes de la deformación son funciones de una variable interna global. Así mismo, dicho modelo considera la interacción entre VMs. Por otra parte, en un estudio sobre el efecto del comportamiento pseudoelástico en pruebas a esfuerzo uniaxial constante, Leclercq et. al. [47] propone un modelo termodinámico donde usa la fracción transformada como variable interna y considera la deformación total compuesta por una parte elástica y una transformacional. Las ecuaciones que se proponen son las siguientes:

$$\begin{aligned}\sigma &= \rho \frac{\partial \psi}{\partial \varepsilon^e} = E \varepsilon^e \\ \varepsilon &= \varepsilon^e + \varepsilon^{tr} \\ \varepsilon^{tr} &= \gamma z_\sigma\end{aligned}\tag{1.12}$$

donde:  $\sigma$  es el esfuerzo aplicado,  $\rho$  es la densidad,  $\psi$  es la energía libre específica,  $E$  es el módulo elástico de la austenita,  $\varepsilon^e$  es la deformación elástica,  $\varepsilon^{tr}$  es la deformación transformacional,  $\gamma$  es la máxima deformación durante la transformación en el caso unidimensional,  $z_\sigma$  fracción volumétrica de la martensita orientada,  $\dot{z}_\sigma$  es la derivada de  $z_\sigma$  con respecto al tiempo de  $z_\sigma$ . Otro modelo reportado en la literatura es el propuesto por Graesser y Cozzarelli [48] quienes proponen un conjunto no lineal de ecuaciones constitutivas parametrizadas para simular el comportamiento pseudoelástico. Los parámetros de dichas ecuaciones son los que controlan la histéresis, el esfuerzo residual, las mesetas de carga y descarga y la transición de fase misma. El modelo consta de dos partes una elástica y una inelástica las cuales se superponen para describir los distintos comportamientos observados en los *MMF*. Este modelo se basa en un modelo elastoplástico que los autores desarrollaron previamente para estudiar el comportamiento mecánico de materiales convencionales tanto en la región elástica como en la plástica. Un aspecto relevante de este modelo es que considera la histéresis transformacional. En un primer trabajo, Graesser propone un modelo unidimensional el cual luego es generalizado al caso tridimensional. El modelo unidimensional propuesto por Graesser es el siguiente:

$$\begin{aligned}\sigma &= E \left[ \varepsilon - |\varepsilon| \left| \frac{\sigma - \beta}{Y} \right|^{n-1} \left( \frac{\sigma - \beta}{Y} \right) \right] \\ \beta &= E \alpha \left[ \varepsilon - \frac{\sigma}{E} + f_T |\varepsilon|^c \operatorname{erf}(a\varepsilon) \right]\end{aligned}\tag{1.13}$$

donde:  $\sigma$  esfuerzo uniaxial,  $\varepsilon$  es la deformación uniaxial,  $\beta$  esfuerzo residual,  $E$  es el Módulo de Young,  $\nu$  razón de Poisson,  $Y$  es el esfuerzo necesario para inducir la *TM* a una temperatura dada,  $\alpha$  es una constante que determina la pendiente de la región inelástica,  $n$  es una constante que controla transición de la región elástica a la inelástica,  $f_T$  es una constante que controla el tipo y el tamaño de la histéresis,  $a$  es constante que controla la cantidad elástica recobrada,  $c$  es una constante que controla la pendiente de la meseta de descarga,  $|x|$  es el valor absoluto de  $x$ ,  $\operatorname{erf}(x)$  es la función error de argumento  $x$ . Posteriormente este modelo fue generalizado al caso tridimensional de donde los autores proponen las siguientes ecuaciones constitutivas para el comportamiento pseudoelástico de *MMF*:



$$\begin{aligned} \varepsilon_{ij} &= \frac{1-\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} + \sqrt{3K_2} \left( \sqrt{3J_2^o} \right)^{n-1} \left( \frac{s_{ij} - b_{ij}}{\sigma_c} \right) \\ b_{ij} &= \frac{2}{3} E \alpha \left[ \varepsilon_{ij}^{in} + f_T \left( \frac{2}{3} \sqrt{3I_2} \right)^{c-1} \operatorname{erf} \left( \frac{2}{3} a \sqrt{3I_2} \right) \right] \\ \varepsilon_{ij}^{in} &= \varepsilon_{ij} - \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} + \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} \end{aligned} \quad 1.14$$

donde  $I_2$ ,  $K_2$  y  $J_2^o$  son respectivamente los segundos invariantes de: el tensor de distorsión (deviator) de deformación, el tensor de distorsión (deviator) de la rapidez de deformación y del tensor de “sobre esfuerzo”. La cantidades  $\sqrt{3I_2}$  y  $\sqrt{3K_2}$ , son análogos a las respectivas mediciones de deformación plástica efectiva y rapidez de esfuerzo plástico efectivo que se usan en plasticidad. Por su parte Rohan et. al. [49] han propuesto un modelo uniaxial que se basa en la variación de los potenciales termodinámicos durante formación de una variante “doble”. El modelo toma como punto de partida que dichos potenciales son biconvexos. Otros autores como Brinson et. al. [50], han retomado el principio de que la deformación del material durante la *TM* es esencialmente un cortante simple paralelo al plano de hábito. Bajo este principio y consideraciones de energía representadas por una relación cinética para la fracción volumétrica de material transformado ( $f$ ), Brinson et. al. han propuesto un modelo para simular el comportamiento de los *MMF*. El modelo considera la evolución de la deformación durante la transformación pero ha sido empleado para estudiar los efectos de disipación de energía durante el proceso de descarga. Patoor et. al. [29, 42] desarrolló modelos para el caso mono y policristalino. En el caso policristalino se compara el modelo termomecánico desarrollado con los previamente reportados por Patoor et. al. [51], Gao et. al. [52] y Brinson et. al. [53].

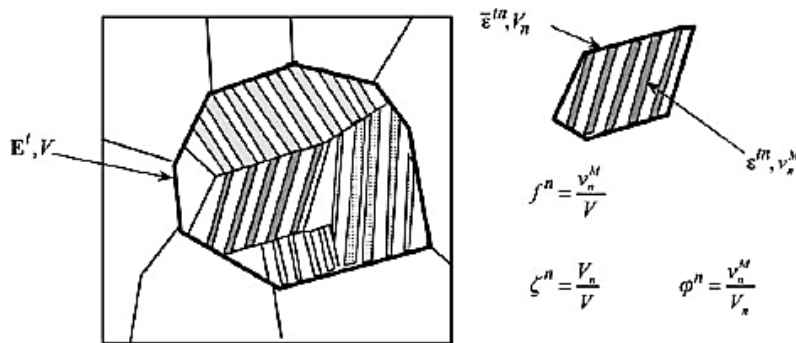


Figura 1.37. Representación de aspectos microestructurales dentro de un grano en un policristal [51].

Adicionalmente existen los modelos que consideran interacciones intergranulares en superelasticidad por ejemplo Siredey et al. [54] desarrolló un modelo termomecánico que considera la interacción entre VMs de un grano y obtuvo una ecuación para simular la energía de interacción para más de 2 VMs en Cu-Al-Be. Finalmente Cortés-Pérez [24] desarrolló un modelo matemático que permite simular la TMIE que considera los parámetros cristalinicos de la TM y la orientación de la muestra, la naturaleza no homogénea de la deformación, la evolución de la deformación bajo esfuerzo y/o temperatura constante; así como, los parámetros característicos del material. Este modelo es de suma importancia para el presente trabajo, como será mostrado más adelante, en la Figura 1.38 se puede ver un resumen del modelo antes mencionado.

$$u(x_t, y_t, z_t) = \begin{pmatrix} \delta f_{TM}(y_t) \\ 0 \end{pmatrix} \quad w(y_t) = \begin{cases} 0 & ; -\infty \leq y_t \leq 0 \\ \frac{y_t}{hf} & ; 0 \leq y_t \leq hf \\ 1 & ; hf \leq y_t \leq h \end{cases}$$

$$w(y_t) = \frac{fh + \sqrt{r_0^2 + y_t^2} - \sqrt{r_0^2 + (y_t - fh)^2}}{2fh}$$

$$f = \frac{e^{\frac{(\sigma - \sigma_0)}{\delta\sigma}}}{1 + e^{\frac{(\sigma - \sigma_0)}{\delta\sigma}}}$$

donde:

$$\sigma_0 = \frac{\sigma_c + \sigma_f}{2} \quad \sigma_c = \frac{\partial\sigma_c}{\partial M_S}(T - M_S) \quad \sigma_f = \frac{\partial\sigma_c}{\partial M_S}(T - M_f)$$

$$\delta\sigma = \frac{\sigma_f - \sigma_c}{2 \ln(9)}$$

$$A_{m \rightarrow xc} = A_{x \rightarrow xc} A_{m \rightarrow x}$$

$$A_{m \rightarrow x} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_x \otimes e_u \quad A_{x \rightarrow m} = [A_{m \rightarrow x}]^{-1} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_m \otimes e_i$$

$$A_{xc \rightarrow x} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_x \otimes e_c \quad A_{x \rightarrow xc} = [A_{xc \rightarrow x}]^{-1} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_{xc} \otimes e_i$$

Figura 1.38. Resumen de modelo matemático desarrollado por Cortés-Pérez [24].

## Capítulo

### 2. Modelo para la predicción de variantes de martensita durante la *TMIE*

## 2.1. Introducción

En el presente trabajo se propone un modelo para predecir las VMs que aparecerán durante la TMIE en tensión simple. Dicho modelo se basa en la combinación del FS, una relación entre la componente de deformación en la dirección de la aplicación de la carga y la dirección transversal; así como, en los diagramas de transformación. En esta sección se dan algunos aspectos teóricos de las relaciones utilizadas de manera independiente y como éstas son combinadas para llegar al modelo final propuesto.

## 2.2. Modelo de Cortés-Pérez

El modelo de Cortés-Pérez [24] consiste en un modelo matemático que permite obtener el campo vectorial de desplazamientos (CVD) en el sistema de observación durante la TMIE. El campo de desplazamientos es no homogéneo y está definido en el sistema de transformación  $(X_T, Y_T, Z_T)$  que tiene como base al sistema  $(e_{T1}, e_{T2}, e_{T3})$  como se puede ver en la Figura 2.1. Los otros dos sistemas usados por Cortés-Pérez aparecen en la misma figura como  $(X, Y, Z)$  y  $(X_0, Y_0, Z_0)$  con sus respectivas bases  $(e_1, e_2, e_3)$  y  $(e_{01}, e_{02}, e_{03})$  los cuales representan la base canónica y de observación respectivamente.

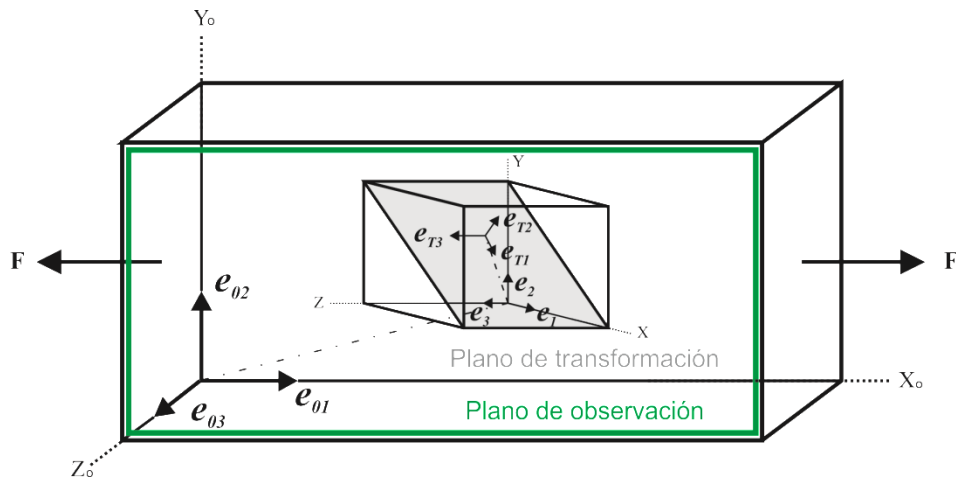


Figura 2.1. Sistemas de referencia usados en el modelo de Cortés-Pérez.

El CVD  $u(x_T, y_T, z_T)$  puede ser calculado para cada uno de las 24 VMs y es expresado como sigue:

$$u(x_T, y_T, z_T) = \begin{pmatrix} \delta f h w(y_T) \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad 2.1$$

$$w(y_T) = \begin{cases} 0; & -\infty \leq y_T \leq 0 \\ \frac{y_T}{hf}; & 0 \leq y_T \leq hf \\ 1; & hf \leq y_T \leq h \end{cases} \quad 2.2$$

Donde  $\delta$  es la amplitud de corte y  $h$  es la longitud de la placa de martensita a lo largo de la dirección  $y_T$ . Adicionalmente  $w(y_T)$  es redefinido usando una doble hipérbola:

$$w(y_T) = \frac{fh + \sqrt{r_0^2 + y_T^2} - \sqrt{r_0^2 + (y_T - fh)^2}}{2fh} \quad 2.3$$

donde  $r_0$  es el radio de transición entre las fronteras de la fase martensita-austenita.  $f$  es la fracción volumétrica, este escalar depende del esfuerzo aplicado, la temperatura de prueba y los parámetros del MMF utilizados. La fracción volumétrica es definida como:

$$f = \frac{e^{\frac{\ln(9)(2\sigma - \sigma_c - \sigma_f)}{\sigma_f - \sigma_c}}}{1 + e^{\frac{\ln(9)(2\sigma - \sigma_c - \sigma_f)}{\sigma_f - \sigma_c}}} \quad 2.4$$

donde  $\sigma$  es el esfuerzo efectivo aplicado. Para tensión simple el esfuerzo efectivo es la relación entre el esfuerzo de corte y el FS,  $\tau/m$ .  $\sigma_c$  y  $\sigma_f$  son los esfuerzos críticos efectivos al principio y fin de la TMIE respectivamente. Estos esfuerzos pueden ser calculados por las siguientes ecuaciones considerando la relación de Clausius-Clapeyron:

$$\sigma_c = \frac{\partial \sigma_c}{\partial M_s} (T - M_s) \quad 2.5$$

$$\sigma_f = \frac{\partial \sigma_c}{\partial M_s} (T - M_f) \quad 2.6$$

Donde  $M_s$  y  $M_f$  son las temperaturas críticas antes y después de la TMIE. Finalmente el CVD es definido en el sistema de observación y es denotado como:

$$(x_T, y_T, z_T)^T = A_{X_0 \rightarrow X_T} (x_0, y_0, z_0)^T \quad 2.7$$

$$u(x_0, y_0, z_0) = A_{X_T \rightarrow X_0} u(x_T, y_T, z_T) = A_{X_T \rightarrow X_0} u\left(\left(A_{X_0 \rightarrow X_T} (x_0, y_0, z_0)^T\right)^T\right) \quad 2.8$$

Donde la relación de las 3 bases usadas es:

$$A_{X_T \rightarrow X_0} = A_{X \rightarrow X_0} A_{X_T \rightarrow X} \quad 2.9$$

El tensor  $A_{X_T \rightarrow X_0}$  permite cambiar la base del sistema de transformación al de observación como función de la orientación del grano y es definido como:

$$A_{X \rightarrow X_T} = [A_{X_T \rightarrow X}]^{-1} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_{X_T} \otimes e_i \quad 2.10$$

$$A_{X_T \rightarrow X} = \sum_{i=1}^3 \{e_{T_i}\}_X \otimes e_{T_i} = \begin{pmatrix} m_1 & p_1 & n_1 \\ m_2 & p_2 & n_2 \\ m_3 & p_3 & n_3 \end{pmatrix} \quad 2.11$$

$$A_{X \rightarrow X_0} = [A_{X_0 \rightarrow X}]^{-1} = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_{X_0} \otimes e_i \quad 2.12$$

$$A_{X_0 \rightarrow X} = \sum_{i=1}^3 \{e_{0i}\}_X \otimes e_{0i} = \begin{pmatrix} u & c_1 & h \\ v & c_2 & k \\ w & c_3 & l \end{pmatrix} \quad 2.13$$

donde  $[h \ k \ l]$  es la dirección normal ( $DN$ ) y  $[u \ v \ w]$  es la dirección de rolado ( $DR$ ). Las coordenadas de la  $DN$  y  $DR$  están definidas en la base  $(x_0, y_0, z_0)$  y son obtenidas por  $EBSD$ . Por otro lado  $(n_1 \ n_2 \ n_3)$  es el plano de hábito y  $[m_1 m_2 m_3]$  la dirección de corte los cuales son específicos de cada  $MMF$  y están definidos en la base  $(x_T, y_T, z_T)$ . Adicionalmente la dirección transversal ( $DT$ ) puede ser determinada realizando el producto cruz de la  $DN$  y  $DR$ . De igual manera la tercera dirección del sistema de transformación es determinada por el producto cruz del plano de hábito y la dirección de deformación.

$$\begin{pmatrix} p_1 \\ p_2 \\ p_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_1 \\ m_2 \\ m_3 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{pmatrix} \quad 2.14$$

$$\begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \quad 2.15$$

Finalmente el tensor de deformación es definido como la parte simétrica de gradiente del *CVD* como:

$$\varepsilon_o = \frac{1}{2} [\text{grad}(u(x_o, y_o, z_o)) + \text{grad}^T(u(x_o, y_o, z_o))] \quad 2.16$$

### 2.3. Variantes de martensita en el sistema de observación

Como se mencionó anteriormente durante la *TMIE* sólo es posible la formación de 24 *VMs* y éstas son representadas por los sistemas de transformación que son específicos de cada *MMF*. Tabla 1.3. Estos sistemas son de vital importancia para el modelo propuesto en el presente trabajo. Están definidos en el la base canónica y en general están reportados para los *MMF* más usuales. Actualmente se han reportado algunos trabajos donde se analiza una aleación de Cu-Al-Be utilizando el sistema de transformación  $n = [0.17, 0.66, 0.72]$  y  $m = [0.16, -0.74, 0.64]$ , donde “n” es el plano de habito y “m” es la dirección de corte [37]. Este sistema de transformación fue reportado por Kajiwara para una aleación Cu-Al la cual tiene una transformación tipo 9R [55]. Es bien conocido que el Cu-Al-Be tiene una transformación tipo DO<sub>3</sub> a 18R por lo que el sistema de transformación utilizado para el análisis de esta aleación es el que debe utilizarse. Las ecuaciones necesarias para obtener los sistemas de transformación para esta transformación son reportadas por J. J. Zhu et al. [56], mientras que los parámetros de red necesarios son reportados por S. N. Balo et al. [57] dichos parámetros pueden verse en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Parámetros de red de las fases austenita y martensita para una aleación de Cu-Al-Be [57]

Fase	Símbolo	Parámetros de red
Austenita	DO <sub>3</sub>	$a_0 = 5.77 \text{ \AA}$
Martensita	18R	$a = 4.45 \text{ \AA}$ $b = 5.18 \text{ \AA}$ $c = 38 \text{ \AA}$ $\beta = 88^\circ$

Por lo tanto, los sistemas de transformación para el Cu-Al-Be pueden obtenerse como sigue:

$$n = \sqrt{\frac{1}{2 * (\eta_1^2 * \eta_3^2 - \eta_2^2)}} * \{k * (\sqrt{\eta_1^2 - 1} + \eta_1 * \sqrt{\eta_3^2 - 1}), -\sqrt{2 * (1 - \eta_2^2)}, k * (\sqrt{\eta_1^2 - 1} - \eta_1 * \sqrt{\eta_3^2 - 1})\} \quad 2.17$$

$$m = \sqrt{\frac{\eta_2^2}{2 * (\eta_1^2 * \eta_3^2 - \eta_2^2)}} * (\sqrt{\eta_1^2 * \eta_3^2} - \sqrt{\eta_2^2}) * \{k * (\sqrt{\eta_1^2 - 1} + \eta_1 * \sqrt{\eta_3^2 - 1}), \sqrt{\frac{2 * (\eta_1^2 * \eta_3^2) * (1 - \eta_2^2)}{\eta_2^2}}, k * (\sqrt{\eta_1^2 - 1} - \eta_1 * \sqrt{\eta_3^2 - 1})\}; \quad 2.18$$

Dónde:

$$\eta_1 = \frac{\sqrt{2} * a}{a_0} \quad 2.19$$

$$\eta_2 = \frac{b}{a_0} \quad 2.20$$

$$\eta_3 = \frac{\sqrt{2} * c * \text{Sin}[\beta]}{9 * a_0} \quad 2.21$$

Finalmente considerando  $n$ , el vector unitario de  $m$  y la norma de  $m$ , los sistemas de transformación con su magnitud de corte quedan como sigue:  $n = [0.74, -0.64, 0.15]$ ,  $m = [0.67, 0.72, 0.13]$  y  $\gamma = 0.2302$ . Teniendo los sistemas de transformación de la aleación utilizada en el presente trabajo y utilizando la misma idea de Cortés-Pérez es posible cambiar de base cada uno de los planos de hábito a la base de observación como sigue:

$$n_o = A_{X \rightarrow X_0} \cdot n = \sum_{i=1}^3 \{e_i\}_{X_0} \otimes e_i \cdot n \quad 2.22$$

Este cambio de base es importante debido a que las VMs presentadas durante la TMIE son la intersección del plano de hábito con el plano de observación.



Considerando esta intersección del plano de hábito en el sistema de observación, se puede encontrar de manera gráfica las 24 VMs en función de la orientación cristalina. Cabe destacar que esto es posible hacerlo para cada grano cuya orientación cristalina sea medida; así como para cualquier MMF cuyos sistemas de transformación sean conocidos.

#### 2.4. Factor de Schmid

Como se mencionó en el capítulo 1 el FS es inicialmente empleado en el estudio de la cedencia de materiales cristalinos, en particular en la llamada teoría de deslizamiento. Para el estudio de MMF, el FS es retomado cambiando los términos: plano de deslizamiento por “plano de transformación”, dirección de deslizamiento por “dirección de cortante” y sistema de deslizamiento por “sistema de transformación”. En pruebas de tensión uniaxial, se ha encontrado que la VM que aparecerá será aquella que posea el máximo valor del FS para la orientación del cristal. De hecho, estudios recientes realizados en Cu-Al-Be han intentado utilizar este factor para policristales [37]. La formación de VMs favorecidas por la dirección del esfuerzo aplicado es especialmente importante para la determinación del esfuerzo crítico sobre todo para estados de esfuerzos biaxiales o triaxiales. Como se sabe para el caso de una prueba en tensión simple, el FS se define como el producto del coseno de los ángulos que forman el eje de aplicación de la carga con: a) un vector normal al plano en el cual se proyecta el esfuerzo normal y b) un vector paralelo a la dirección de deslizamiento o de corte. Físicamente, el FS representa la componente de esfuerzo de corte, generado por un esfuerzo normal en la dirección de aplicación de la carga, en la dirección de deslizamiento. De la definición del FS y utilizando la notación de la presente sección este factor se puede expresar como:

$$sf = \frac{\begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} m_1 \\ m_2 \\ m_3 \end{pmatrix}}{u^2 + v^2 + w^2 * \sqrt{n_1^2 + n_2^2 + n_3^2} * \sqrt{m_1^2 + m_2^2 + m_3^2}} \quad 2.23$$

## 2.5. Relación de deformación en el sistema de observación

La *TM* se presenta debido a una deformación de corte, la cual es representada por la ec. 2.24 y cuyo gradiente es la ec. 2.25.

$$f(\mathbb{x}) = (x + y\delta, y, z) \quad 2.24$$

$$\nabla f = P = I + \delta(n \otimes m) \quad 2.25$$

Con esto es posible obtener el tensor de deformación en el sistema de transformación como sigue:

$$u_s = f(\mathbb{x}) - \mathbb{x} \quad 2.26$$

$$\nabla u_s = \nabla f - \mathbb{1} = P - \mathbb{1} \quad 2.27$$

$$\epsilon_s = \frac{1}{2}(\nabla u_s + \nabla u_s^T) \quad 2.28$$

Dicho tensor está definido en el sistema de transformación y puede ser obtenido en el sistema de observación como:

$$\epsilon_o = A_{X \rightarrow X_o} \cdot A_{X_T \rightarrow X} \cdot \epsilon_s \cdot A_{X \rightarrow X_T} \cdot A_{X_o \rightarrow X} \quad 2.29$$

Cabe destacar que el mismo tensor puede ser obtenido utilizando el *CVD* obtenido en el sistema de observación con el modelo de Cortés-Pérez como sigue:

$$\epsilon_o = \frac{1}{2}(\nabla u_o + \nabla u_o^T) \quad 2.30$$

Este tensor de deformación es de rango 2 para el caso tridimensional. Si se considera un monocristal perfecto sometido a tensión uniaxial dicho tensor evidentemente tendría un solo componente en la misma dirección de aplicación de la carga. Sin embargo, esto no sucede en el caso de policristales para cada grano individual debido a la interacción granular. El hecho de que los cristales tengan diferentes geometrías y orientaciones cristalinas genera esfuerzos adicionales entre los granos que difiere de la tensión simple aplicada a la probeta de manera macroscópica. Como es bien sabido los cristales tienen tamaños pequeños y en realidad son poliedros formados por más de 10 caras, lo que hace complicado el estudio de ellos. Para simplificar el estudio de interacciones intergranulares es posible utilizar en *MMF* de Cu-Al-Be el caso plano dejando el espesor de la muestra de alrededor de 1 mm que es regularmente el tamaño promedio de grano

en estas aleaciones en fase austenita. En tal caso el tensor de esfuerzos en el sistema de observación para el caso plano queda como:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{op} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{x_0} & \gamma_{xy_0} \\ \gamma_{xy_0} & \varepsilon_{y_0} \end{pmatrix} \quad 2.31$$

Si asumimos que el estado de deformaciones, que originalmente era de tensión, es cambiado principalmente por componentes de tensión biaxial y que la componente en la misma dirección de la carga es mayor; es posible proponer una relación de deformación como:

$$SR = \frac{\varepsilon_{x_0}}{\varepsilon_{y_0}} \quad 2.32$$

Esta relación cambia acorde a la variación de la magnitud de la deformación en las direcciones x y y respectivamente. Si consideramos que la aplicación de la carga es en la dirección x esta relación tendría que ser menor que 1 para que la deformación estuviera más cercana a la dirección de la fuerza aplicada. Lo anterior se muestra en la Figura 2.2.

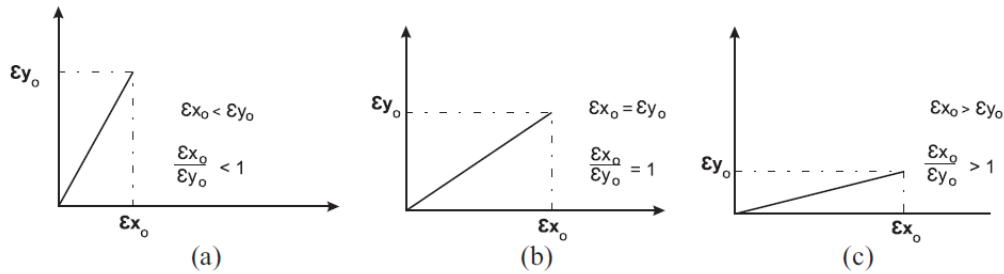


Figura 2.2. Diferentes casos de la relación de deformación.

Cabe destacar que esta relación de deformación no depende de la amplitud de corte por ejemplo si consideramos una orientación  $[u \ v \ w]$ ,  $[c_1 \ c_2 \ c_3]$ ,  $[h \ k \ l]$  con el sistema de transformación  $n = [0.17, 0.66, 0.72]$  and  $m = [0.16, -0.74, 0.64]$ ,  $\varepsilon_{x_0}$ ,  $\varepsilon_{y_0}$  y  $SR$  quedan como sigue:

$$\varepsilon_{x_0} = \frac{(c_2(h(-0.11u + 0.05v - 0.46w) + l(0.02u - 0.01v + 0.11w)) + c_3(-0.01hu - 0.02ku - 0.49hv + 0.01kv - 0.05hw - 0.11kw) + c_1(0.11ku + 0.01lu - 0.05kv + 0.49lv + 0.46kw + 0.05w))\delta}{(-c_3ku + c_2lu + c_3hv - c_1lv - c_2hw + c_1kw)} \quad 2.33$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_{y_0} = & ((c_2(0.05ku - 0.49lu - 0.05hv + 0.01lv + 0.49hw - 0.01kw) + c_1(-0.11ku \\ & - 0.01lu + 0.11hv - 0.02lv + 0.01hw + 0.02kw) + c_3(-0.46ku \\ & - 0.05lu + 0.46hv - 0.11lv + 0.05hw + 0.11kw))\delta) / (-c_3ku \\ & + c_2lu + c_3hv - c_1lv - c_2hw + c_1kw) \end{aligned} \quad 2.34$$

$$\begin{aligned} SR = \varepsilon_{x_0} / \varepsilon_{y_0} = & ((c_2(h(-0.11u + 0.05v - 0.46w) + l(0.02u - 0.01v + 0.11w)) \\ & + c_3(-0.01hu - 0.02ku - 0.49hv + 0.01kv - 0.05hw - 0.11kw) \\ & + c_1(0.11ku + 0.01lu - 0.05kv + 0.49lv + 0.46kw + 0.05lw))) \\ & / ((c_2(0.05ku - 0.49lu - 0.05hv + 0.01lv + 0.49hw - 0.01kw) \\ & + c_1(-0.11ku - 0.01lu + 0.11hv - 0.02lv + 0.01hw + 0.02kw) \\ & + c_3(-0.46ku - 0.05lu + 0.46hv - 0.11lv + 0.05hw + 0.11kw))) \end{aligned} \quad 2.35$$

## 2.6. Diagramas de transformación

Los diagramas de transformación representan las VMs generadas un estado biaxial de esfuerzos. Dichos diagramas fueron reportados por Buchheit et al. y Comstock et al. [26] para Ni-Ti, Cu-Ni-Al y Ni-Al y para Cu-Al-Be por Martínez et al. [34]. Estos diagramas son obtenidos utilizando el inverso del FS y tienen 4 cuadrantes acorde a un sistema cartesiano. El primer cuadrante representa un estado de tensión-tensión, el segundo compresión-tensión, el tercero compresión-compresión y finalmente el cuarto tensión-compresión. En la Figura 2.3 se muestran los diferentes diagramas de transformación para el Cu-Al-Be acorde a su orientación cristalina. En base a estos diagramas es posible ver la dependencia de la orientación cristalina en el comportamiento mecánico del material. Es importante resaltar que estos diagramas son generados considerando un material monocristalino.

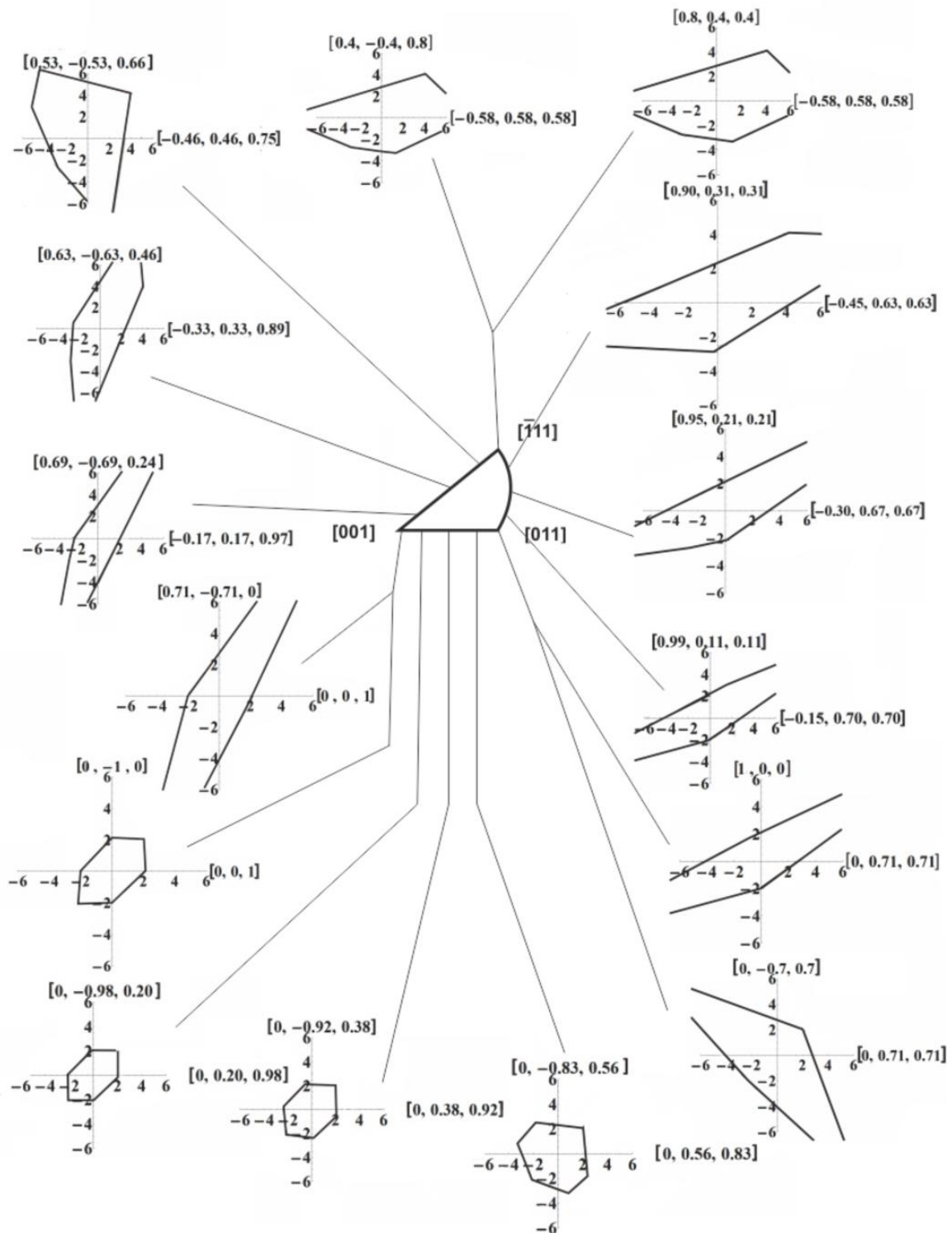


Figura 2.3. Fig. Diagramas de transformación en función de la orientación cristalina para Cu-Al-Be [34].

## 2.7. Modelo para la predicción de variantes de martensita en tensión simple

El modelo principal del presente trabajo sirve para predecir que variantes de martensita aparecerán en cada grano de una muestra policristalina sometida a tensión simple. Dicho modelo consta de las siguientes consideraciones:

1. Las variantes de martensita con Factor de Schmid negativo son descartadas.

Un Factor de Schmid negativo no es posible en un estado de tensión simple pues implica una deformación en sentido contrario de la dirección de la aplicación de la carga.

2. Las variantes de martensita con  $|SR| < 1$  son descartadas.

Los valores menores que 1 en esta relación implican una deformación más cercana a la dirección transversal. Las interacciones intergranulares afectan el estado de esfuerzos de tensión simple sin llegar a tener componentes tan grandes en la dirección perpendicular a la fuerza aplicada.

3. Un modelo de balance puede ser utilizado para determinar el orden de importancia en las variantes restantes. Este modelo de balance es obtenido utilizando las siguientes ecuaciones:

$$\text{si } SF_p \leq SR_p \quad BC = (SF_p - SR_p) + O_v \quad 2.36$$

$$\text{y si } SR_p \leq SF_p \quad BC = (SR_p - SF_p) + O_v \quad 2.37$$

donde  $SF_p$  y  $SR_p$  es la posición del factor de Schmid y de la relación de deformación respectivamente.  $O_v$  es un número natural con un valor máximo de 10 que da prioridad a la posición del  $FS$  y/o  $SR$  que no son descartados en las suposiciones 1 y 2 del modelo.

Una forma alternativa de obtener parte del modelo propuesto es simplemente hacer un listado de todos los valores de  $SR$ , descartar las variantes con  $\epsilon_{x0}$  negativos y finalmente ordenar las variantes de mayor a menor valor absoluto de la  $SR$ .

## Capítulo

### 3. Método experimental

### 3.1. Introducción

Para el estudio sobre las interacciones intergranulares propuesto en la presente tesis es de vital importancia tener *TMIE* y la medición de orientaciones cristalinas, por ello en este capítulo se describen las técnicas, métodos y equipos utilizados. Cabe mencionar que la parte experimental fue realizada en diferentes laboratorios de la “Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM)”; así como, en la “Universidad Politécnica de Valencia (UPV)” España.

### 3.2. Fabricación de la aleación

La aleación con memoria de forma Cu-Al-Be fue obtenida en el “laboratorio de proceso de materiales avanzados” del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM”. La fabricación de esta aleación fue realizada con fundición en atmósfera controlada, para evitar la oxidación de los elementos. En la Figura 3.1 se muestra el horno de inducción Leybold-Heraeus donde el material fue fabricado.



Figura 3.1 Horno de inducción ubicado en el laboratorio de proceso de materiales avanzados del IIM-UNAM

La composición necesaria para que la aleación presente comportamiento superelástico a temperatura ambiente fue calculada y estimada con la ecuación de Belkahla [58].

$$M_s(^{\circ}C) = 1245 - 71(\%Al) - 893(\%Be) \quad 3.1$$



Adicionalmente se utilizó una muestra monocristalina la cual fue fabricada y donada por el Instituto Nacional de ciencias aplicadas de Lyon Francia (INSA).

### 3.3. Calorimetría diferencial de barrido

Debido a que las temperaturas de transformación teóricas difieren de las temperaturas de transformación reales, se llevó a cabo una calorimetría diferencial de barrido (*DSC*). En la Figura 3.2 se muestra el equipo *DSC* Modelo Q100 utilizado para dicho fin. Para el monocristal se usó una muestra de 59.84 mg. mientras que para el policristal se utilizó una muestra de 39.45 mg. El rango de temperaturas utilizado fue desde  $-80$  to  $200$  °C a una velocidad de  $20$  °C/min.

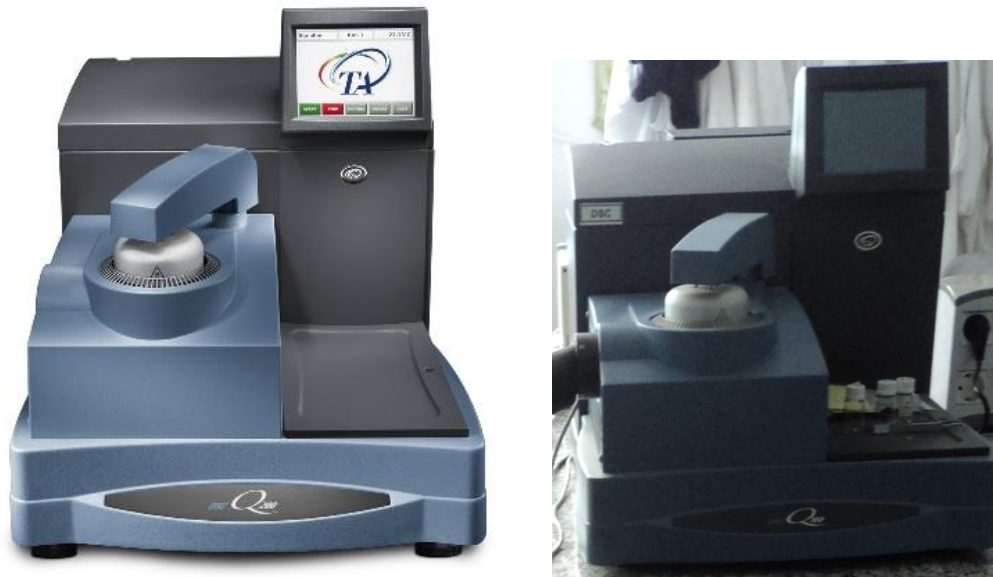
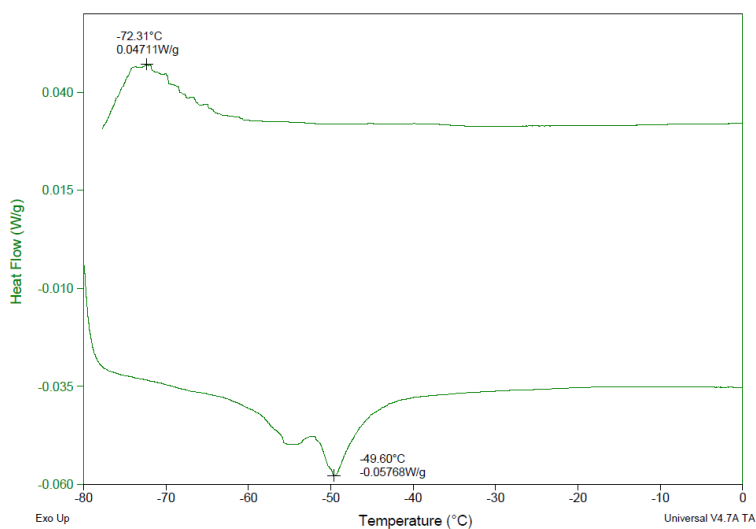


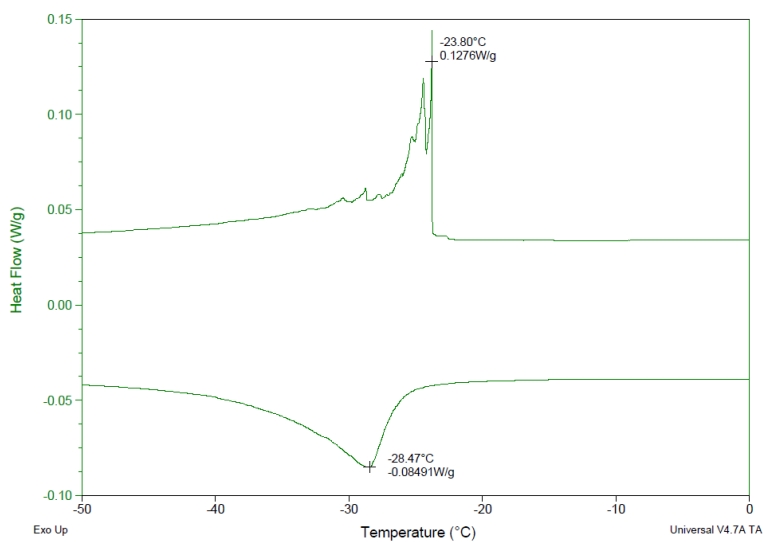
Figura 3.2 Equipo de calorimetría diferencial de barrido (*DSC*) Modelo Q100. UPV.

En la Figura 3.3 se presentan las gráficas obtenidas para las muestras antes mencionadas. En ambas curvas se ven las transformaciones exotérmicas (austenita a martensita) y endotérmicas (martensita a austenita) esperadas.

En la Tabla 3.1 se presentan los porcentajes teóricos utilizando la ecuación 3.1 y las temperaturas  $M_s$  reales para ambos materiales.



a)



b)

Figura 3.3. Calorimetría diferencial de Barrido. a) Monocristal. b) Policristal

Tabla 3.1 Datos teóricos del monocristal y policristal

Material	Elemento	Porcentaje Teórico	Ms real
Policristal	Cobre (Cu)	87.97	-20
	Aluminio (Al)	11.53	
	Berilio (Be)	0.5	
Monocristal	Cobre (Cu)	87.95	-62
	Aluminio (Al)	11.5	
	Berilio (Be)	0.55	

### 3.4. Tratamiento térmico

Para que el material presente de manera apropiada el efecto superelástico es necesario realizar un tratamiento térmico apropiado. Uno de los tratamientos más utilizados es el propuesto por Flores [59] llamado betatizado. Consiste en calentar gradualmente el material desde la temperatura ambiente hasta una temperatura de 750°C. A esta temperatura el material se encuentra en una fase  $\beta$  metaestable, la cual es mantenida durante 15 minutos. Después de este tiempo se realiza un temple hasta 100 °C manteniendo esta temperatura durante 20 minutos para retener la fase madre. Finalmente el material se deja enfriar hasta la temperatura ambiente. Figura 3.4.

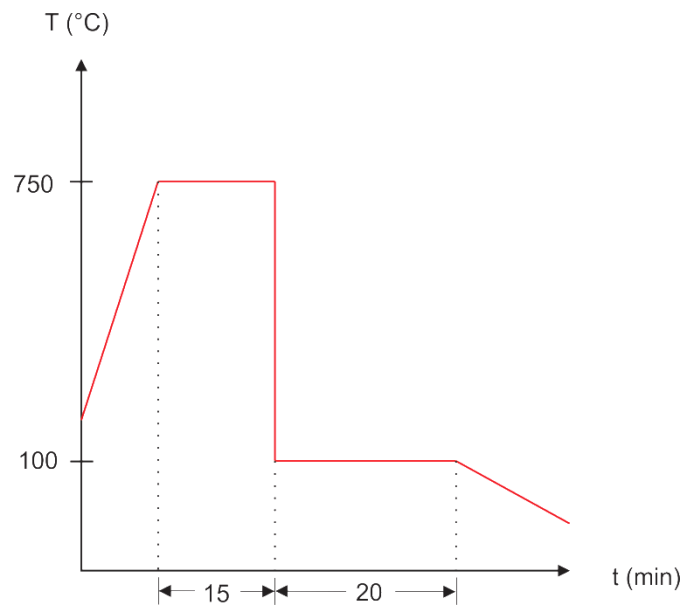


Figura 3.4 Tratamiento térmico (Betatizado) realizado a las muestras estudiadas.

### 3.5. Preparación de las muestras

Para la realización de pruebas se prepararon dos muestras una monocristalina y una policristalina. Ambas muestras se cortaron con un espesor de alrededor de 1 mm con el fin de estudiar el problema plano. En la Figura 3.5 se muestra el equipo automático de precisión Accutum-5 utilizado para realizar el corte anterior en cada probeta. Se manejó una recirculación de líquido de enfriado a un flujo de 800 ml/min y una velocidad de corte constante de 0.025 mm/s. En la Figura 3.6 se presentan las dimensiones finales de las muestras.



Figura 3.5. Cortadora automática Accutom-5 UPV.

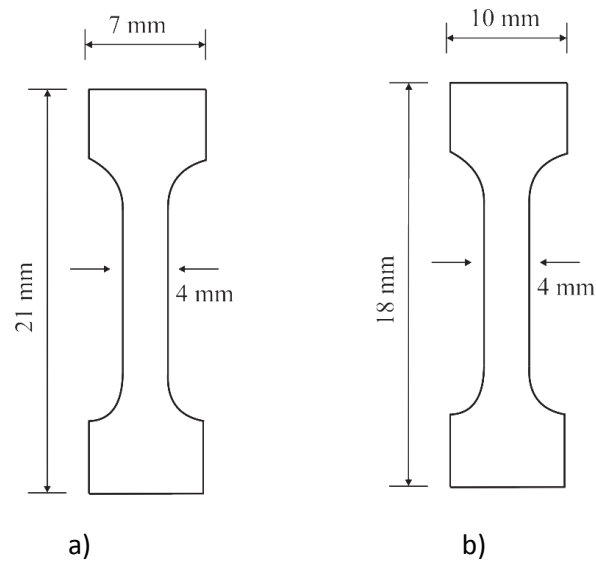


Figura 3.6. Geometría de las muestras. a) Monocristal para prueba de tensión. b) Policristal para prueba de tensión y flexión.

### 3.6 Electron Backscatter Diffraction (EBSD) y medición de orientaciones cristalinas

#### 3.6.1. EBSD

La técnica de difracción de electrones retrodispersados (Electron Backscatter Diffraction -*EBSD*) sirve para obtener la orientación cristalina de un cristal con respecto a la dirección de la muestra. Para medir la orientación cristalina, dentro de un microscopio electrónico de barrido un haz de electrones es direccionado hacia la muestra, la cual debe estar inclinada  $70^\circ$  respecto a éste para que cumpla con la ley de Bragg como se muestra en la Figura 3.8 a. Al cumplir con dicha ley una parte del haz de electrones es difractado y capturado en una pantalla donde se forman las líneas de Kikuchi Figura 3.8 b.

Los diagramas de Kikuchi dan la información sobre la orientación cristalina debido a que representan planos y direcciones del cristal estudiado. El siguiente paso es lo que se conoce como indexación, que es la asignación de direcciones y planos reales a dichos diagramas. En la Figura 3.9 se muestran dos casos de la orientación cristalina de un mismo cristal con los diagramas de Kikuchi indexados y su representación de esferas.

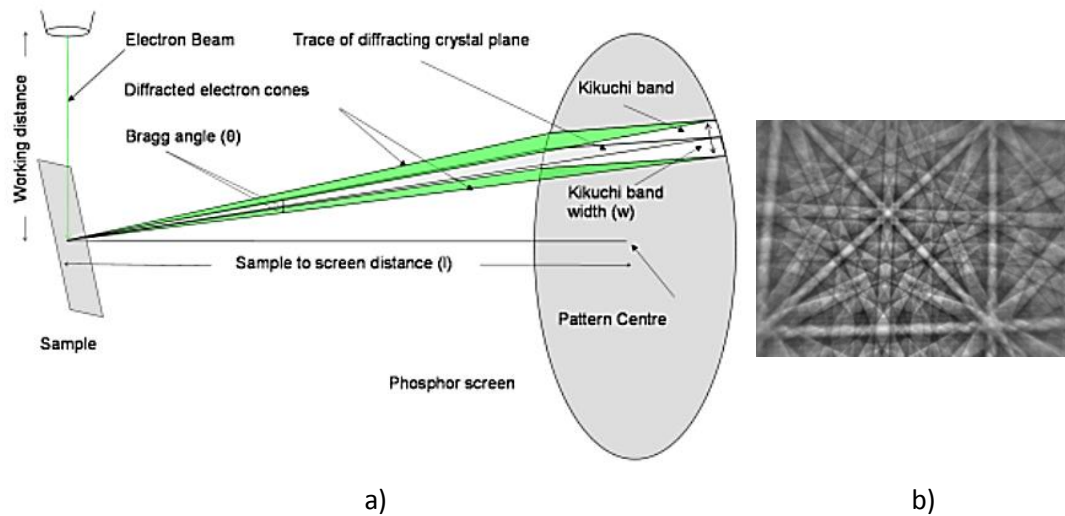


Figura 3.7. Principio de funcionamiento del EBSD. a) Representación de la difracción de electrones en una muestra. b) Ejemplo de diagrama de Kikuchi para una muestra de níquel a un voltaje de aceleración de 20 KV.

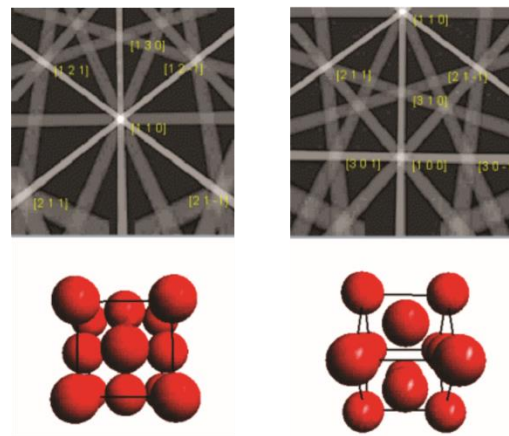


Figura 3.8. Orientación cristalina de una celda CCC con diagramas de Kikuchi y su relación con la representación de esferas.

Los avances en esta técnica van cada día en aumento de tal manera que hoy en día un estudio de EBSD puede dar resultados tales como: Orientación cristalina, misorientación, tamaño de grano, textura global, textura local, caracterizaciones de fronteras de grano, e incluso orientaciones en 3D. En la Figura 3.9 se muestra un esquema general del funcionamiento y elementos utilizados en esta técnica.

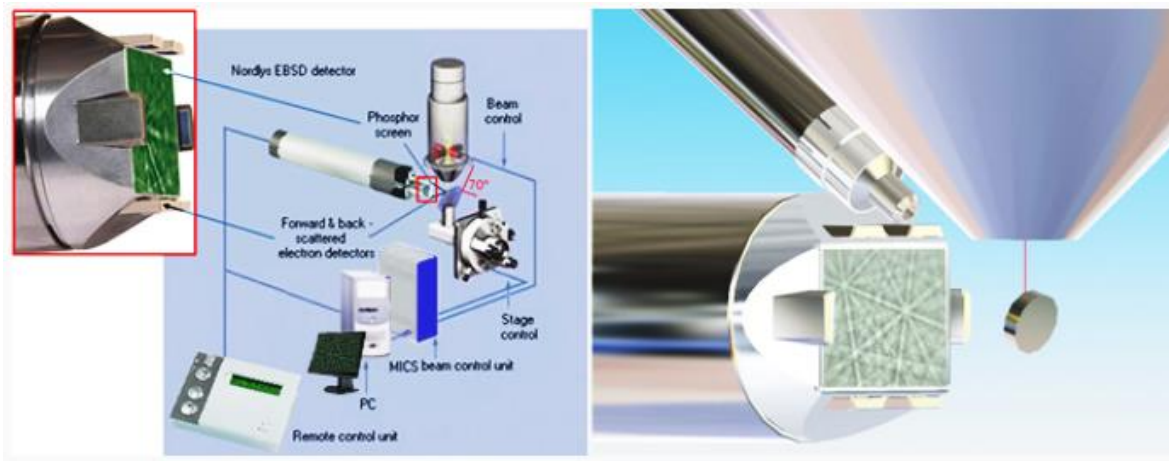
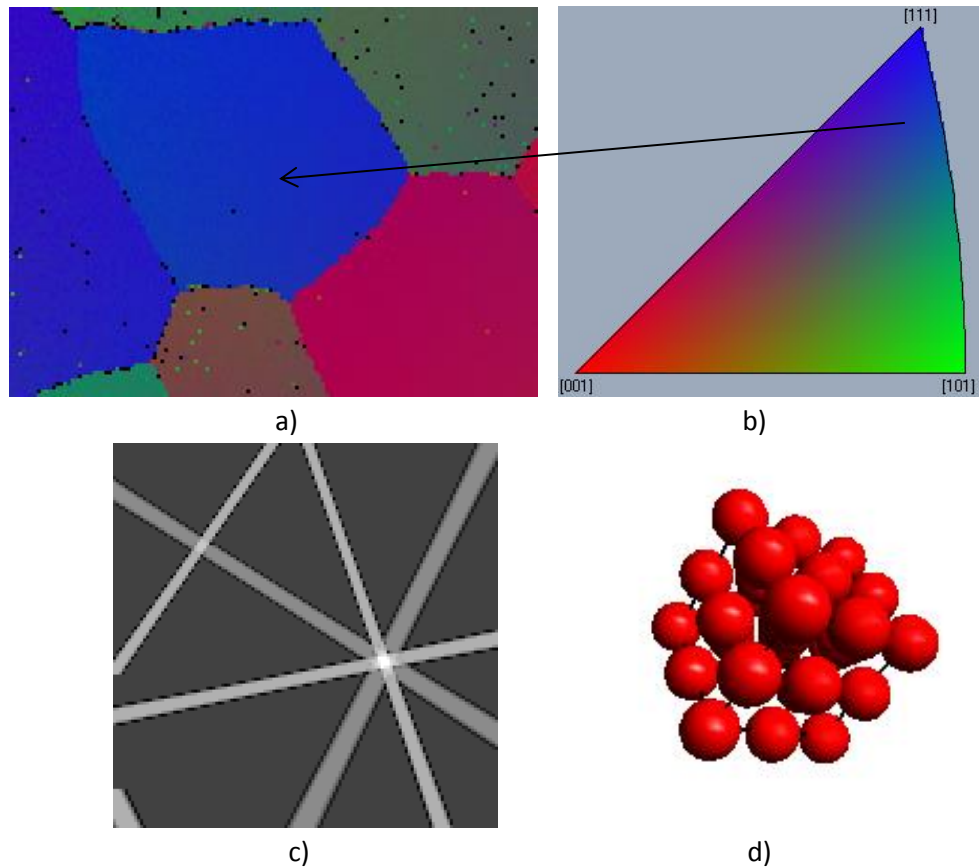


Figura 3.9. Diagrama esquemático de los elementos de la técnica EBSD.

Es importante mencionar que a pesar de que los diagramas de Kikuchi proporcionan la orientación del cristal, existen hoy en día diferentes representaciones de la misma para facilitar su análisis. En la Figura 3.10 se muestra la orientación cristalina de un grano en un policristal cuya orientación cristalina es  $\{8\ 11\ 12\} \langle 17\ 4\ -15 \rangle$  en diferentes representaciones.



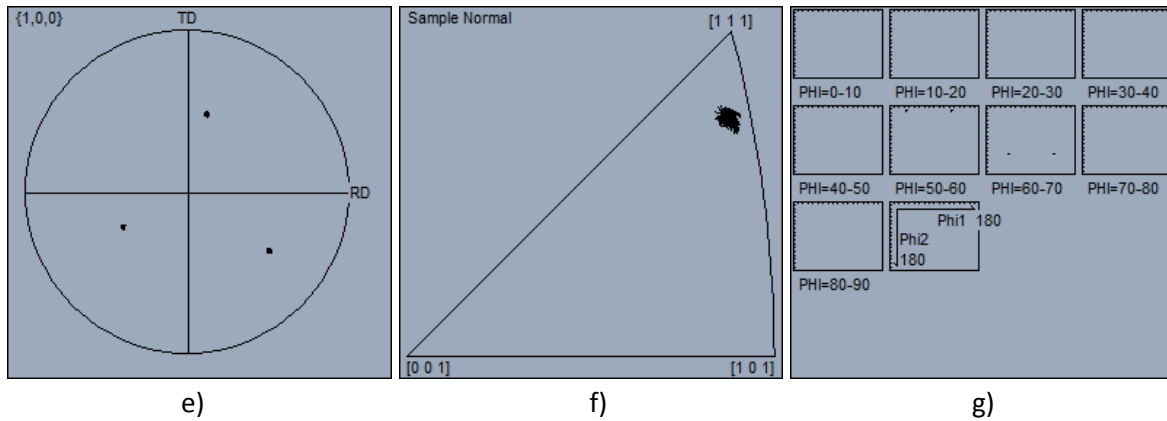


Figura 3.10. Orientación cristalina de un grano en un policristal. a) Grano analizado. b) Diagrama inverso de polos llave de colores. c) Diagrama de Kikuchi. d) Modelo de esferas. e) Figura de polos. f) Figura inversa de polos. g) Ángulos de Euler.

Sin embargo, para el presente estudio es de suma importancia el tensor de orientaciones, el cual se representa como sigue:

$$T_{X_o \rightarrow X_c} = \begin{pmatrix} RD_1 & TD_1 & SN_1 \\ RD_2 & TD_2 & SN_2 \\ RD_3 & TD_3 & SN_3 \end{pmatrix} \quad 3.2$$

Como puede observarse este tensor nos permite pasar de la base de observación a la base canónica. Donde la base canónica es la de la celda unitaria y la base de observación por convención se representa con la dirección de rolado (RD), dirección transversal (TD) y dirección normal (SN) como se muestra en la Figura 3.11.

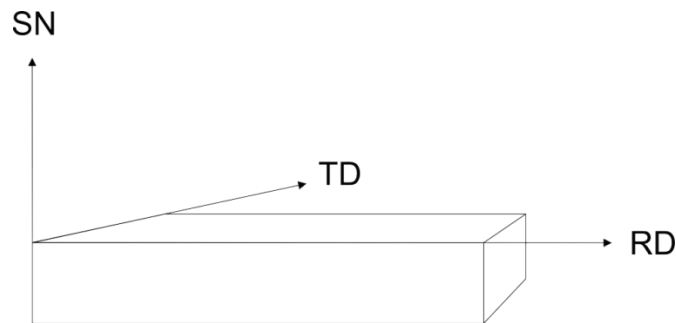


Figura 3.11. Sistema de referencia para mediciones de EBSD.

Este tensor se obtiene a partir de los índices de Miller  $P = \{h \ k \ l\}$ ,  $D = \langle u \ v \ w \rangle$ ,  $T = \langle x \ y \ z \rangle$  o los ángulos de Euler  $\varphi_1$ ,  $\phi$  y  $\varphi_2$  como sigue:

$$RD_i = \frac{D_i}{|D|} \quad 3.3$$

$$TD_i = \frac{T_i}{|T|} \quad 3.4$$

$$SN_i = \frac{P_i}{|P|} \quad 3.5$$

$$T_{x_o \rightarrow x_c} = Rz2. Rx. Rz1$$

$$= \begin{pmatrix} \cos[\varphi_1]\cos[\varphi_2] - 1. \cos[\phi]\sin[\varphi_1]\sin[\varphi_2] & \cos[\varphi_2]\sin[\varphi_1] + \cos[\phi]\cos[\varphi_1]\sin[\varphi_2] & \sin[\phi]\sin[\varphi_2] \\ -1. \cos[\phi]\cos[\varphi_2]\sin[\varphi_1] - 1. \cos[\varphi_1]\sin[\varphi_2] & \cos[\phi]\cos[\varphi_1]\cos[\varphi_2] - 1. \sin[\varphi_1]\sin[\varphi_2] & \cos[\varphi_2]\sin[\phi] \\ \sin[\phi]\sin[\varphi_1] & -1. \cos[\varphi_1]\sin[\phi] & \cos[\phi] \end{pmatrix} \quad 3.6$$

### 3.6.2. Medición de orientaciones cristalinas.

La medición de la orientación cristalina de los granos estudiados se realizó en el laboratorio de microscopia de la UPV. Figura 3.12.



Figura 3.12. SEM JSM-6300 con EBSD. UPV.

El software utilizado por el equipo es el INCA de Oxford, el cual contiene una librería de las principales aleaciones a analizar. Debido a que el Cu-Al-Be no está dentro de esa base de datos fue necesario dar de alta la aleación. Los datos adicionados a este software para el Cu-Al-Be son:  $DO_3$  bcc,  $a_0 = 5.82$  Ångström y grupo espacial  $Fm\bar{3}m$  (225) [60] ver Figura 3.14. Como puede observarse sólo se agregó el Cu-Al debido a que en la aleación usada se tiene un 0.5% de Be solamente. Dicha fase mostró buenos resultados al momento de la medición de las orientaciones cristalinas en el monocristal y policristal estudiados.



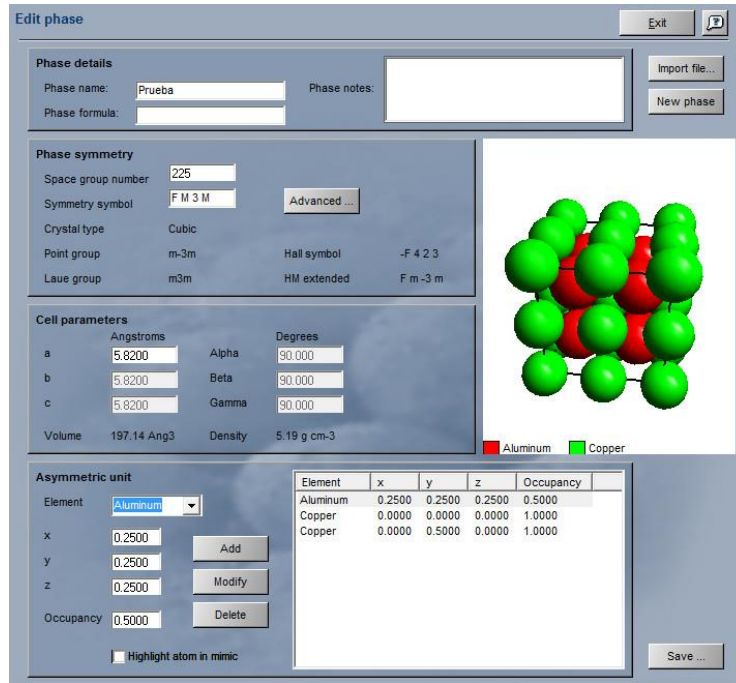


Figura 3.13. Definición de la fase Beta en Cu-Al-Be en software INCA de equipo EBSD.

### 3.6.3. Preparación de las muestras

Como se sabe la técnica de *EBSD* adquiere información de los primeros 5-50 nm de la red cristalina [61]. Debido a que es una técnica superficial una de las partes esenciales para tener una adecuada medición es la preparación de las muestras a estudiar. Existen dos métodos de preparación de una probeta para *EBSD* bien establecidos, electropulido y pulido mecánico. Muchos autores utilizan electropulido para evitar deformaciones excesivas en la superficie que pudieran alterar las mediciones.

En el presente estudio las muestras medidas fueron preparadas con pulido mecánico en base a las tablas propuestas por Struers [61] para el cobre puro. Dicha metodología propuesta por el fabricante fue ajustada al Cu-Al-Be como se muestra en la Tabla 3.2. Como puede observarse durante el proceso de preparación de las muestras la fuerza máxima fue de 180 N. De acuerdo a la ecuación:

$$\sigma_c = \frac{\partial \sigma}{\partial T} (T - M_s) \quad 3.7$$

$$\frac{\partial \sigma}{\partial T} = 1.97 \frac{MPa}{^\circ C} [8], T = 25^\circ C \quad 3.8$$

y considerando las temperaturas de transformación de los materiales usados se pueden calcular los esfuerzos aplicados en cada caso. Por ejemplo, para el caso del policristal el esfuerzo crítico es de 88.7 MPa considerando una temperatura ambiente de 25 °C. Así mismo considerando sólo su sección central (11 x 4 mm) el esfuerzo aplicado es de alrededor de los 4 MPa. Como puede observarse el esfuerzo aplicado está muy por debajo del esfuerzo necesario para inducir la transformación, por lo que el método de preparación realizado es adecuado.

Tabla 3.2 Procedimiento de preparación para EBSD utilizado para el Cu-Al-Be.

Cu-Al-Be				
Paso	1	2	3	4
Superficie	Lija 220 o 320	MD-Largo	MD-Mol o MD-Dac	OP-Chem
Suspensión	No aplica	Diamante 9 $\mu$	Diamante 3 $\mu$	OP-S*
Lubricante	Agua	No aplica	No aplica	No aplica
Rpm	300	150	150	150
Fuerza (N)	180	180	150	90
Tiempo (min)	Lo necesario	4	3	1-2

\* 4.5 ml, 2 gotas de amoniaco, dos gotas de peróxido.

En la Figura 3.15 se muestra el aspecto final del monocristal después de haber aplicado el procedimiento anterior.

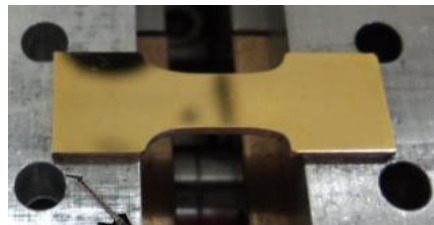


Figura 3.14. Muestra monocristalina después de su preparación.

### 3.7. Pruebas realizadas

Las pruebas de tensión se realizaron en un equipo Deben-Gatan microtest de la UPV. Dicho equipo cuenta con una celda de carga de 2KN, así como la posibilidad de aplicar tensión o compresión. Cuenta con un software de adquisición de datos con interfaz a la computadora, con el que es posible variar velocidades de prueba y detener la misma en cualquier punto. Figura 3.16.

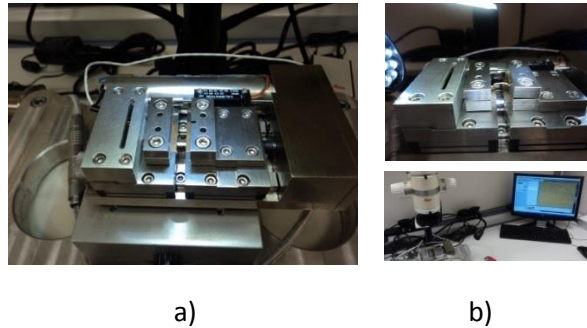


Figura 3.15. a) Equipment Deben-Gatan microtest. b) Muestra montada en equipo con interfase a la computadora.

Este equipo fue adaptado a un microscopio Leica, con luces y movimiento independientes. Figura 3.17.

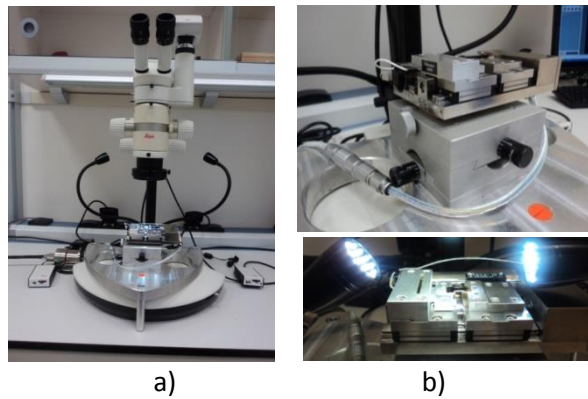


Figura 3.16. a) Equipo adaptado a microscopio. b) sistema de movimiento c) Sistema de iluminación independiente.

Por su parte, las pruebas de flexión fueron realizadas con un equipo manual tipo prensa y las micrografías fueron tomadas en el mismo microscopio utilizado para las pruebas de tensión.

### 3.8. Software para adquisición de puntos en micrografías

Como se mencionó en capítulos anteriores el modelo de Cortés-Pérez [24] permite la distorsión de cualquier marca testigo sobre la superficie de observación. En el presente trabajo se distorsionan de manera teórica algunas fronteras de grano de la muestra policristalina. Para realizar lo anterior se utilizó un software desarrollado por Estrada M. con lab-view [62], el cual permite realizar:

- Manipulación de micrográficas
- Adquisición de puntos que definen la frontera de grano.
- Block de notas con nombre, número de puntos y salida en formato Mathematica.
- Gráfica de granos juntos o aislados en cualquier parte de la muestra.
- Comparación de puntos de una imagen antes y después de ser deformadas.
- Obtención de campos de desplazamiento sin ajustar.

En la Figura 3.18 se muestra la presentación del software y su aplicación en uno de los granos estudiados.

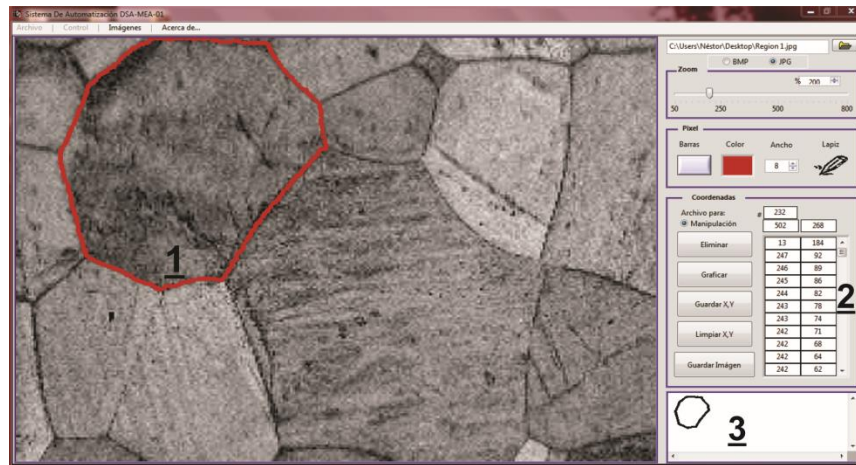


Figura 3.17. Imagen previamente adquirida e insertada en software desarrollado por Estrada M. [62]. 1) Puntos marcados en frontera de grano. 2) Coordenadas de los puntos. 3) Gráfica de grano.

## Capítulo

### 4. Análisis de resultados y discusión

## 4.1 Resultados y análisis

### 4.1.1 Caso monocristalino

Para corroborar la capacidad de predicción de las *VMs* formadas en monocristales durante la *TMIE* utilizando el máximo *FS*, los diagramas de transformación y la proyección de los planos de hábito en el sistema de observación se estudiaron 3 monocristales, el monocristal (M) y 2 reportados por Kaouache [63] ( $M_1$ ,  $M_2$ ). En la Figura 4.1 se muestra la parte central de la muestra M y sus extremos derecho e izquierdo. La fuerza aplicada va en la dirección horizontal de las fotografías. Como puede observarse en la sección central se forma una sola *VM*, lo cual es acorde con lo reportado en investigaciones previas para el caso monocristalino. Sin embargo como puede observarse, en los extremos se forman variantes adicionales 2 del lado izquierdo y 1 del lado derecho, debido al cambio de geometría de la probeta sometida a tensión.

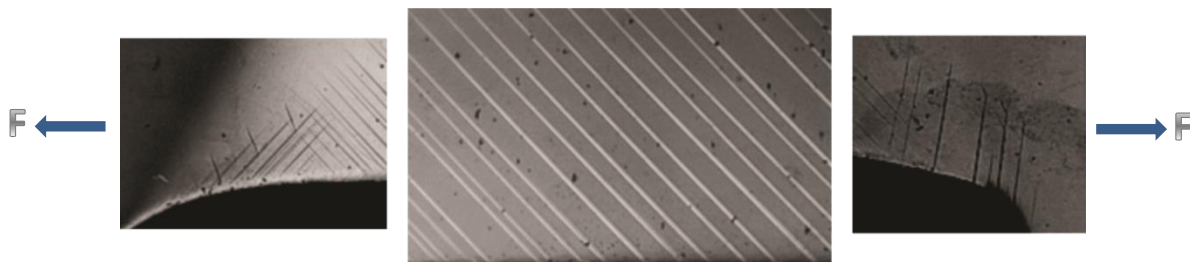


Figura 4.1 *VMs* formadas en lado izquierdo, sección central y lado derecho en prueba a tensión simple.

En las Figura 4.2 y Figura 4.3 se muestran los monocristales  $M_1$  y  $M_2$  con sus respectivas *VMs* formadas. En estos casos debido a que la geometría de las probetas utilizadas son rectangulares la *TM* progresa en mayor forma en los extremos, de hecho en el monocristal  $M_2$  sólo se forman *VMs* en el lado derecho de la muestra. En ambos casos el eje de aplicación de la fuerza de tensión es también coincidente con el eje horizontal de las micrografías.



Figura 4.2. *VMs* formadas en el  $M_1$  sometido a tensión simple, en lado izquierdo, sección central y lado derecho Kaouache [63].

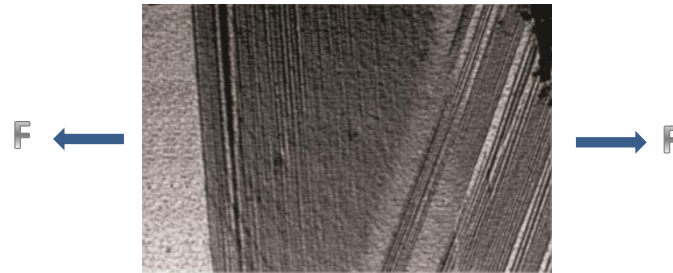


Figura 4.3. VMs formadas en  $M_2$  sometido a tensión simple en lado derecho de la muestra Kaouache [63].

Utilizando la orientación cristalina, ver Tabla 4.1, se calcularon los  $FS$ s para las 24 VMs en cada monocristal usando la Ecuación 2.24. En la Tabla 4.2 se presentan los valores de  $FS$  para cada monocristal estudiado. Para obtener estos valores se utilizaron los sistemas de transformación correspondientes para el Cu-Al-Be mencionados en el capítulo 2. Los valores están agrupados de mayor a menor valor y son redondeados a 2 cifras significativas. Cabe destacar que en  $M_1$  los valores de  $FS$  son iguales por pares; es decir, el primero es igual al segundo, el tercero es igual al cuarto, etc. para notar esto en la tabla se remarcan las VMs de los dos primeros.

Tabla 4.1 Orientación cristalina de los monocristales estudiados.

Monocristal	Dirección de rolado	Plano de rolado
M	$\langle -0.96 \quad -0.25 \quad -0.03 \rangle$	$\{-0.25 \quad 0.96 \quad -0.06\}$
$M_1$ Kaouache [63].	$\langle 0.98 \quad 0.00 \quad -0.19 \rangle$	$\{0.08 \quad 0.90 \quad 0.42\}$
$M_2$ Kaouache [63].	$\langle 0.01 \quad -0.02 \quad -0.99 \rangle$	$\{0.24 \quad 0.96 \quad -0.01\}$

Por otro lado en la Figura 4.4 se muestran las gráficas de las 24 posibles VMs sobre la micrografía de la sección central del monocristal (M), acorde al cambio de base del plano de hábito. Como puede observarse en la misma figura la gráfica de la variante con máximo  $FS$  es coincidente con la VM real formada, pero como se mencionó anteriormente, en este monocristal se formaron 4 VMs. En la Tabla 4.3 se muestra la comparación de las 4 variantes con  $FS$ s más grandes (8, 13, 20 y 18). Como puede observarse estas VMs graficadas son coincidentes con las VMs reales formadas. En la misma tabla es presentado el diagrama de transformación de M, en él se puede ver que las VMs formadas son las que presentan mínima energía para transformar. Todo lo anterior indica que el  $FS$  es válido incluso para las variantes siguientes y no solo el máximo.

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

Tabla 4.2  $F_{ss}$  para las 24 posibles VMs en los 3 monocristales estudiados.

Orden max min	M		M1		M2	
	$F_S$	VM	$F_S$	VM	$F_S$	VM
1.	0.52	8	<b>0.52</b>	23	0.50	14
2.	0.51	13	<b>0.52</b>	18	0.50	11
3.	0.46	20	0.48	15	0.50	5
4.	0.45	18	0.48	13	0.50	9
5.	0.41	6	0.44	21	0.49	3
6.	0.41	21	0.44	20	0.49	16
7.	0.41	15	0.44	8	0.49	1
8.	0.39	23	0.44	6	0.49	7
9.	0.10	12	0.07	11	0.02	22
10.	0.10	2	0.07	3	0.02	17
11.	0.00	10	0.006	10	0.02	23
12.	0.00	9	0.00	2	0.02	18
13.	0.00	4	0.00	9	0.01	20
14.	-0.01	1	0.00	1	0.01	21
15.	-0.01	3	-0.00	12	0.01	19
16.	-0.02	11	-0.00	4	0.01	24
17.	-0.37	17	-0.41	16	-0.46	10
18.	-0.38	19	-0.41	14	-0.46	12
19.	-0.42	5	-0.45	22	-0.47	15
20.	-0.43	22	-0.45	19	-0.47	13
21.	-0.43	24	-0.45	24	-0.47	8
22.	-0.43	16	-0.45	17	-0.47	6
23.	-0.44	7	-0.45	7	-0.47	2
24.	-0.44	14	-0.45	5	-0.47	4

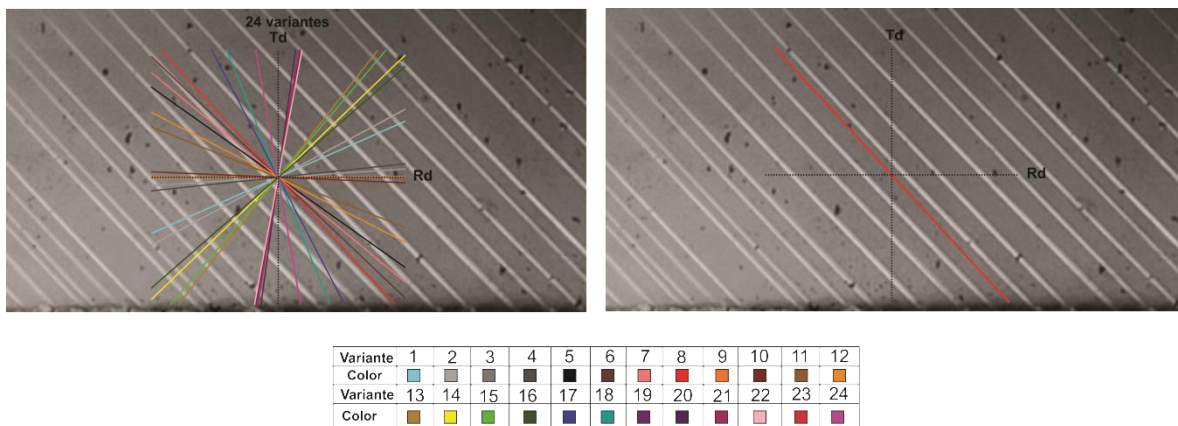


Figura 4.4 Comparación de VMs calculadas y VM real formada en la sección central de M. a) 24 VMs. b) VM con máximo  $F_S$ . c) Código de colores



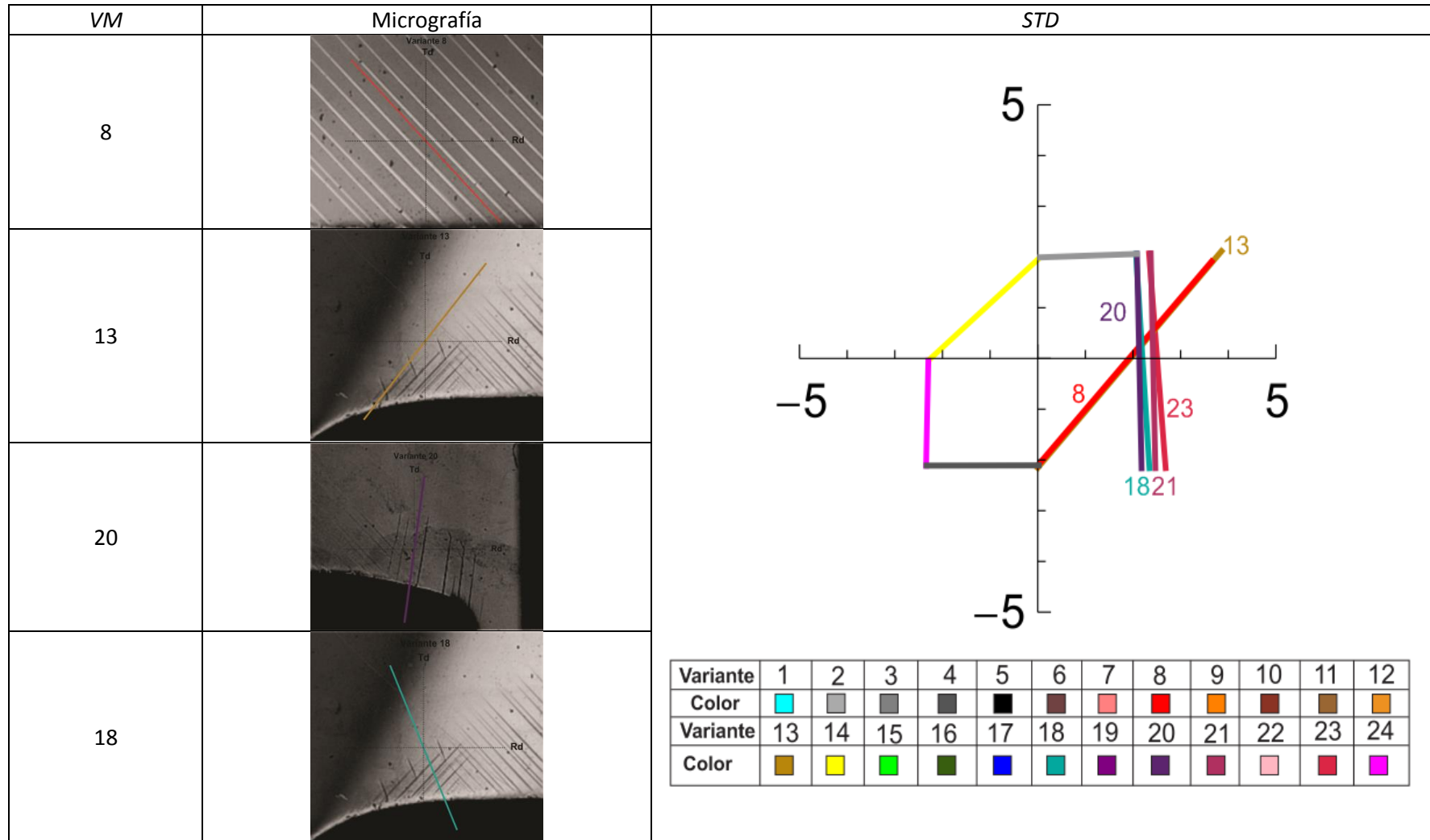
Este mismo procedimiento es realizado para los monocristales reportados por Kaouache [63]. En el monocristal  $M_1$  se forman 2 *VMs* en diferentes secciones de la muestra, nuevamente ambos valores máximos presentan consistencia con los resultados ver Tabla 4.4. Finalmente en la Tabla 4.5 se muestra el caso del monocristal  $M_2$ . Como puede observarse en esta ocasión la *VM* con máximo *FS* no es formada. De hecho se forman las *VMs* con segundo valor más grande (*VM11*) y la variante con quinta posición (*VM3*). Esto puede ser explicado tomando en cuenta que el *FS* es prácticamente el mismo (0.5) para las *VMs* (14, 11, 5, 9, 3, 16, 1 y 7) por lo que existen varias *VMs* que pudieran llegar a formarse con un ligero cambio en el estado de esfuerzos. Lo anterior también puede ser visto en el respectivo diagrama de transformación presentado en la misma tabla.

De acuerdo con la Tabla 4.3, Tabla 4.4 y Tabla 4.5 los máximos *FSs* y los diagramas de transformación son consistentes con las *VMs* formadas en pruebas a tensión en monocristales. También puede observarse que existen orientaciones cristalinas en las que las variantes con valores máximos de *FS* tengan valores muy cercanos que aparentemente inhiben a la *VM* de máximo *FS*. Finalmente puede observarse que las doce últimas *VM* presentadas en la Tabla 4.2 implican valores muy pequeños o negativos en el *FS*, éstos por tanto son descartados debido a que eso implicaría la aplicación de la fuerza en sentido opuesto al aplicado experimentalmente.

Cabe mencionar que las gráficas de los planos de hábito en el sistema de observación son consistentes con los resultados en el caso de muestras monocristalinas y ellos serán de gran utilidad para poder analizar que variantes se formaran en muestras policristalinas.

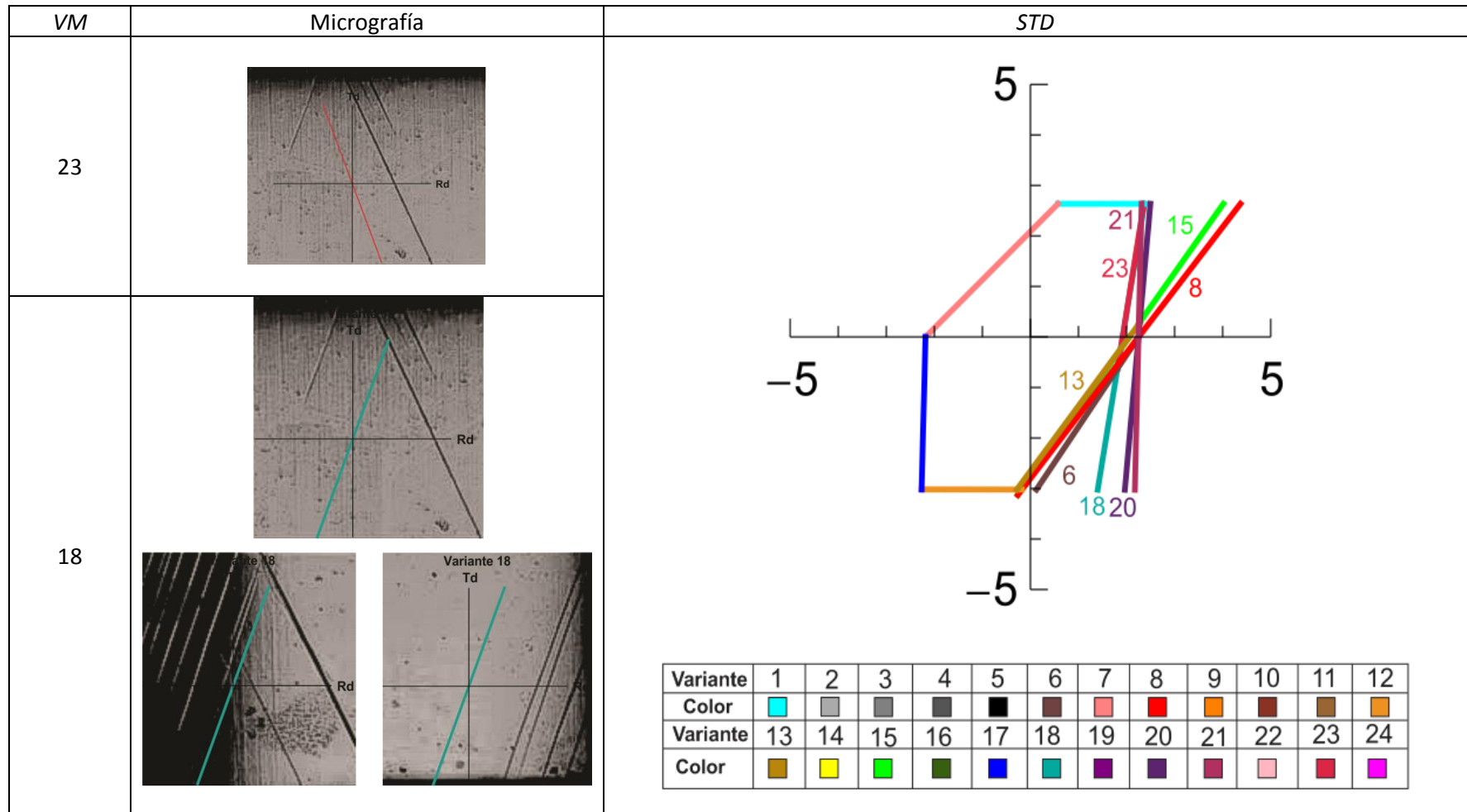
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

Tabla 4.3. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M. Variantes ubicadas en diagrama de transformación.



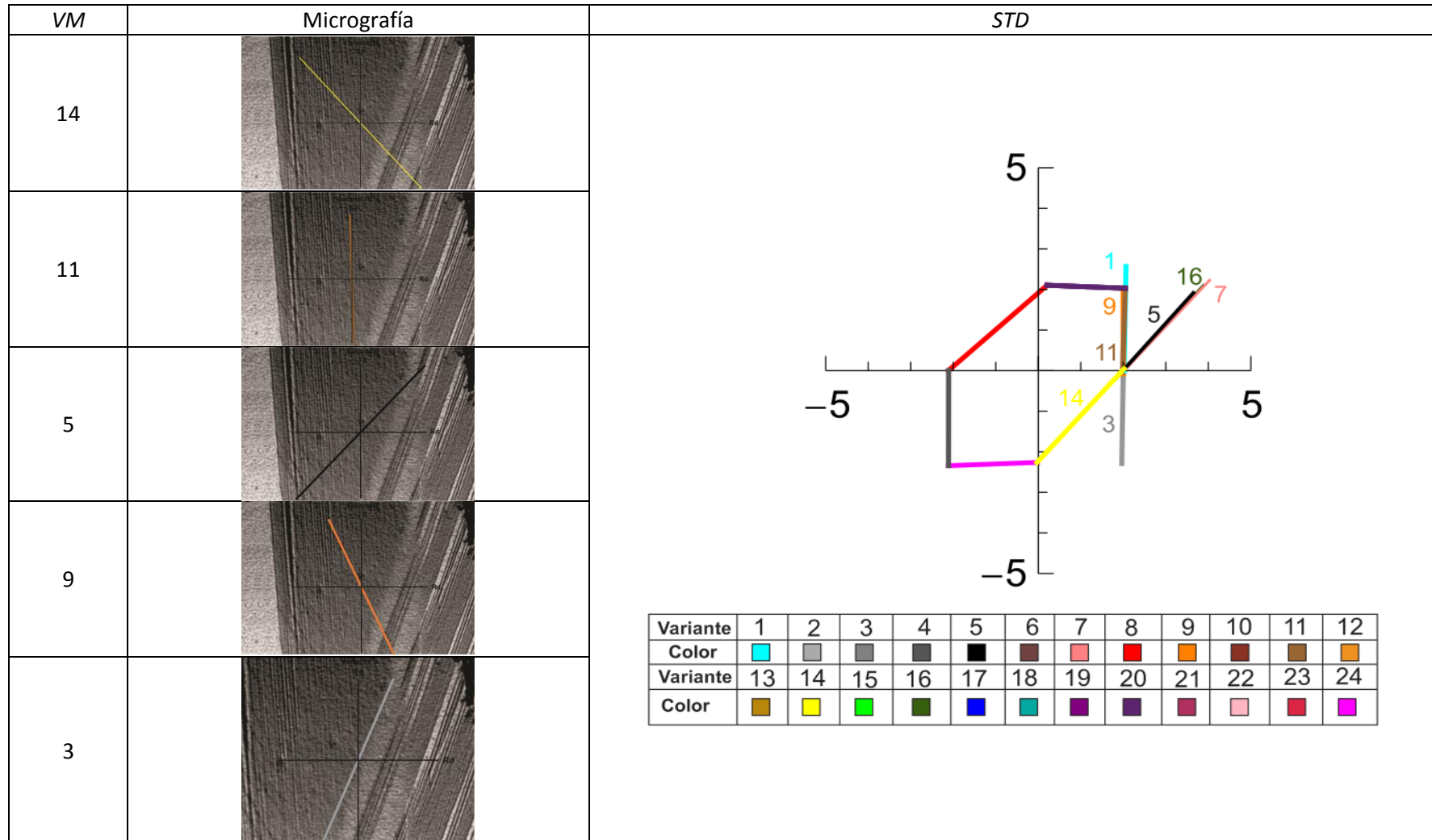
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

Tabla 4.4. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M1. Variantes ubicadas en diagrama de transformación.



Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

Tabla 4.5. Comparación de gráficas de las 4 VMs con más grande valor de FS y VMs reales formadas en M2. Variantes ubicadas en diagrama de transformación.



#### 4.1.2 Caso policristalino

Como pudo observarse el *FS* y los *STDs* son válidos para los monocristales estudiados. A pesar de ello ambos no deberían ser válidos en el caso policristalino debido a que se presentan interacciones intergranulares. Algunas de las razones de lo anterior, es que cada grano tiene diferente orientación cristalina, diferente geometría y un buen número de granos vecinos.

Para probar lo anterior, se realizó el mismo análisis hecho para los monocristales considerando únicamente el máximo *FS* de algunos granos de 3 muestras, una fabricada en el presente trabajo (P) y otras 2 estudiadas por Kaouache [63] (P<sub>1</sub> y P<sub>2</sub>). Para la muestra P se midieron las orientaciones cristalinas de 129 granos. Las mediciones fueron realizadas después del primer ciclo de carga, debido a que se ha reportado que las *VMs* presentadas en este ciclo difieren de las posteriores. Al igual que el monocristal se realizó una prueba de tensión simple para observar la *TMIE*. Dado que para aplicar la metodología de la sección anterior es necesario tener la orientación cristalina y la *TM* a la vez en cada grano, se seleccionaron los que tuvieran ambas condiciones. Los granos analizados se muestran encerrados en círculos en la Figura 4.5a, mientras que en la Figura 4.5b se aprecia la típica *TMIE* en la sección central de la muestra para un esfuerzo por encima del esfuerzo crítico ( $\sigma_c$ ). Como puede observarse algunas *VMs* tiene un ángulo similar respecto a la dirección de rolado; a pesar de ello, esto no indica que sean las mismas *VMs* formadas.

Las orientaciones cristalinas de los granos seleccionados en la muestra P se presentan en la Tabla 4.6, mientras que las de los granos en los policristales estudiados por Kaouache [63] son mostrados en la Tabla 4.7. Para el grano C1 se utilizó la orientación modificada de acuerdo a lo reportado por Cortés-Pérez [64]. En las Tabla 4.8 y Tabla 4.9 se muestra el número de *VMs* formadas por grano, la coincidencia entre el *FS*, su valor y las *VMs* formadas para todos los granos estudiados. Es importante resaltar que las *VMs* calculadas que tienen menos de 10° con respecto a la formada se consideran como coincidentes, lo anterior debido a algún posible desalineamiento en la prueba de tensión; así como, en la medición de las orientaciones bajo la técnica de *EBSD*.

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

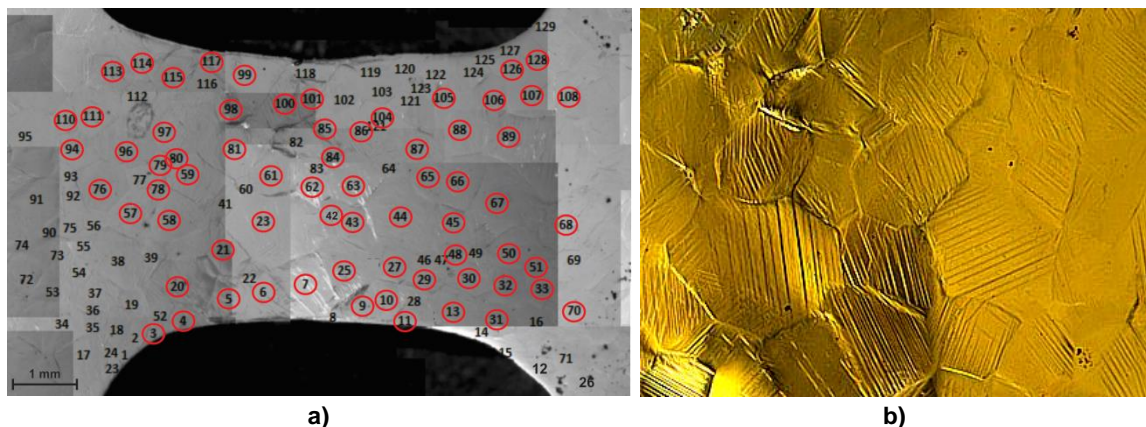


Figura 4.5. Granos estudiados en muestra P. a) Granos con transformación y orientación cristalina. b) TMIE en sección central de la muestra P.

Tabla 4.6. Orientación cristalina de los granos estudiados en la muestra P.

Grano	Dirección de rolado	Plano de rolado	Grano	Dirección de rolado	Plano de rolado
3	<0.79 0.59 -0.13>	{0.48 -0.48 0.72}	67	<-0.35 -0.08 0.93>	{-0.04 0.99 0.07}
4	<0.79 0.55 0.22>	{-0.16 -0.16 0.97}	68	<-0.48 -0.79 -0.35>	{-0.59 0 0.80}
5	<-0.80 0.57 -0.17>	{0.51 0.51 -0.68}	70	<0.98 0.14 -0.007>	{0 0.04 0.99}
6	<-0.70 -0.67 0.23>	{-0.67 0.52 -0.52}	76	<-0.46 -0.85 -0.23>	{0.88 -0.41 -0.23}
7	<0.55 0.66 -0.48>	{0.82 -0.52 0.22}	78	<0.99 -0.02 0.11>	{0 0.98 0.19}
9	<0.79 0.58 0.17>	{0.04 -0.34 0.93}	79	<0.39 -0.62 -0.67>	{0.63 -0.34 0.69}
10	<-0.03 -0.60 0.79>	{0.17 0.77 0.59}	80	<0.89 0.05 0.43>	{0.18 0.85 -0.48}
11	<-0.46 -0.75 0.45>	{0.33 0.33 0.88}	81	<-0.29 0.95 0.04>	{0.06 0.06 -0.99}
13	<-0.97 0.01 0.21>	{-0.05 0.93 -0.35}	84	<0.062 0.93 0.35>	{0.25 0.32 -0.90}
20	<-0.71 -0.69 0.10>	{0.44 -0.33 0.83}	85	<0.85 -0.23 0.45>	{-0.06 0.83 0.55}
21	<0.86 0.45 -0.21>	{-0.07 0.53 0.84}	86	<-0.97 -0.16 -0.12>	{-0.05 0.77 -0.62}
23	<-0.45 -0.06 0.88>	{0.04 0.99 0.09}	87	<0.006 -0.87 -0.48>	{0.62 -0.37 0.68}
25	<0.91 -0.39 0.08>	{0.07 0.35 0.93}	88	<-0.21 0.81 -0.54>	{0.80 -0.17 -0.57}
27	<0.15 -0.98 -0.07>	{0.44 0 0.89}	89	<0.46 0.23 0.85>	{0.57 0.65 -0.49}
29	<-0.86 -0.45 0.21>	{0 -0.42 -0.90}	94	<0.88 -0.22 -0.41>	{0.40 -0.10 0.90}
30	<0.02 -0.98 -0.15>	{0.74 -0.08 0.66}	96	<0.86 0.37 -0.34>	{0.39 -0.91 0}
31	<0.09 -0.99 -0.02>	{0.92 0.07 0.38}	97	<-0.72 0.11 0.68>	{0.15 0.98 0}
32	<0.90 0.41 -0.03>	{-0.41 0.90 0.08}	98	<0.01 -0.68 0.72>	{0.34 0.68 0.63}
33	<0.97 0.14 0.15>	{-0.16 0.98 0.08}	99	<-0.82 -0.56 -0.05>	{-0.45 0.71 -0.52}
42	<0.19 0.89 -0.39>	{0.10 -0.42 -0.89}	100	<-0.06 0.99 0.01>	{0.61 0.05 -0.78}
43	<-0.42 0.38 0.81>	{0.10 0.91 -0.37}	101	<-0.75 0.32 -0.56>	{0.57 -0.08 -0.81}
44	<-0.73 0.33 -0.58>	{0.45 -0.39 -0.79}	104	<-0.71 0.42 0.55>	{0.53 0.83 0.05}
45	<0.70 0.34 0.62>	{-0.38 0.92 -0.07}	105	<-0.79 -0.57 0.21>	{-0.12 -0.19 -0.97}
48	<-0.21 0.95 -0.18>	{0.48 -0.05 -0.87}	106	<-0.55 -0.70 0.43>	{0.61 0 0.78}
50	<0.22 -0.83 0.50>	{0.24 0.54 0.79}	107	<-0.40 -0.51 0.75>	{-0.28 0.85 0.42}
51	<-0.81 0.34 -0.45>	{0.53 0.15 -0.83}	108	<-0.52 0.63 -0.56>	{0.51 -0.29 -0.80}
57	<0.93 0.30 -0.19>	{0.35 -0.61 0.70}	110	<-0.79 -0.60 -0.01>	{0.54 -0.71 -0.43}
58	<0.52 0.80 0.28>	{0 0.33 -0.94}	111	<-0.92 -0.37 0.03>	{0.18 -0.36 0.91}
59	<0.96 0.27 0.01>	{0.16 -0.60 0.77}	113	<-0.49 -0.65 0.56>	{0.45 0.36 0.81}
61	<0.05 0.99 0.01>	{0.28 0 -0.95}	114	<-0.69 -0.67 0.26>	{-0.43 0.68 0.58}
62	<0.70 -0.12 -0.69>	{0.57 -0.47 0.66}	115	<0.66 0.10 0.74>	{0.29 0.87 -0.38}
63	<0.15 0.97 -0.15>	{0.78 -0.21 -0.57}	117	<0.80 0.51 -0.29>	{0.59 -0.69 0.39}
65	<0.71 0.63 0.28>	{0 0.40 -0.91}	126	<0.80 0.59 -0.05>	{0.46 -0.57 0.67}
66	<0.31 -0.27 -0.90>	{0.81 -0.40 0.40}	128	<-0.63 0.44 -0.62>	{0.76 0.30 -0.56}

Tabla 4.7 Orientaciones cristalinicas de granos de muestras policristalinas reportadas por Kaouache [37].

Muestra	Grano	Dirección de rolado	Plano de rolado
P1	1 (A1)	$\langle -0,55 \ 0,80 \ -0,19 \rangle$	$\{-0,18 \ 0,10 \ 0,97\}$
	2 (B1)	$\langle -0,89 \ 0,45 \ -0,03 \rangle$	$\{0,44 \ 0,83 \ -0,32\}$
	3* (C1)	$\langle 0,27 \ -0,94 \ -0,16 \rangle$	$\{-0,84 \ -0,13 \ -0,52\}$
P2	1 (A2)	$\langle -0,75 \ -0,05 \ 0,65 \rangle$	$\{0,26 \ 0,88 \ 0,38\}$

\* Orientación modificada de acuerdo a Cortés-Pérez [64]

Como puede observarse en las Tabla 4.8 y Tabla 4.9 el máximo *FS* no siempre se cumple. De los 72 granos analizados 42 cumplen con él, mientras que 30 no lo hacen. A diferencia de los monocristales de los 42 granos que si cumplen sólo 11 predicen todas las *VMs* formadas. Adicionalmente como puede apreciarse existen varias inconsistencias al utilizar el máximo *FS*. Por ejemplo, existen casos como el grano 42 donde se presenta coincidencia en la *VM* con tercer *FS* y no con el máximo. En otros casos a pesar de que se presentan las *VMs* con máximo valor también se presentan los terceros valores en lugar de los segundos. Adicionalmente en el grano 43 se presenta una sola *VM*, pero existen dos *VMs* calculadas que son coincidentes con una sola *VM* formada.

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

Tabla 4.8. Comparación de VMs formadas y calculadas utilizando el FS en muestra P.

Grano	VMs formadas	VMs con máximos valores de FS**				Valor de FS**				Coincidencia de VMs Formadas y calculadas				Coincidencia con el máximo FS	VMs predichas
		1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°		
3	I	13	8	2	12	0.42	0.39	0.29	0.26	13-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
4	I, II, III, IV	8	13	20	12	0.41	0.36	0.26	0.25	8-I	13-IV	-	12-III	Si	3 de 4
5	I, II	6	15	4	21	0.42	0.39	0.26	0.24	6-II	-	4-I	-	Si	<b>2 de 2</b>
6	I, II	13	2	8	12	0.34	0.32	0.30	0.28	13-I	-	-	-	Si	1 de 2
7	I, II, III	2	19	13	12	0.23	0.19	0.16	0.15	-	-	-	-	No	0 de 3
9	I	8	13	12	2	0.42	0.38	0.27	0.24	8-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
10	I, II, III	16	7	19	24	0.42	0.41	0.29	0.29	-	7-III	-	24-III	No	1 de 3
11	I	2	19	12	24	0.30	0.30	0.22	0.22	-	19-I	-	-	No	<b>1 de 1</b>
13	I, II	23	18	15	13	0.50	0.50	0.48	0.47	23-I	18-II	-	-	Si	<b>2 de 2</b>
20	I, II, III, IV	13	2	8	12	0.36	0.35	0.35	0.35	13-II	2-I	8-IV	12-II	Si	<b>4 de 4</b>
21	I, II	13	8	18	15	0.45	0.41	0.35	0.29	-	8-I	-	-	No	1 de 2
23	I, II, III, IV, V	3	11	16	14	0.48	0.47	0.35	0.33	3-I	11-V	-	-	Si	2 de 5
25	I	6	15	21	23	0.50	0.48	0.39	0.36	6-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
27	I, II, III	10	22	4	24	0.52	0.50	0.50	0.47	10-I	22-III	-	-	Si	2 de 3
29	I	13	8	18	15	0.45	0.41	0.35	0.29	13-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
30	I, II, III, IV	22	17	10	12	0.52	0.50	0.49	0.48	-	17-II	10-I	12-IV	No	3 de 4
31	I	10	4	22	24	0.50	0.50	0.50	0.49	-	-	-	-	No	0 de 1
32	I, II	13	8	18	20	0.49	0.49	0.37	0.36	13-I	-	18-II	20-I	Si	<b>2 de 2</b>
33	I, II, III	20	8	21	13	0.50	0.50	0.48	0.47	20-I	-	-	13-III	Si	2 de 3
42	I, II	19	24	2	17	0.48	0.43	0.40	0.33	-	24-I*	2-I	-	No	<b>1 de 2</b>
43	I	11	14	3	5	0.37	0.36	0.30	0.27	11-I	-	3-I	-	Si	<b>1 de 1</b>
44	I	21	20	1	6	0.34	0.28	0.24	0.21	21-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
45	I, II, III	20	9	21	1	0.32	0.26	0.25	0.20	-	9-I	-	-	No	1 de 3
48	I, II	4	24	10	19	0.50	0.49	0.46	0.44	4-I	-	-	-	Si	1 de 2
50	I, II, III	24	19	4	22	0.43	0.39	0.31	0.26	24-I	-	4-II	22-I	Si	2 de 3
51	I, II	21	6	20	15	0.39	0.34	0.32	0.25	-	6-I	20-I	-	No	1 de 2
57	I	13	18	8	23	0.49	0.46	0.45	0.39	-	-	8-I	-	No	<b>1 de 1</b>
58	I, II, III	12	2	17	10	0.40	0.34	0.28	0.22	-	-	-	10-II	No	1 de 3
59	I, II, III	8	13	20	18	0.50	0.50	0.45	0.45	8-III	-	20-II	-	Si	2 de 3
61	I, II, III	12	2	17	19	0.51	0.50	0.50	0.50	12-II	2-I	-	-	Si	2 de 3
62	I, II	23	11	18	3	0.36	0.35	0.34	0.33	-	11-II	-	-	No	1 de 2
63	I, II, III	19	2	24	12	0.50	0.5	0.47	0.47	19-II	-	24-I	-	Si	
65	I, II	8	13	12	2	0.34	0.29	0.29	0.24	8-I	-	12-II	-	Si	<b>2 de 2</b>
66	I, II, III	11	14	3	5	0.46	0.45	0.40	0.38	11-III	14-II	3-I	-	Si	<b>3 de 3</b>
67	I, II	3	11	16	14	0.50	0.49	0.42	0.39	3-I	11-I	-	-	Si	1 de 2

\*\* Al utilizar los sistemas de transformación para el Cu-Al-Be los ángulos de las variantes cambian y el orden de algunos FS.



Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

Tabla 4.8. Comparación de VMs formadas y calculadas utilizando el FS en muestra P (continuación)

Grano	VMs formadas	VMs con máximos valores de FS				Valor de FS				Coincidencia de VMs Formadas y calculadas				Coincidencia con el máximo FS	Variantes predichas
		1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°		
68	I, II, III	12	17	2	22	0.37	0.31	0.30	0.22	-	-	-	-	No	0 de 3
70	I	13	8	18	20	0.50	0.50	0.49	0.49	-	-	-	-	No	0 de 1
76	I	12	2	17	10	0.45	0.40	0.35	0.28	-	-	17-I	-	No	<b>1 de 1</b>
78	I, II	21	20	6	8	0.50	0.51	0.50	0.49	21-I	-	-	-	Si	1 de 2
79	I	14	22	5	17	0.28	0.24	0.21	0.18	-	-	-	-	No	0 de 1
80	I, II	20	21	8	6	0.49	0.48	0.36	0.34	-	-	-	-	No	0 de 2
81	I, II, III, IV	10	4	22	24	0.51	0.50	0.45	0.43	10-II	-	-	-	Si	1 de 4
84	I, II	17	22	12	10	0.50	0.49	0.42	0.40	17-I	-	-	10-II	Si	<b>2 de 2</b>
85	I, II	21	20	6	23	0.45	0.40	0.35	0.28	21-I	20-II	-	-	Si	<b>2 de 2</b>
86	I, II	8	20	13	21	0.50	0.50	0.49	0.47	8-I	20-I	-	21-II	Si	<b>2 de 2</b>
87	I	22	17	10	12	0.47	0.47	0.32	0.31	-	17-I	-	-	No	<b>1 de 1</b>
88	I, II	24	19	4	7	0.42	0.38	0.27	0.24	24-I	19-II	-	7-II	Si	<b>2 de 2</b>
89	I, II, III, IV	9	1	5	11	0.44	0.40	0.35	0.28	9-I	-	-	11-IV	Si	2 de 4
94	I	23	18	15	21	0.46	0.42	0.39	0.31	-	-	15-I	-	No	<b>1 de 1</b>
96	I	13	18	8	23	0.42	0.40	0.35	0.33	-	18-I	-	-	No	<b>1 de 1</b>
97	I, II, III, IV	23	18	11	3	0.37	0.35	0.35	0.33	23-II	18-II	11-III	3-III	Si	<b>2 de 2</b>
98	I, II, III	7	16	24	19	0.37	0.37	0.34	0.34	-	16-II	24-III	-	No	2 de 3
99	I, II, III	8	13	12	2	0.44	0.43	0.27	0.26	8-I	-	-	-	Si	1 de 3
100	I, II, III	10	4	22	24	0.50	0.50	0.50	0.49	10-II	4-I	-	24-I	Si	2 de 3
101	I, II	21	20	6	1	0.36	0.29	0.24	0.23	-	-	-	-	No	0 de 2
104	I, II	23	15	18	11	0.29	0.22	0.22	0.19	23-I	-	-	-	Si	1 de 2
105	I	13	8	2	18	0.41	0.36	0.26	0.24	13-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
106	I, II	2	19	12	13	0.28	0.21	0.20	0.18	2-II	-	-	13-I	Si	<b>2 de 2</b>
107	I, II	16	3	7	11	0.33	0.27	0.25	0.18	-	3-I	-	-	No	1 de 2
108	I, II	24	4	7	6	0.18	0.16	0.14	0.10	-	4-I	7-I	-	No	1 de 2
110	I, II	8	13	12	2	0.42	0.42	0.29	0.29	-	-	-	-	No	0 de 2
111	I, II, III	13	8	18	20	0.50	0.49	0.41	0.39	13-I	8-III	-	-	Si	2 de 3
113	I, II	19	2	16	24	0.22	0.18	0.16	0.13	-	-	-	-	No	0 de 2
114	I	13	2	8	12	0.33	0.32	0.28	0.27	-	-	-	12-I	No	<b>1 de 1</b>
115	I, II, III	9	1	20	21	0.38	0.36	0.33	0.31	9-I	1-II	20-III	-	Si	<b>3 de 3</b>
117	I, II, III	13	8	18	15	0.40	0.34	0.29	0.22	-	8-I	-	-	No	1 de 3
126	I	13	8	2	12	0.43	0.42	0.28	0.28	-	8-I	-	-	No	<b>1 de 1</b>
128	I, II, III	21	1	20	9	0.23	0.22	0.16	0.15	-	-	-	-	No	0 de 3

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

Tabla 4.9. Comparación de VMs formadas y calculadas utilizando el FS en muestras de Kaouache [37].\*

Policristal	Grano	VMs formadas	VMs con máximos valores de FS				Valor de FS				Coincidencia de VMs Formadas y calculadas				Coincidencia con el máximo FS	Variantes predichas
			1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°	1°	2°	3°	4°		
P1	A1	I	4	10	24**	6**	0.42	0.38	0.26	0.25	4-I	-	-	-	Si	<b>1 de 1</b>
	B1	I, II, III	6	15	21	23	0.48	0.48	0.35	0.34	6-I	15-II	21-III		Si	<b>3 de 3</b>
	C1	I, II, III	10	22**	4**	17	0.50	0.47	0.47	0.41	10-I	22-III	-	-	Si	2 de 3
P2	A2	I, II, III	18	23	3	11	0.39	0.38	0.33	0.32	18-I	23-II	-	11-III**	Si	<b>3 de 3</b>

\* Se selecciona el estado de esfuerzos más alto reportado por el autor.

\*\* Al utilizar los sistemas de transformación para el Cu-Al-Be los ángulos de las variantes cambian y el orden de algunos FS.

En el anexo se presentan las micrografías de todos los granos estudiados, su variantes formadas, así como las gráficas de los primeros 4 valores de FS de cada uno de ellos acorde a las Tabla 4.8 y Tabla 4.9.

#### 4.2.1. Modelo de predicción de variantes de martensita en muestras sometidas a tensión.

Para explicar porque la tercera *VM* con alto *FS* crece en lugar que la que tiene el máximo valor, se calculó el tensor de deformación en el sistema de observación para las 24 *VMs* posibles en todos los granos estudiados de la muestra P utilizando el modelo de Cortés-Pérez [24]. Se calculó la relación de deformación (*SR*) entre la componente de deformación en la dirección de la dirección de rolado y la deformación en la dirección perpendicular a ésta  $\left(\frac{\epsilon_{x0}}{\epsilon_{y0}}\right)$ . En la Figura 4.6 se ilustra el significado de esta relación, dicha figura presenta dos patrones de distorsión para los granos 76, 94 y 96.

La distorsión fue realizada aplicando el modelo matemático de Cortés-Pérez [24], es decir fueron obtenidos los *CVDs* y aplicada la distorsión en el sistema de observación a cada frontera de grano. En la Figura 4.6a se presenta la configuración inicial de las fronteras de grano; es decir antes de que la *TMIE* ocurriera. Posteriormente estas fronteras son deformadas de manera individual. En la Figura 4.6b se aprecia la deformación que causarían las *VMs* de máximo *FS* (*VMFS*). Como puede verse en este caso el campo de desplazamientos presenta una componente mayor en la dirección transversal. Por otro lado la Figura 4.6c corresponde con la deformación que causarían las *VMs* con un valor mayor en la dirección de la aplicación de la carga (*VMSR*); es decir, las *VMs* que presentan una componente mayor del campo de desplazamientos en la dirección de rolado.

Considerando ambos tipos de distorsión (*VMFS* y *VMSR*) es posible inferir las posibles interacciones intergranulares en ambos casos. Por ejemplo las *VMFS* causarían una separación de granos si estos estuvieran libres; lo cual, dado que los granos no pueden moverse causa una interacción fuerte entre ellos. Por otro lado las *VMSR* causarían un movimiento simultáneo entre los granos que permitiría estos se movieran sin separarse tanto; lo que se traduciría en una menor interacción intergranular que en el caso anterior. Es claro entonces que ambos tipos de distorsión presentan interacción intergranular que contribuirían a alterar el estado de esfuerzos entre los granos. De hecho esta alteración en el estado de esfuerzos podría favorecer, o en todo caso inhibir el crecimiento de alguna *VM* incluso que tuviera el máximo *FS* como se ve en la figura mencionada. Adicionalmente el caso donde la *VMSR* está más cercano a cumplir con la compatibilidad de deformaciones.

Este comportamiento podría explicarse como una tendencia del material a emplear la mínima energía mecánica para realizar la *TMIE*. Finalmente en la Figura 4.6d se muestran las *VMs* reales formadas durante la *TMIE* para los granos mencionados.

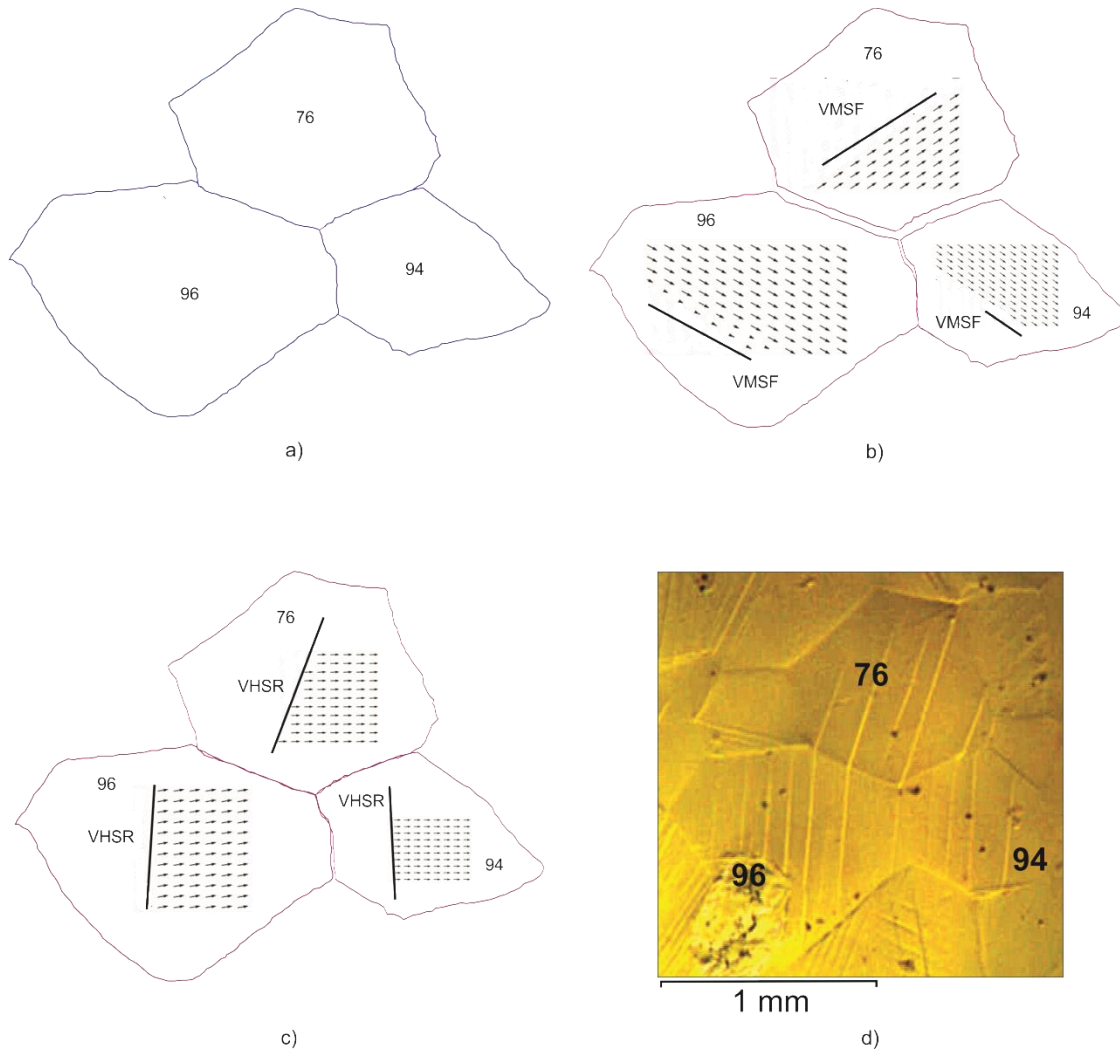


Figura 4.6. Comparación de la simulación de distorsión de las fronteras de grano de los granos 74, 94 y 96 bajo *TMIE*. a) Configuración original. b) Distorsión utilizando las *VM* con máximo *FS* (*VMFS*), y c) Distorsión utilizando las *VM* con máxima relación de deformación (*VMSR*). d) *VMs* reales formadas en cada grano.

#### 4.2.2. Relación de deformación como modelo de predicción de variantes

Considerando el análisis anterior se puede ver la  $SR$  podría ser un buen modelo para predecir las  $VMs$  que se formarían bajo una prueba de tensión simple. Por esta razón se calcularon los tensores de deformación en el sistema de observación de los granos 42, 43, 63, 76, 94, 96 de la muestra P, los cuales se pueden ver en ver en la Tabla 4.10. Es importante mencionar que sólo se consideran los primeros tres valores más grandes de la  $|SR|$ . Adicionalmente se presenta para cada  $VM$  la posición que guarda con respecto al  $FS$  ordenados de mayor a menor.

Como puede observarse en la tabla existen algunas inconsistencias al analizar los resultados en dicha tabla, como son:

- a) Existen tensores de transformación en el sistema de observación con  $\varepsilon_{x0}$  negativos. Esta situación no es posible debido a que implicaría una deformación contraria a la dirección de la aplicación de la carga. Las  $VMs$  que presentan esta situación deben ser descartadas. Por ejemplo las  $VMs$  11 y 3 en el grano 42 presentan la situación antes mencionada.
- b) A pesar de que una  $VM$  presente el máximo valor de  $|SR|$  esto no implica que ésta pudiera aparecer. Este caso es presentado en el grano 76 con la variante 22.
- c) Para una  $VM$  real formada puede haber más de una  $VM$  calculada que sea coincidente con ella. Por ejemplo las  $VMs$  11 y 3 presentan  $|SR|$  altas y ambas gráficas calculadas coinciden con la variante real formada.
- d) Para granos con 2 o más variantes formadas no es posible conocer que  $VM$  coincide con la  $VM$  principal formada o cual podría crecer primero. Este es el caso del grano 42 y 63.

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

Tabla 4.10. Tensores de deformación para los granos de la muestra P acorde a  $|SR|$

Grano	VMs esperadas	Tensor de deformación ( $\begin{matrix} \varepsilon_{xo} & \gamma_{xyo} \\ \gamma_{xyo} & \varepsilon_{yo} \end{matrix}$ )	Altos valores de $ SR $	VMs coincidentes con MV calculadas	Posición en FS
42	11*	$\begin{pmatrix} -0.03248 & 0.00696 \\ 0.00696 & -0.00066 \end{pmatrix}$	49.21	None	20
	3*	$\begin{pmatrix} -0.02434 & 0.00636 \\ 0.00636 & -0.00066 \end{pmatrix}$	36.88	42-II	17
	2	$\begin{pmatrix} 0.03536 & 0.00677 \\ 0.00677 & -0.00106 \end{pmatrix}$	33.36	42-I	3
43	11	$\begin{pmatrix} 0.03377 & 0.00815 \\ 0.00815 & 0.00194 \end{pmatrix}$	17.41	43-I	1
	3	$\begin{pmatrix} 0.02652 & 0.00640 \\ 0.00640 & 0.00153 \end{pmatrix}$	17.33	43-I	3
	12*	$\begin{pmatrix} -0.02480 & -0.01101 \\ -0.01101 & -0.00386 \end{pmatrix}$	6.42	43-I	22
63	23*	$\begin{pmatrix} -0.04425 & -0.00056 \\ -0.00056 & 0.00671 \end{pmatrix}$	6.59	63-I	22
	18*	$\begin{pmatrix} -0.04055 & 0.00405 \\ 0.00405 & 0.00703 \end{pmatrix}$	5.77	63-II	18
	17	$\begin{pmatrix} 0.03881 & 0.00831 \\ 0.00831 & -0.01285 \end{pmatrix}$	3.02	63-II	6
76	22	$\begin{pmatrix} 0.02214 & -0.00577 \\ -0.00577 & -0.00003 \end{pmatrix}$	738	None	5
	17	$\begin{pmatrix} 0.03080 & -0.00547 \\ -0.00547 & -0.00034 \end{pmatrix}$	90.59	76-I	3
	20*	$\begin{pmatrix} -0.01758 & 0.02039 \\ 0.02039 & -0.00061 \end{pmatrix}$	28.82	None	17
94	15	$\begin{pmatrix} 0.03418 & 0.00041 \\ 0.00041 & 0 \end{pmatrix}$	$\infty$	94-I	3
	6	$\begin{pmatrix} 0.02615 & 0.00013 \\ 0.00013 & 0 \end{pmatrix}$	$\infty$	94-I	5
	5*	$\begin{pmatrix} -0.03050 & -0.01447 \\ -0.01447 & 0.00015 \end{pmatrix}$	203.33	94-I	20
96	22*	$\begin{pmatrix} -0.03366 & -0.00984 \\ -0.00984 & 0.00020 \end{pmatrix}$	168.3	None	23
	18	$\begin{pmatrix} 0.03636 & 0.00213 \\ 0.00213 & -0.00032 \end{pmatrix}$	113.63	96-I	2
	23	$\begin{pmatrix} 0.02919 & 0.00028 \\ 0.00028 & -0.00071 \end{pmatrix}$	41.11	None	4

\*  $\varepsilon_{xo}$  negativo.

Por estas razones fue necesario considerar algunas restricciones adicionales para tener un modelo de predicción de variantes más consistente. Dicho modelo consiste en las siguientes consideraciones:

1. VMs con valores negativos de  $\epsilon_{x_0}$  descartados.
2. VMs con  $|SR| < 1$  son descartados debido a que esto implica que  $\epsilon_{x_0}$  es menor que  $\epsilon_{y_0}$ . Esto implica que el estado de deformación no es favorecido con la dirección de la aplicación de la carga (dirección de rolado). Esta consideración es mostrada en la Figura 4.7.

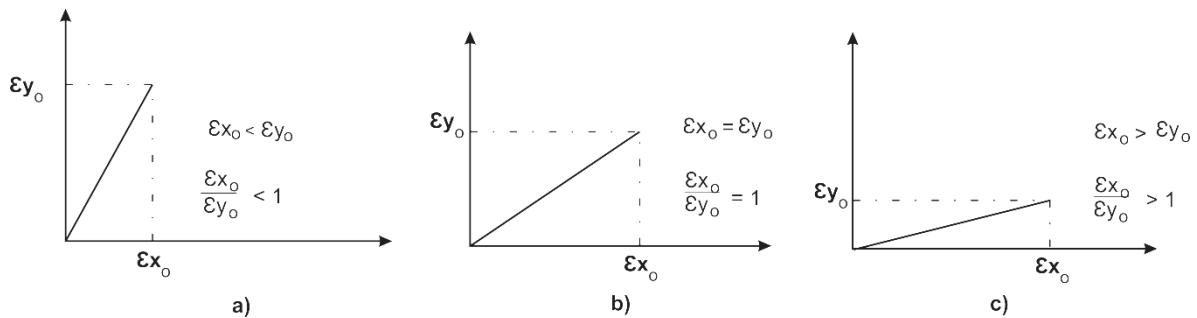


Figura 4.7. Casos presentados para  $|SR|$ . a) Deformación cerca de la dirección de rolado. b) Deformación en medio de las direcciones de rolado y transversal. c) Deformación cerca de la dirección de rolado.

3. Las VMs no descartadas serán las variantes predichas.

La Tabla 4.11 presenta la lista completa de los 24 valores de  $|SR|$  para el grano 42. Las VMs son etiquetadas como sigue: VMs coincidentes (A), VMs predichas (B) y VMs descartadas (C, D). Adicionalmente en la Tabla 4.12 se muestran las VMs predichas por el modelo, es decir las variantes que tienen estatus B y A o solo B.

Tabla 4.11. VMs seleccionadas usando SR

- (A) VMs coincidentes con VMs reales formadas (B) VMs con alta probabilidad de aparecer  
(C) VMs descartadas con negativo valor de  $\epsilon_{x0}$  (D) VMs descartadas con  $|SR| < 1$

Grano 42					
$\frac{ \epsilon_{x0} }{\epsilon_{y0}}$	VM	Status	SF	VM	Status
49.09	11	C	0.47	19	D
36.62	3	A, C	0.42	24	D
33.17	2	A, B	0.38	2	A, B
30.74	12	B	0.30	17	D
5.69	9	A, C	0.30	4	A, B
5.43	4	A, B	0.30	12	B
5.20	10	A, B	0.26	22	D
3.95	1	C	0.22	10	A, B
0.98	19	D	0.17	16	D
0.96	24	D	0.15	7	D
0.94	23	D	0.02	13	D
0.86	18	D	0.002	14	D
0.83	20	D	-0.009	5	C
0.83	21	D	-0.02	8	C
0.62	17	D	-0.08	15	C
0.57	22	D	-0.08	6	C
0.36	16	D	-0.26	3	C
0.34	7	D	-0.31	1	C
0.18	15	D	-0.33	18	C
0.17	6	D	-0.35	11	C
0.04	13	D	-0.38	9	A, C
0.04	8	D	-0.38	20	C
0.02	5	D	-0.39	23	C
0.003	14	D	-0.41	21	C

Tabla 4.12. VMs predichas utilizando SR en grano 42.

- (A) VMs coincidentes con VMs reales formadas (B) VMs con alta probabilidad de aparecer

Grano 42								
$SR_p^*$	$ SR $	MV	Status	$SF_p^{**}$	SF	MV	Status	$O_v$
3 <sup>rd</sup>	33.17	2	A, B	3 <sup>rd</sup>	0.38	2	A, B	10
4 <sup>th</sup>	30.74	12	B	4 <sup>th</sup>	-	-	-	9
5 <sup>th</sup>	-	-	-	5 <sup>th</sup>	0.30	4	A, B	8
6 <sup>th</sup>	5.43	4	A, B	6 <sup>th</sup>	0.30	12	A, B	7
7 <sup>th</sup>	5.20	10	A, B	7 <sup>th</sup>	-	-	-	6
8 <sup>th</sup>	-	-	-	8 <sup>th</sup>	0.22	10	A, B	5

Como puede observarse en ambos casos son obtenidas las mismas VMs pero el orden de aparición es diferente. Por esta razón se aplica la combinación de SR y FS. Se considera que ambos tienen la misma importancia y su influencia se va perdiendo mientras sus valores disminuyen. En este caso la VM 2 tiene la (3<sup>rd</sup>) posición en ambos casos  $|SR|$  and SF; esta VM es entonces la de mayor



probabilidad de aparecer. Esto no siempre se presenta, por ejemplo la *VM* 12 ocupa la 4<sup>th</sup> posición en *RD* y la 6<sup>th</sup> con respecto al *FS* en este caso una predicción por orden es difícil. Por esta razón el *BC* es incorporado, el cual le asigna un valor de orden ( $O_v$ ), el cual depende de los valores más grandes en posición de la *RD* y el *FS* ( $SR_p$ ) y ( $SF_p$ ). Este valor es considerado en las ecuaciones correspondientes del modelo, es importante notar que si ambos valores son iguales es indistinto el uso de una fórmula u otra. Por ejemplo el caso ideal es cuando la *VM* tiene la misma posición en *SR* y *FS* y tienen el valor máximo. En este caso se obtiene un valor de *BC* de 10 por lo que  $BC = ([3 - 3] + 10 = 10)$ . Este valor indica el mayor balance el cual ocurre en el caso de la *VM* 2. En el caso de la *VM* 12, ésta tiene la cuarta posición en *SR* pero la sexta posición en *FS*; por lo tanto se tiene un valor de *BC* de 7 por que  $SR_p \leq SF_p$  ( $[4 - 6] + 9 = 7$ ). Siguiendo esta misma metodología el orden final de predicción de las *VMs* en el grano 42 queda como en la Tabla 4.13. En la Figura 4.8 se muestran las *VMs* predichas finalmente.

Tabla 4.13. Posible orden de crecimiento acorde a la combinación de *BC-SR-FS* para el grano 42.

Grain 42	
<i>MV</i>	<i>BC</i>
2	10
12	7
4	6
10	5

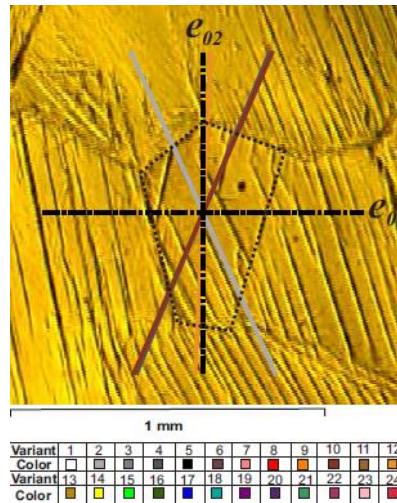


Figura 4.8. *VMs* predichas para el grano 42.

Siguiendo la misma metodología se obtuvieron las *VMs* predichas en los granos 42, 43, 63, 76, 94, 96, 1P<sub>1</sub>, 2P<sub>1</sub>, 3P<sub>1</sub> y 1P<sub>2</sub>. En la Figura 4.9 se muestran 3 granos donde se grafican únicamente las *VMs* predichas.

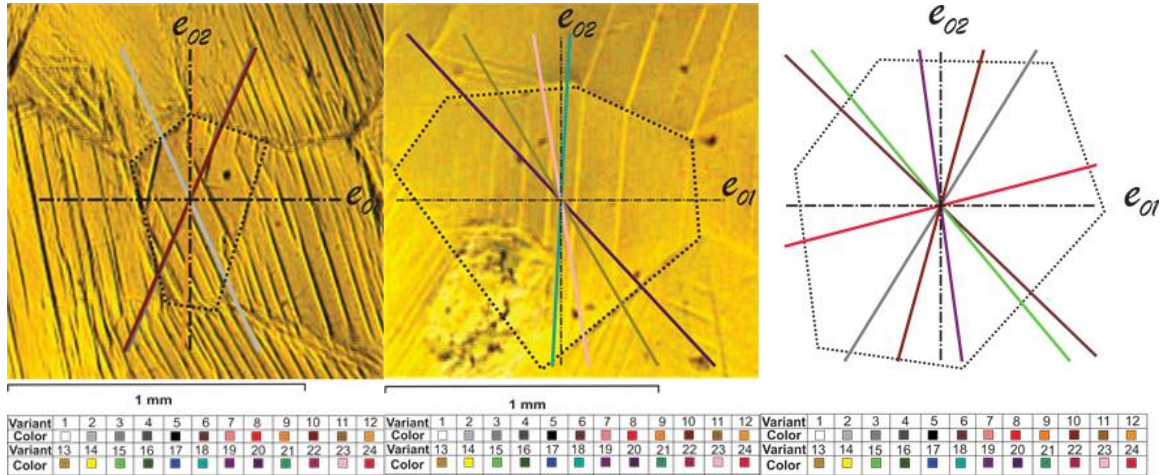


Figura 4.9. VMs predichas para el grano 42, 96 y 1P<sub>1</sub>.

En la Tabla 4.14 se muestran los resultados de la aplicación del modelo propuesto considerando únicamente los granos 42, 43, 63, 76, 94, 96, A1, B1, C1, A2 presentados como ejemplos en esta sección. La tabla además de mostrar las VMs predichas, muestra las VMs reales formadas y su coincidencia con las VMs calculadas. Como puede verse el modelo propuesto tiene una buena capacidad predictiva debido a que las VMs esperadas siempre aparecen.

Tabla 4.14. Resumen de VMs predichas en los granos analizados. Se muestra la coincidencia entre las VMs formadas y calculadas

Grano	VMs Esperadas con BC	Número de VMs formadas por grano	VMs coincidentes
42	2, 12, 4, 10	I	2
		II	4, 10
43	11, 3, 9	I	11, 3
		II	24
63	17, 24, 19, 22, 12, 2, 4, 10	I	19, 10
		II	17, 24
		III	17, 24
76	17, 19, 22, 24, 2	I	17
94	15, 6, 13, 8	I	15, 6
96	18, 23, 20, 21	I	18
A1	4, 10, 6, 15, 19, 24	I	4
B1	21, 20, 23, 18, 6, 15	I	6
		II	15
		III	21
C1	24, 19, 22, 17, 4, 2, 10, 12	I	24, 17, 10
		II	19
		III	22
A2	23, 11, 18, 3, 15, 20	I	18
		II	23
		III	3

#### 4.2.3. Diagramas de transformación como confirmación de modelo de predicción de VMs.

De manera adicional fueron calculados y graficados todos los *STDs* de los granos estudiados, el procedimiento para hacerlo es basado en lo reportado por Buchheit [26, 39]. La Figura 4.10 se presentan los *STDs* para los granos 42, 43 y 63 en el diagrama inverso de polos. Es importante aclarar que estos diagramas son válidos para un estado de esfuerzos planos en monocristales, a pesar de ello estos pueden ser utilizados para el análisis de VMs formadas en tensión debido a que es posible graficar las VMs esperadas por la combinación del *FS-SR* y las VMs aparentemente coincidentes vistas en el microscopio. Como puede observarse las VMs 1, 7 y 19 aparecerían en un estado de esfuerzos de tensión-tensión en el grano 63 si fuera un monocristal.

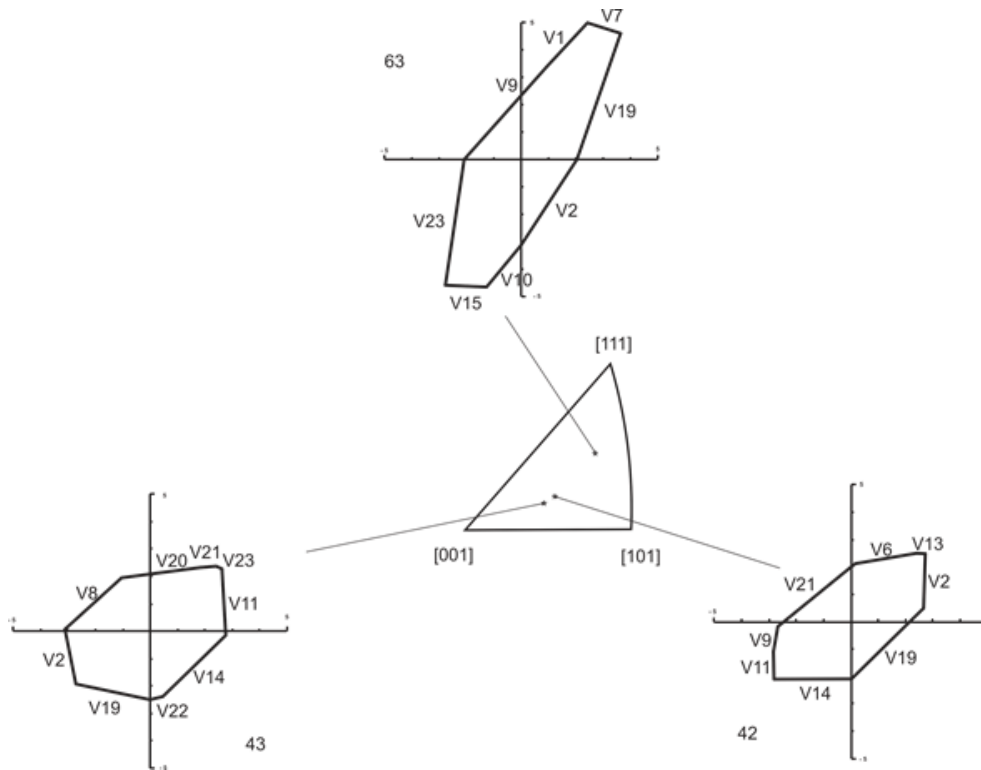


Figura 4.10. Diagramas de transformación para los granos 42, 43 y 63.

En la Figura 4.11 se presentan los *STDs* para los granos 42, 43, 63, 76, 94 y 96, adicionalmente se muestran algunas *VMs* que son presentadas en la Tabla 4.10 y algunas que sus graficas coinciden con las *VMs* reales formadas. Por ejemplo las *VMs* esperadas para el grano 42 por la combinación de *FS-SR* son 2, 4, 10 y 12 y las *VMs* coincidentes para este grano acorde la tabla “24 *VMs* por grano en policristal P” de los anexos de este trabajo son 2, 3, 4, 9 y 10. Estas últimas *VMs* son las gráficas teóricas que forman un ángulo menor a  $10^\circ$  con las *VMs* reales formadas.

En base a su *STD* las *VMs* del segundo y tercer cuadrante son descartadas debido a que estas *VMs* no corresponden al estado de tensión simple (*VMs* 9, 11, 14 y 21). El caso de la *VM* 3 a pesar de coincide con la *VM* real no puede generarse debido a que se encuentra en el tercer cuadrante. En contraste las *VMs* localizadas en el primer y cuarto cuadrante tienen una alta probabilidad de aparecer. De hecho si la frontera de grano no existiera la única variante que se formaría en tensión simple sería la *VM* 19 la cual corresponde con la *VM* con máximo *FS*. Sin embargo esta *VM* es descartada por la combinación de *FS-SR*; por lo que acorde a combinación la *VM* esperada sería la 2, lo cual es acorde con el *STD*. Las siguientes *VMs* predicha por el *FS-SR* son la 4 y 10, el *STD* claramente ilustra que la *VM* 4 tiene una mayor probabilidad de aparecer porque requiere menos energía para su transformación. En el caso de las *VMs* 6 y 13 el estado de esfuerzos es alto en la dirección transversal por lo que estas *VMs* son descartadas. Finalmente las *VMs* 2 y 4 son las predichas por la combinación de *FS-SR-STD*. La combinación de dichos parámetros da entonces el modelo final propuesto.

El procedimiento anterior se realizó con los granos reportados por Kaouache et al. [37]. En la Figura 4.12 se muestran los *STDs* para los granos mencionados. En el caso del grano A1, las *VMs* descartadas se encuentran en el segundo y tercer cuadrante debido a que el estado de esfuerzos es diferente al de tensión simple (C-C y C-T). Las *VMs* descartadas en dichos cuadrantes son 8, 18, 11, 14, 16, y 7. Por otro lado las primeras 4 *VMs* esperadas por la combinación de *FS-SR* son 4, 6, 10 y 15 por tanto la *VMs* predicha en este caso es claramente la 4. Esta *VM* coincide que tiene el máximo *FS* y es la única formada de acuerdo a Kaouache et al. [37]. Es interesante mencionar que la *VM* 10 tiene una buena relación de *FS-SR*; de hecho a pesar que está no es reportada en el artículo mencionado, en otro trabajo el mismo autor reporta que esta *VM* se forma a baja deformación, Kouache [63]. Lo anterior hace suponer que un estado de esfuerzos generado dentro del grano debido a las interacciones intergranulares inhibe esta *VM*.

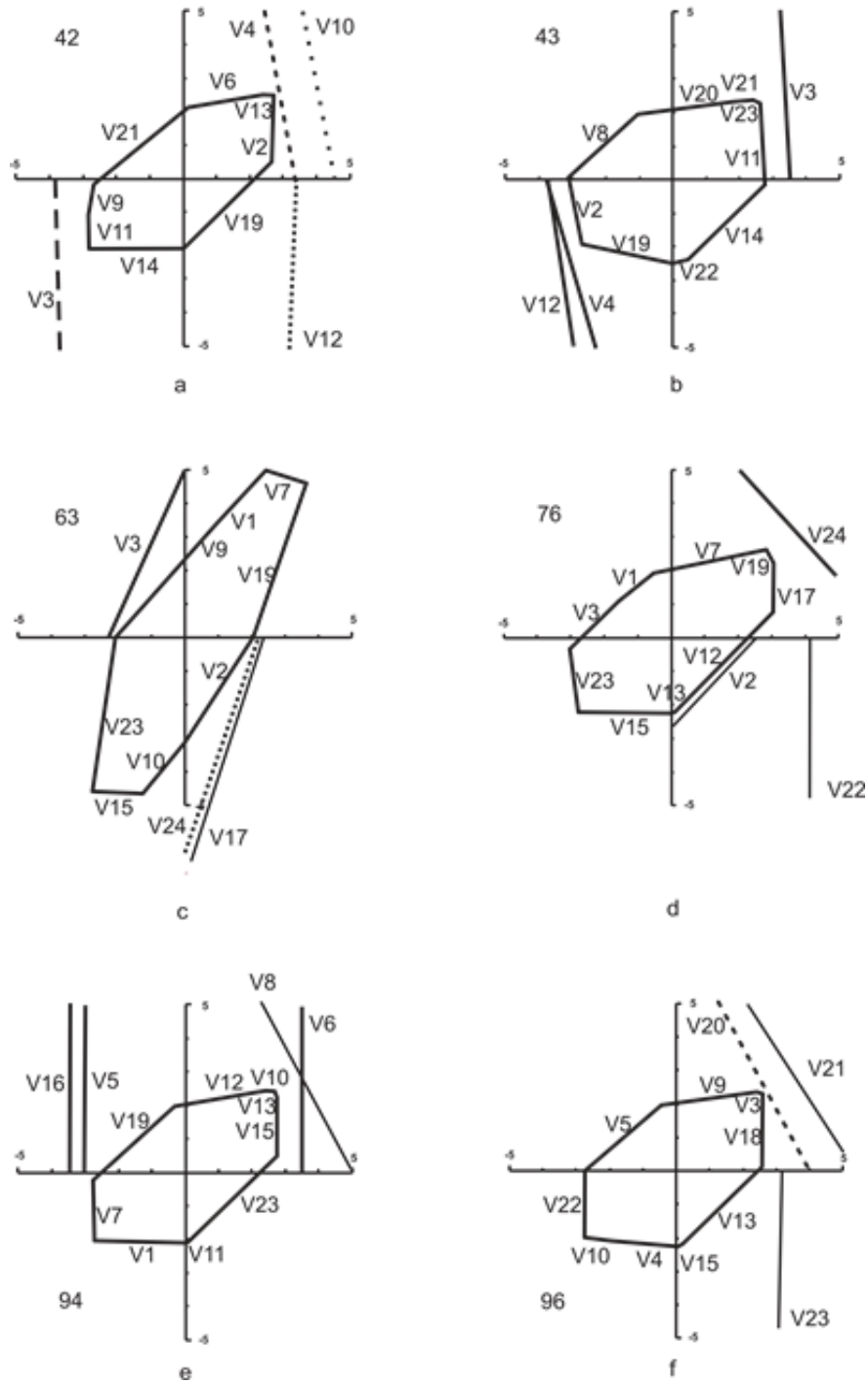


Figura 4.11. Diagramas de transformación calculados para los granos 42, 43, 63, 76, 94, y 96 de la muestra P.

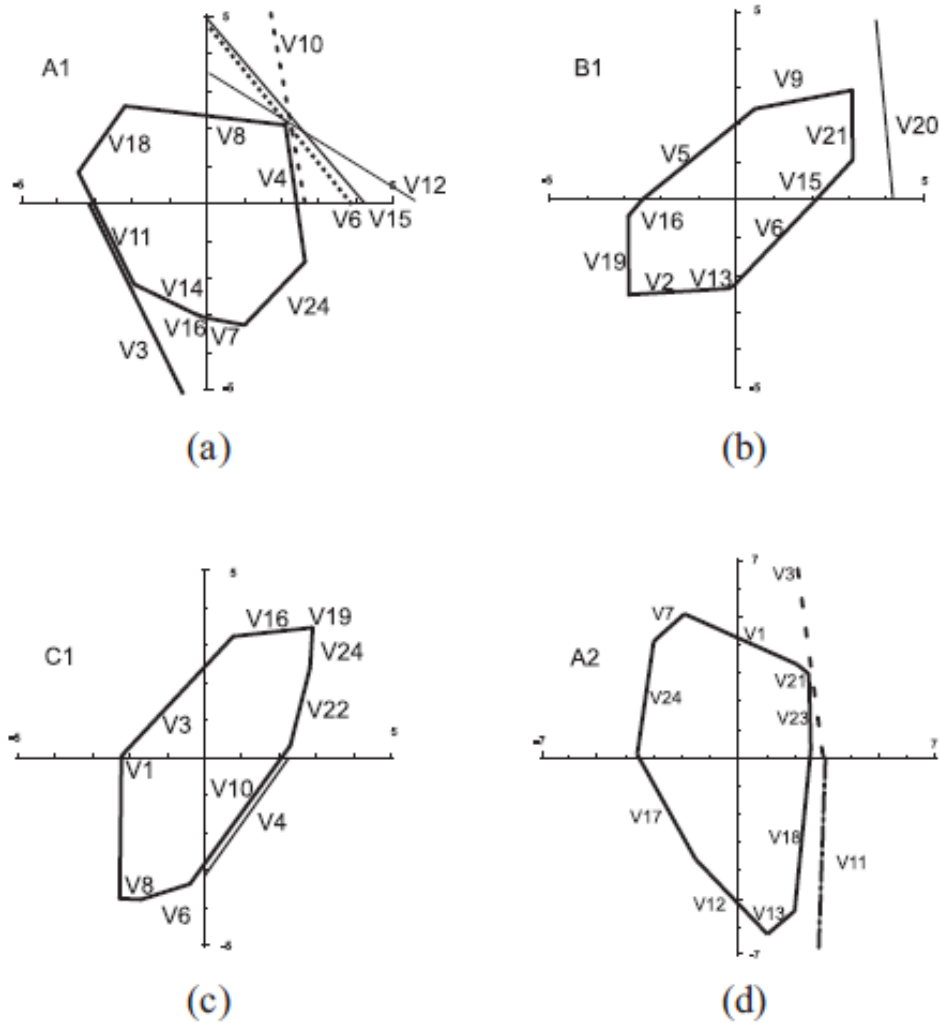


Figura 4.12. Diagramas de transformación calculados para los granos 1P1, 2P1, 3P1 y 1p2

Esta metodología es aplicada a todos los granos analizados a profundidad en esta sección. En la Tabla 4.15 se presenta un resumen de las VMs predichas por el modelo.

Usando esta metodología y el modelo de Cortés-Pérez [24], el comportamiento mecánico de una muestra policristalina de Cu-Al-Be sometida a tensión simple puede ser estimada si se conoce la orientación cristalina.

Tabla 4.15. Resumen de VMs predichas con la combinación de SR-FS-STD

Grano	Número de VMs formadas	VMs predichas con SR-FS-STD
42	I	2
	II	4
43	I	11
63	I	24
	II	19
	III	17
76	I	17
94	I	15
96	I	18
A1	I	4, 10
B1	I	6
	II	15
	III	21
C1	I	10
	II	19
	III	22
A2	I	18
	II	23
	III	3

Finalmente en la Tabla 4.16 se muestran todas las VMs esperadas utilizando el modelo propuesto. Se marcan en negro las variantes con máxima SR. Para efectos de predicción se consideran las primeras VMs. En base a esta tabla y las 24 VMs reportadas en el anexo para cada grano, se puede ver la capacidad de predicción del modelo propuesto.

Tabla 4.16. VMs esperadas en todos los granos del policristal P

Grano	VMs con modelo	Grano	VMs con modelo
3	<b>12</b> , 2, 13, 15,8, 23, 18, 4, 6, 10	67	<b>3</b> , 11, 1, 9
4	<b>8</b> , 13, 20, 21, 12	68	<b>2</b> , 12, 22, 19, 17, 8, 13, 10, 24
5	6, 4, <b>10</b> , 21, 8, 15, 20, 2, 13, 12	70	<b>8</b> , 13, 15, 6
6	12, 2, 18, <b>19</b> , 13	76	<b>17</b> , 19, 22, 24, 2
7	<b>19</b> , 24	78	<b>21</b> , 20, 23, 13, 6, 18
9	8, 13, 2, <b>12</b> , 18, 20, 21, <b>23</b> , 6	79	17, 22, <b>24</b> , 14
10	<b>1</b> , 3, 9, 11	80	21, <b>18</b> , 20, 23, 6, 15, 8, 1, 13
11	<b>2</b> , 12, 19, 24	81	<b>4</b> , 10, 2, 12
13	18, 23, <b>21</b> , 13, 20, 15, 8, 6	84	<b>12</b> , 10, 22, 2, 17, 4
20	13, 2, 12, 8, 4, 6, 15, 18, 19	85	20, 23, 21, 8, 13, 1, 15, <b>9</b> , 6
21	<b>8</b> , 15, 13, 20, 21, 6, 23, 2, 12, 18	86	20, 21, 18, 13, 15, 8, 6, <b>23</b> , 1
23	<b>11</b> , 3, 9, 1	87	10, 12, 17, 19, 22, 4, <b>2</b> , 24, 14
25	<b>15</b> , 6, 8, 21, 13, 23, 18, 20	88	19, <b>7</b> , 24, 22, 16, 4, 2, 10, 17, 12
27	10, 4, 12, 22, <b>2</b> , 17, 24, 19	89	9, 5, 1, 20, 11, 14, <b>21</b> , 7
29	<b>8</b> , 13, 15, 6, 20, 23, 21, 18, 12, 2	94	<b>15</b> , 6, 13, 8
30	22, <b>19</b> , 17, 24, 12, 2, 10, 4, 5	96	<b>18</b> , 23, 20, 21
31	22, 24, 10, 17, 4, <b>19</b> , 12, 2	97	<b>18</b> , 23, 11, 3
32	<b>18</b> , 23, 10, 21	98	<b>1</b> , 3
33	20, <b>21</b> , 18, 13, 8, 23	99	20, <b>18</b> , 13, 21, 8, 23
42	<b>2</b> , 12, 4, 10	100	4, 10, 17, <b>12</b> , 24, 22, 2, 19
43	<b>11</b> , 3, 9	101	<b>6</b> , 15
44	<b>6</b> , 21, 15, 20	104	<b>23</b> , 18, 11
45	20, <b>21</b> , 9	105	<b>13</b> , 8, 2, 18, 23, 12
48	10, 4, 2, 19, <b>12</b> , 24, 17, 22	106	<b>19</b> , 2, 13, 12, 8, 24
50	<b>2</b> , 4, 10, 12	107	<b>3</b> , 7, 11, 16
51	<b>6</b> , 15, 13, 8	108	<b>24</b> , 19, 4, 22
57	13, 8, 18, 15, 23, 20, 6, 2	110	<b>20</b> , 18, 21, 23, 8
58	<b>2</b> , 12, 10	111	13, 8, 15, <b>6</b> , 18, 20, 23
59	13, 6, 8, 15, 18, 20, 23, 21, <b>2</b> , 12	113	<b>24</b> , 19, 18, 2
61	12, 2, 10, 17, 24, 22, 19, <b>4</b>	114	8, <b>18</b> , 13, 2, 6
62	15, <b>14</b> , 18	115	<b>9</b> , 20, 1, 21, 3, 11, 5
63	19, 24, 12, <b>17</b> , 2, 22, 4, 10	117	<b>18</b> , 23, 13, 20
65	8, 2, 12, 13, <b>18</b> , 20, 21	126	12, 13, 15, 8, 18, 2, <b>23</b> , 20, 10, 6
66	14, 5, <b>16</b> , 11, 3, 7	128	<b>7</b>



## Conclusiones

En base al trabajo realizado en la presente tesis se puede concluir lo siguiente:

1. Empleando algunos modelos y resultados reportados en la literatura se elaboró un modelo que nos permite correlacionar la formación de variantes de martensita inducidas por esfuerzo en materiales con memoria de forma con las acciones mecánicas que se ejercen entre granos vecinos.

Como resultados alternos se obtuvo lo siguiente:

1. Se corrobora que el Factor de Schmid es parámetro fundamental en la transformación martensítica inducida por esfuerzos para el caso uniaxial o plano en materiales con memoria de forma monocristalinos.
2. Se logró cuantificar la contribución del Factor de Schmid en la formación de variantes de martensita en cada grano de un material con memoria de forma policristalino.
3. Se encontró la contribución del parámetro SR en la formación de variantes de martensita en cada grano de un policristal como un factor que representa la distorsión de cada grano y la interacción con sus vecinos.
4. Se encontró que cada grano tiene la tendencia a disipar la menor cantidad de energía durante la formación de variantes de martensita.
5. Se comprobó que la formación de variantes de martensita en cada grano de los policristales estudiados depende de los siguientes factores: *SD-STD-FS*.
6. Empleando el modelo anterior fue posible predecir hasta la tercera variante que se forma en cada grano de las muestras estudiadas en el presente trabajo.
7. En términos generales se encontró que la formación de variantes de martensita en cada grano depende sólo de la orientación cristalina.
8. No se encontró que existan interacciones entre VMs ni reorientación de ellas.

En el presente estudio se empleó únicamente una aleación con memoria de forma (Cu-Al-Be) y un arreglo de carga de tensión simple. Así mismo no se consideró como variable el tamaño de grano ni distintos procesos fabricación. Adicionalmente cabe mencionar que el modelo desarrollado no considera la secuencia de aparición de variantes de martensita.

Por ello como trabajo futuro se contempla:

- Probar que el modelo desarrollado puede predecir las variantes de martensita que se formaran, bajo las mismas condiciones de este estudio, utilizando diferentes aleaciones con memoria de forma.
- Realizar un estudio donde se analice la formación de variantes de martensita bajo diferentes porcentajes de deformación.
- Verificar la capacidad de predicción del modelo desarrollado a diferentes arreglos de carga y geometrías de las muestras.
- Realizar estudios para casos donde el espesor de la muestra aumente y las interacciones intergranulares sean más significativas.
- Identificar las posibles ventajas de la capacidad de predicción del modelo desarrollado en casos prácticos de la ingeniería.

## Bibliografía

- [1] G. E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, 1961.
- [2] E. Schmid, W. Boas, *Plasticity of crystals*, London: F. A. Hughes y Co. Limited, 1950.
- [3] H. K. D. H. Bhandesia, *Crystallography. Materials Science and Metallurgy*, London: Cambridge.
- [4] H. H. FU, D. J. Benson and M. A. Meyers, «Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals,» *Acta mater.* , vol. 49, pp. 2567-2582, (2001).
- [5] G. J. Taylor, *Inst. Met*, vol. 62, p. 307, 1938.
- [6] Ashby, *Phil. Mag.* , vol. 21, p. 413, 1970.
- [7] F. Roters, P. Eisenlohr, L. Hantcherli, D. D. Tjahjanto, T. R. Bieler, D. Raabe, «Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications.,» *Acta Mater.* , vol. 58, p. 1152–1211, (2010).
- [8] M. Sachtleber, Z. Zhao, D. Raabe, «Experimental investigation of plastic grain interaction,» *Mater Sci Eng A*, p. 336, (2002).
- [9] Z. Zhao, M. Ramesh, D. Raabe, A. Cuitiño, R. Radovitzky, «Investigation of three-dimensional aspects of grain-scale plastic surface deformation of an aluminum oligocrystal,» *Int J Plast*, p. 2278, 2008.
- [10] M. A. Meyers, A. Mishra, D. J. Benson, «Mechanical properties of nanocrystalline materials,» *Progress in Materials Science*, vol. 51, p. 427–556, (2006).
- [11] N. Zhang, W. Tong, «An experimental study on grain deformation and interactions in an Al-0.5%Mg multicrystal,» *International Journal of Plasticity*, vol. 20 , p. 523–542, (2004) .
- [12] Y. Wei, C. Su, L. Anand, «A computational study of the mechanical behavior of nanocrystalline fcc metals,» *Acta Materialia* , vol. 54 , p. 3177–3190, (2006) .
- [13] C. Cismasiu, *Shape Memory Alloys*, Rijeka, Croatia: Sciyo, 2010.
- [14] K. Otsuka, C. M. Wayman, *Shape Memory Materials*, United Kingdom: Cambridge University Press, 1998.
- [15] K. Yamauchi, I. Ohkata, K. Tsuchiya, S. Miyazaki, *Shape memory and superelastic alloys. Technologies and applications*, Cambridge, UK: WP Woodhead Publishing, 2011.
- [16] S. Miyazaki, Y. Q. Fu, W. M. Huang, *Thin Film Shape Memory Alloys. Fundamentals and Device Applications*, Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2009.

- [17] D. C. Lagoudas, *Shape Memory Alloys. Modeling and Engineering Applications*, New York, NY: Springer, 2008.
- [18] T. Yoneyama, S. Miyazaki, *Shape memory alloys for biomedical applications*, Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited, 2009.
- [19] H. Tobushi, K. Date, K. Miyamoto, «Characteristics and development of shape-memory alloys heat engine.,» *J. Solid. Mech. Mater. Eng.* , vol. 4 , p. 1094–1102, (2010).
- [20] K. Kaneko, K. Enomoto, «Development of reciprocating heat engine using shape memory alloys,» *J. Environ. Eng.* , vol. 6 , p. 131–139, (2011) .
- [21] J. J. Zhu, N. G. Liang, K.M. Liew, W.M. Huang, «Energy conversion in shape memory alloy heat engine Part I: theory,» *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* , vol. 12 , p. 127–132, (2001).
- [22] J. J. Zhu, N. G. Liang, W. M. Huang, K. M. Liew, «Energy conversion in shape memory alloy heat engine Part II: simulation,» *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* , vol. 12, p. 133–140, (2001).
- [23] C. M. Wayman, T. M. Duerig, «An introduction to martensite and shape memory,» *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, pp. 3-20., 1990.
- [24] J. Cortés, *Modelación matemática de la transformación martensítica inducida por esfuerzo*. (Ph.D. thesis), Distrito Federal: Facultad de Ingeniería UNAM, 2007.
- [25] T. -H. Lee, Y. -O. Kim, S. -J. Kim., «Crystallographic model for bcc-to-9R martensitic transformation of Cu precipitates in ferritic steel,» *Phil. Mag.* , vol. 87, n° 2, pp. 2009-224, 2007.
- [26] T. E. Buchheit, J. A. Wert., «Modeling the stress induced transformation behavior of shape memory alloy single crystals.,» *Acta metall. mater.*, Vols. %1 de %243-11, pp. 4189-4199 , (1995).
- [27] K. Otsuka, K. Shimizu, «Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys,» *International Metals Reviews*, vol. 31, n° 3, pp. 93-114, 1986.
- [28] F. M. Sánchez, G. Pulos, «Micro and Macromechanical Study of Stress-Induced Martensitic Transformation in a Cu-Al-Be Polycrystalline Shape Memory Alloy,» *Materials Science Forum*, vol. 509, pp. 87-92, (2006).
- [29] E. Patoor, D. C. Lagoudas, P. B. Entchev, L. C. Brinson, X. Gao, «Shape memory alloys, Part I: General properties and modeling of single crystals,» *Mechanics of Materials* , vol. 38 , p. 391–429, (2006) .
- [30] M. Somerday, R. J. Comstock Jr., J. A. Wert., «A systematic analysis of transformation stress anisotropy in shape memory alloys,» *Philosophical Magazine A*, vol. 75, n° 5, pp. 1193-1207, 1997.
- [31] J. Cortés-Pérez, A. Souza Jiménez, G. A Lara Rodríguez, L. A. Ferrer A, H. Flores Zúñiga., «Experimental study of stress induced martensite transformation under plane state of stress,» *Materials Science Forum*, Vols. %1

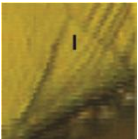
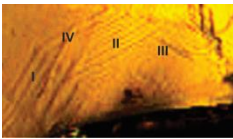
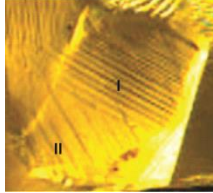
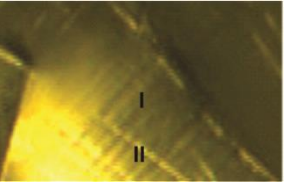
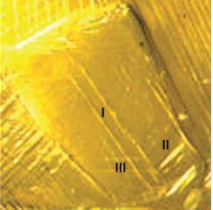
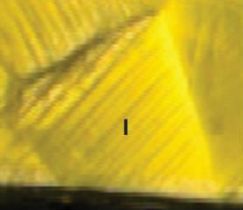
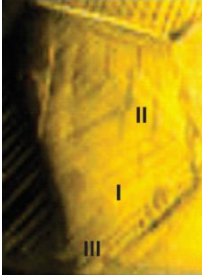
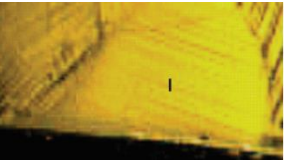
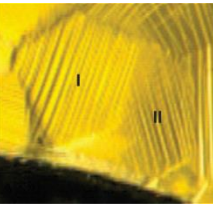
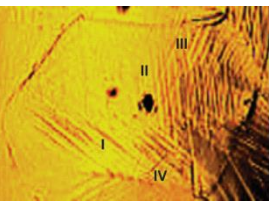
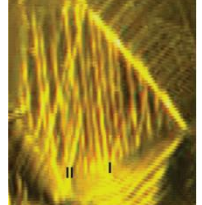
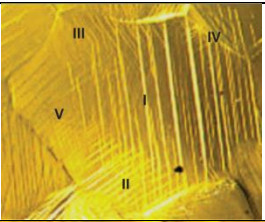
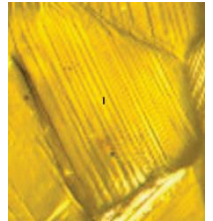
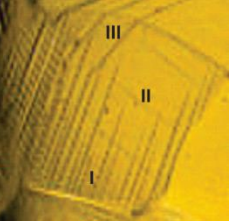
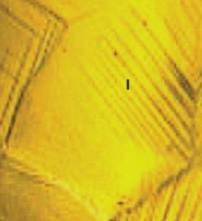
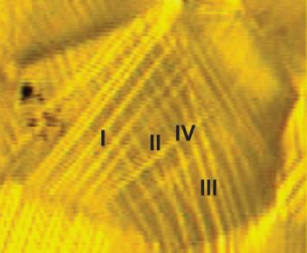
- de %2561-565, pp. 1485-1488, (2007).
- [32] J. Cortés-Pérez, F. N. García C., J. G. González R., H. Flores Z, A. Reyes S, «Relative grain size influence on the mechanical behavior in shape memory material in flexion test,» *Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST)*, p. P47, 2008.
- [33] F. M. Sánchez-Arévalo, G. Pulos, «Use of digital image correlation to determine the mechanical behavior of materials,» *Materials Characterization*, vol. 59, p. 1572–1579, (2008).
- [34] R. J. Martínez-Fuentes, F. M. Sánchez-Arévalo, F. N. García-Castillo, G. A. Lara-Rodríguez, J. Cortés-Pérez, A. Reyes-Solís, «Micromechanical behavior of CuAlBe shape memory alloy undergoing 3-point bending analyzed by digital image correlation,» de *Shape Memory Alloys – Processing, Characterization and Applications*, Rijeka, InTech, 2013, pp. 197-212.
- [35] S. Berveiller, B. Malard, J. Wright, E. Patoor, G. Geandier., «In situ synchrotron analysis of lattice rotations in individual grains during stress-induced martensitic transformations in a polycrystalline CuAlBe shape memory alloy,» *Acta Materialia*, vol. 59, p. 3636–3645, (2011).
- [36] N. Bourgeois, F. Meraghni, T. B. Zineb, «Measurement of local strain heterogeneities in superelastic shape memory alloys by digital image correlation,» *Physics Procedia*, vol. 10, p. 4–10, (2010).
- [37] B. Kaouache, K. Inal, S. Berveille, A. Eberhardt, E. Patoor, «Martensitic transformation criteria in Cu–Al–Be shape memory alloy—In situ analysis,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 438–440, p. 773–778, (2006).
- [38] X. Gao, M. Huang, L. C. Brinson, «A multivariant micromechanical model for SMAs Part 1. Crystallographic issues for single crystal model,» *Int. J. Plast.*, vol. 16, p. 1345–1369., 2000.
- [39] T. E. Buchheit, J. A. Wert, «Modeling the effects of stress state and crystal orientation on the stress-induced transformation of Ni–Ti single crystals,» *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 25, p. 2383–2389, 1994.
- [40] R. J. Comstock, T. E. Buchheit, M. Somerday, J. A. Wert, «Modeling the transformation stress of constrained shape memory alloy single crystals,» *Acta Mater.*, vol. 44, p. 3505–3514, 1996.
- [41] B. C. Goo, C. LExcellent, «Micromechanics-based modeling of two-way memory effect of a single crystalline shape-memory alloy,» *Acta Mater.*, vol. 45, pp. 727-737, 1997.
- [42] D. C. Lagoudas, P. B. Entchev, P. Popov, E. Patoor, L. C. Brinson, X. Gao, «Shape memory alloys, Part II: modeling of polycrystals,» *Mech. Mater.*, vol. 38, p. 430–462, 2006.
- [43] Z. K. Lu, G. J. Weng, «A self-consistent model for the stress-strain behavior of shape-memory alloy polycrystals,» *Acta Mater.*, vol. 46, p. 5423–5433., 1998.
- [44] M. Panico, L. C. Brinson, «A three-dimensional phenomenological model for martensite reorientation in shape memory alloys,» *J. Mech. Phys. Solids.*, vol. 55, p. 2491–2511, 2007.

- [45] P. Šittner, V. Novák, «Experiment feedbacks in micromechanics modeling of thermomechanical behaviors of SMA polycrystals,» *Scr. Mater.* , vol. 51, p. 321–326, (2004) .
- [46] P. Delobelle, C. LExcellent., «A Phenomenological three Dimensional Model forPseudoelastic Behavior of Shape Memory Alloys,» *Journal de Physique IV*, vol. 06 , nº (C1), pp. C1-293-C1-300, 1996.
- [47] S. Leclercq, C. LExcelent, «A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloys,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 44, nº 6, pp. 953-957, 959-980, 1996.
- [48] E. J. Graesser, F. A. Cozzarelli, «Proposed three-dimensional constitutive model for shape memory alloys,» *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 5, nº 1, pp. 78-89, 1994.
- [49] R. Abeyaratne, S. J. Kim, J. K. Knowles, «A one-dimensional continuum model for shape-memory alloys,» Office of naval research, Cambridge, 1993.
- [50] L. C. Brinson, M. S. Huang, «Simplifications and comparisons of shape memory alloy constitutive models,» *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 7 , p. 108–114, (1996).
- [51] E. Patoor, A. Eberhardt, M. Berveiller, «Micromechanical modelling of superelasticity in shape memory alloys,» *J. Phys.*, vol. IV , nº 6, pp. C1-277-292, 1996.
- [52] X. Gao, L. C. Brinson, « A simplified multivariant SMA model based on invariant plane nature of martensitic transformation,» *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, vol. 13 , nº (12), p. 795–810, 2002.
- [53] L. C. Brinson, I. Schmidt, R. Lammering, «Micro and macromechanical investigations of CuAlNi single crystal and CuAlMnZn polycrystalline shape memory alloys,» *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, vol. 13 , nº (12), p. 761–772, 2002.
- [54] N. Siredey, E. Patoor, M. Berveiller, A. Eberhardt, «Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. Part I. Intragranular interactions and behavior of the grain,» *Int. J. Solids Struct.* , vol. 36 , p. 4289–4315, (1999) .
- [55] S. Kajiwara, «Theoretical analysis of the crystallography of the martensitic transformation of BBC to 9R close-packed structure,» *Trans. Jpn. Inst. Met.* , vol. 17, p. 435–446, (1976).
- [56] J. J. Zhu a, K. M. Liew, «Description of deformation in shape memory alloys from DO3 austenite to 18R martensite by group theory,» *Acta Materialia*, vol. 51 , p. 2443–2456, (2003) .
- [57] S. N. Balo, M. Ceylan, M. Aksoy, «Effects of deformation on the microstructure of a Cu–Al–Be shape memory alloy,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 311 , p. 151–156, (2001) .
- [58] S. Belkahla, (Ph.D. thesis), Lyon: INSA, 1990..
- [59] H. Flores, (Ph.D. thesis), Lyon: Inst. Nat. Sc. Appl., 1993..

- [60] A. Tidu, A. Eberhardt, B. Bolle, F. Moreau, J.-J. Heizmann, «Orthorhombic lattice deformation of CuAlBe shape-memory single crystals under cyclic strain,» *J. Appl. Cryst.*, vol. 34 , p. 722–729, (2001).
- [61] Struers, «Struers Ensuring Certainty,» 2015. [En línea]. Available: [http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=3&main\\_id=10&doc\\_id=182&target=\\_self&admin\\_language=22](http://www.struers.com/default.asp?top_id=3&main_id=10&doc_id=182&target=_self&admin_language=22).
- [62] M. Estrada, Diseño y desarrollo del hardware y software para un equipo mecánico-óptico para pruebas de flexión insitu en materiales, México D.F.: FES Aragón UNAM, 2011.
- [63] B. Kaouache, Analyse Multiechelles de la transformation martensitique, Metz Paris: Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux ENSAM, 2006.
- [64] J. Cortés-Pérez, J.G. González, J. Carrera, H. Flores., «Mathematical analysis of experimental results in polycrystalline shape memory samples subject to a simple uniaxial tension test» de *The 8th European Symposium on Martensitic Transformations*, ESOMAT, 2009, pp. 1-6.

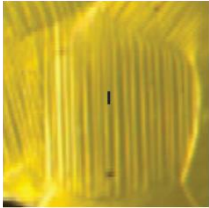
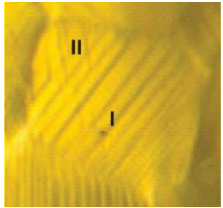
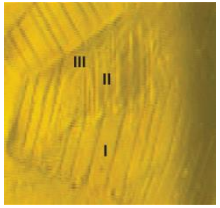
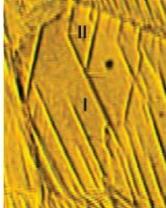
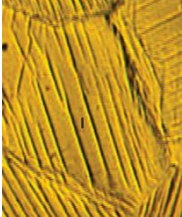
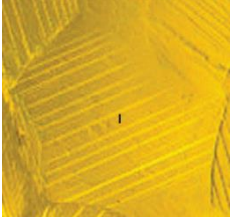
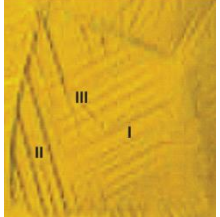
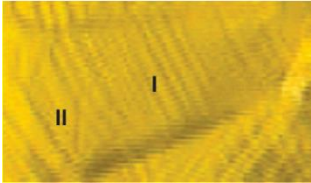
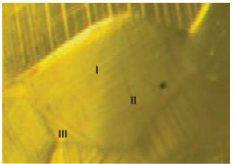
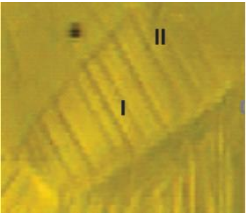
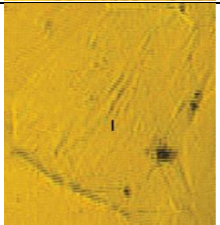
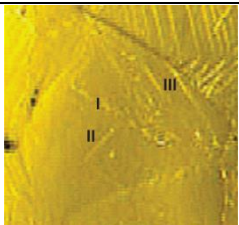
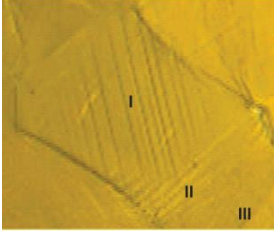
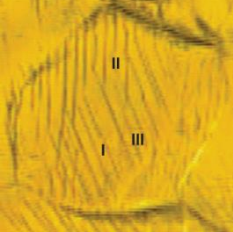
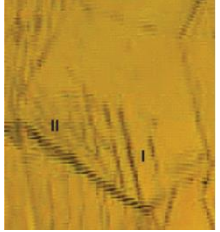
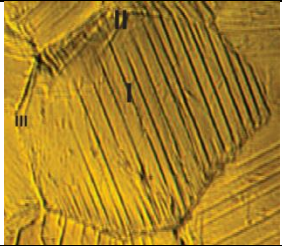
Anexos

1. VMs formadas por grano en muestras P, P<sub>1</sub> y P<sub>2</sub>.

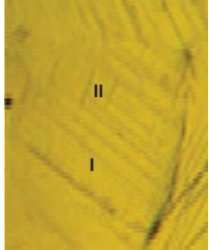
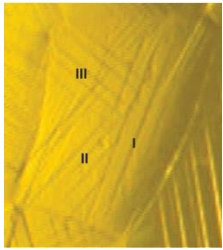
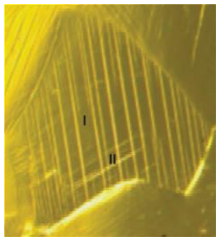
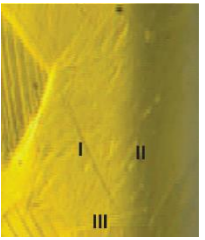

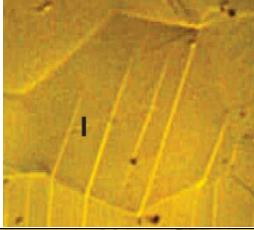
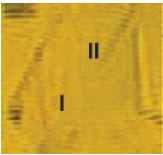
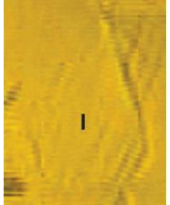
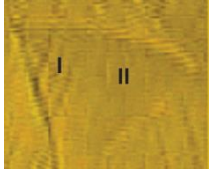
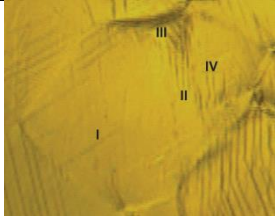
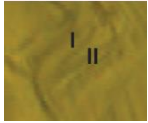
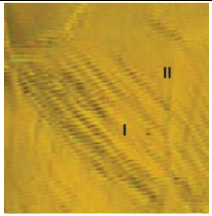
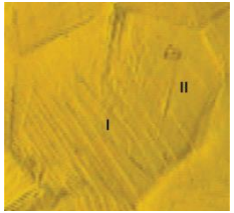
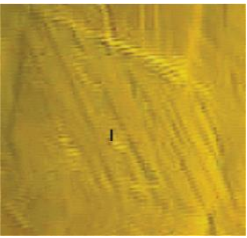
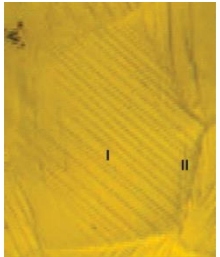
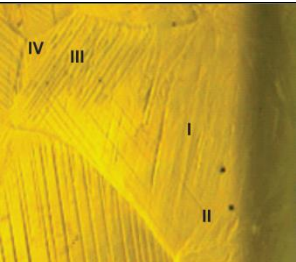
VMs formadas por grano en policristal P							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
3		4		5		6	
7		9		10		11	
13		20		21		23	
25		27		29		30	



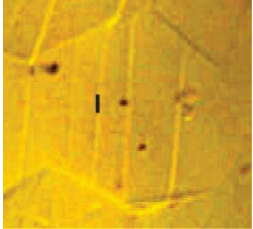
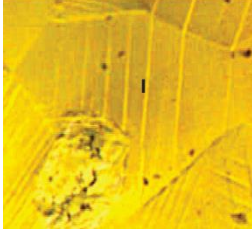
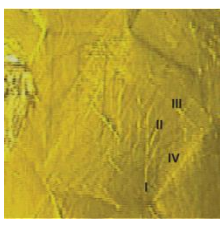
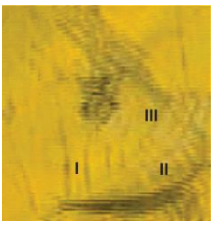
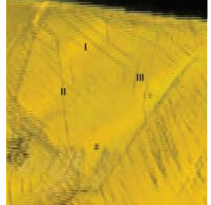
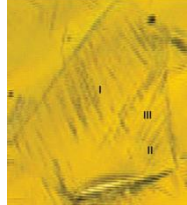
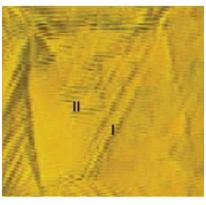
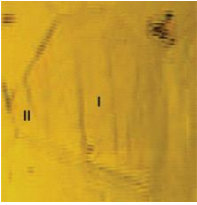
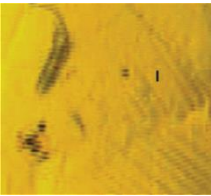
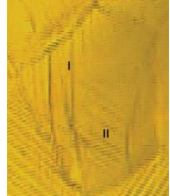
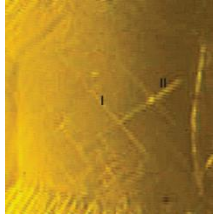
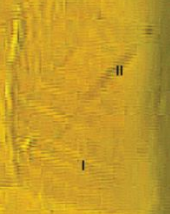
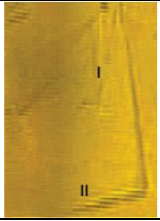
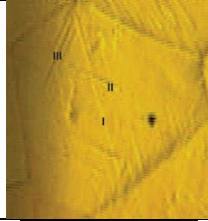
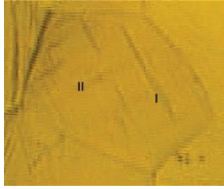
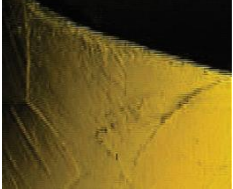
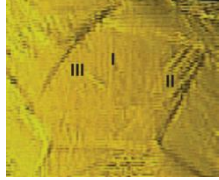
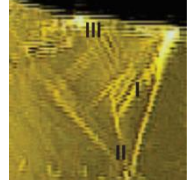
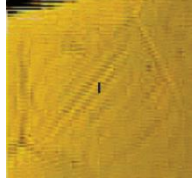
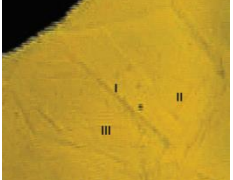
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

VMs formadas por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
31		32		33		42	
43		44		45		48	
50		51		57		58	
59		61		62		63	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

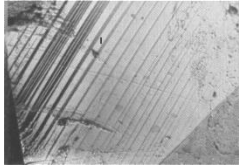

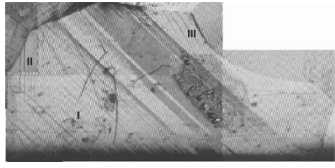
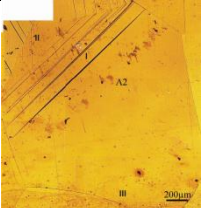
VMs formadas por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
65		66		67		68	
70		76		78		79	
80		81		84		85	
86		87		88		89	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

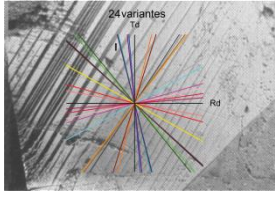
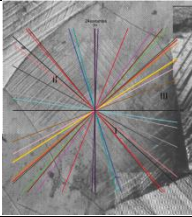
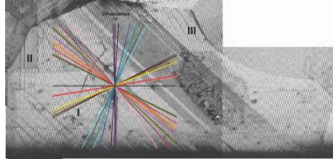
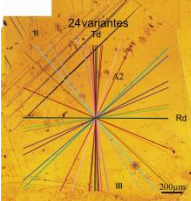
VMs formadas por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
94		96		97		98	
99		100		101		104	
105		106		107		108	
110		111		113		114	
115		117		126		128	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.


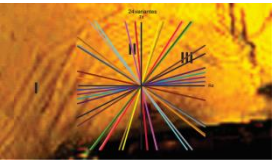
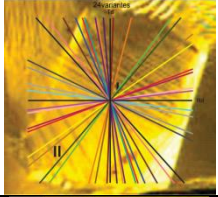

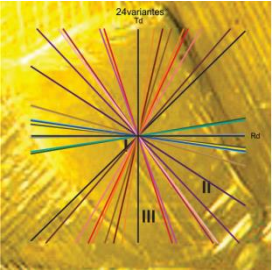
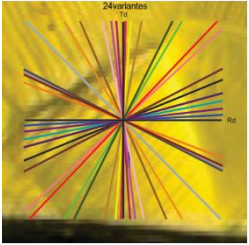
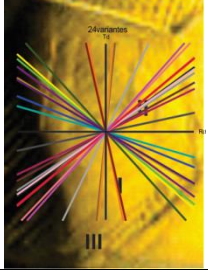
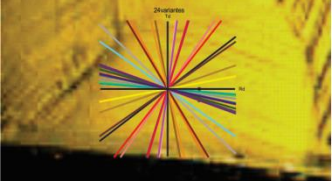
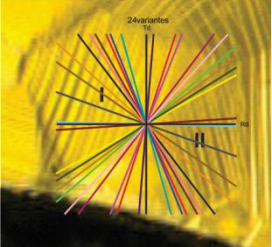
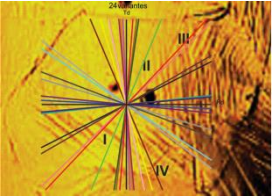
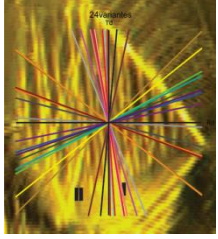
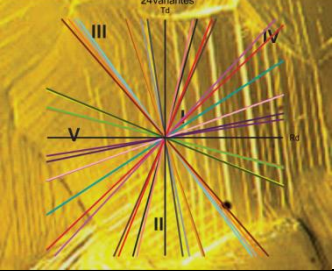
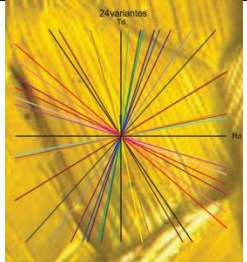
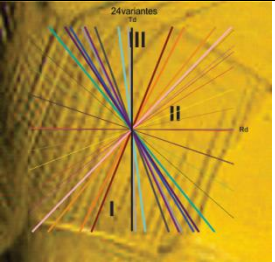
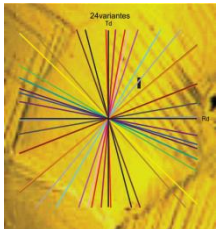
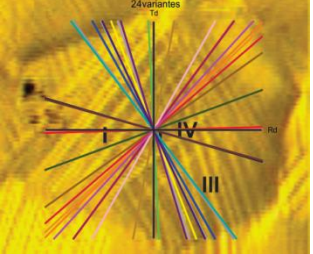
---

VMs formadas por grano en policristales P <sub>1</sub> y P <sub>2</sub>						
Muestra	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
P <sub>1</sub>	A1		B1		C1	
P <sub>2</sub>	A2		-	-	-	-

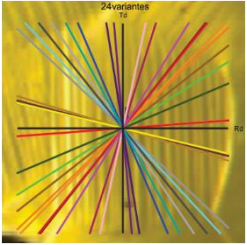
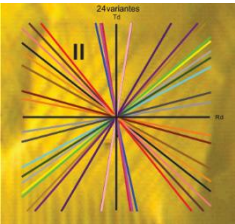
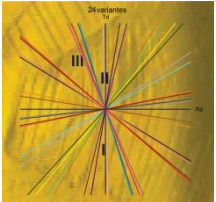
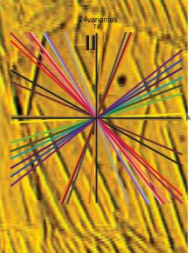
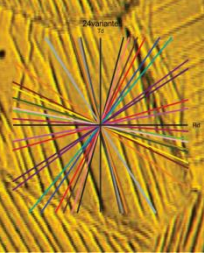
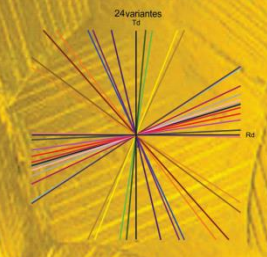
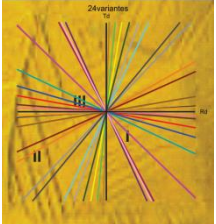
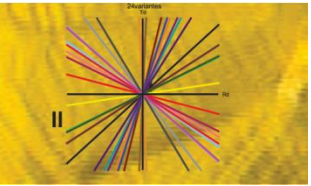
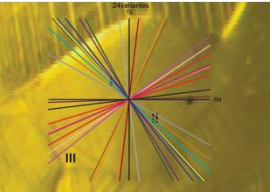
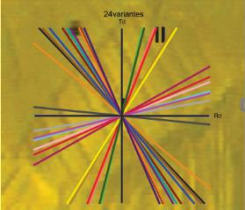
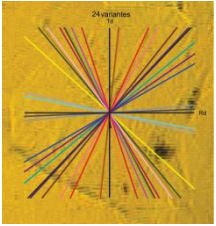
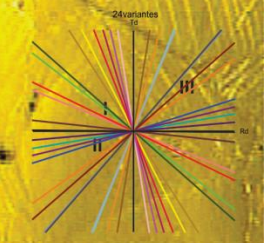
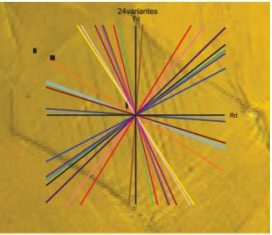
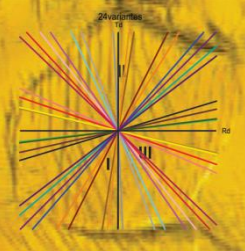
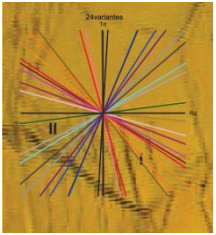
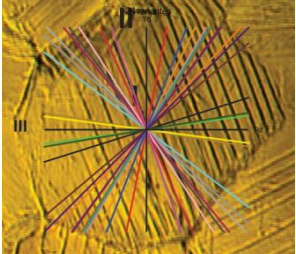
2. Graficas de las 24 VMs por grano en muestras P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> y P

24 VMs por grano en policristales P <sub>1</sub> y P <sub>2</sub>						
Muestra	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
P <sub>1</sub>	A1		B1		C1	
P <sub>2</sub>	A2		-	-	-	-

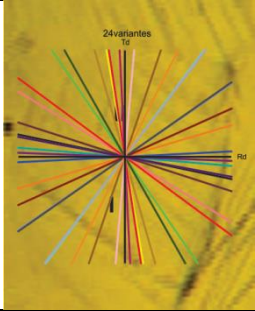
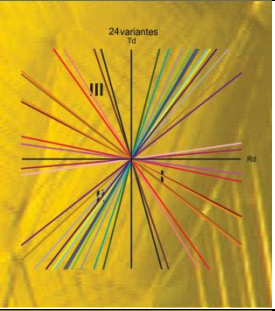
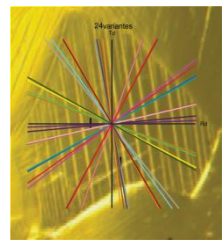
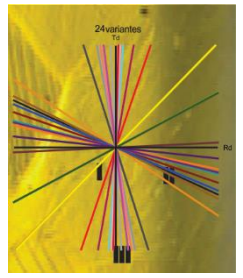
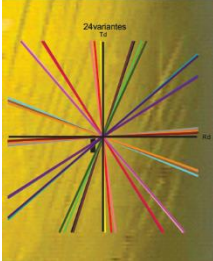
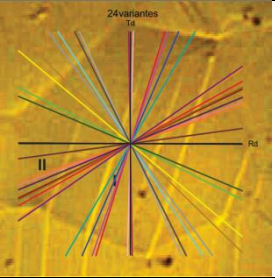


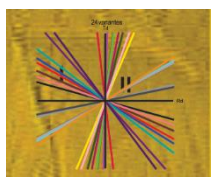
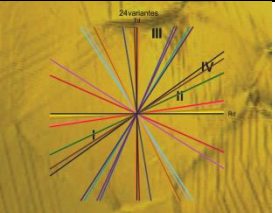
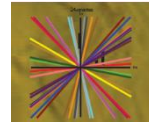
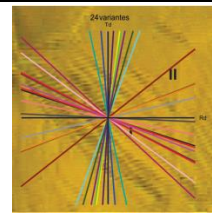
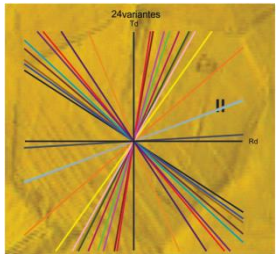
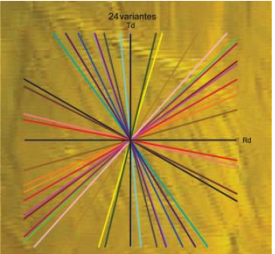
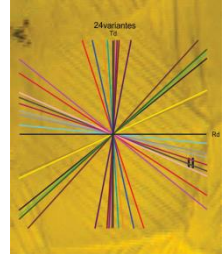

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

24 VMs por grano en policristal P							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
3		4		5		6	
7		9		10		11	
13		20		21		23	
25		27		29		30	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

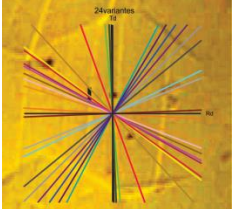
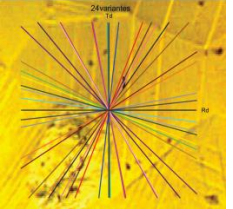
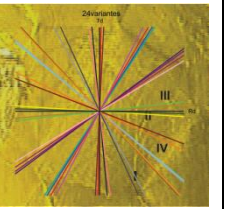
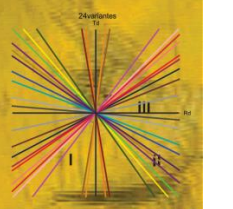
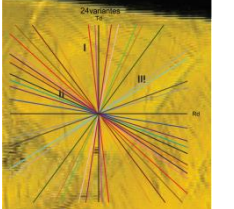
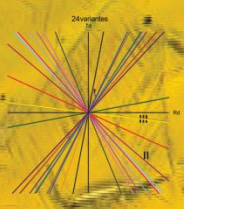
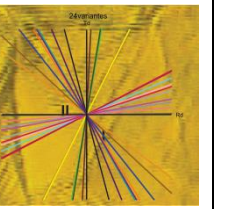
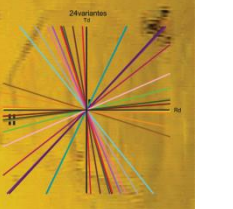
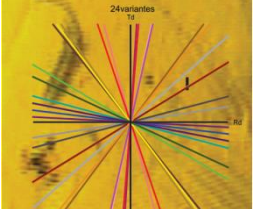
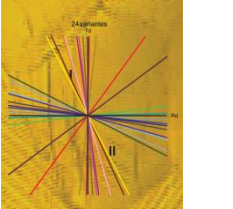
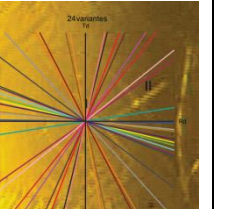
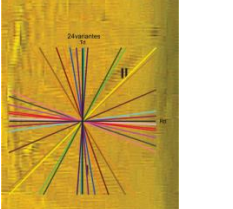

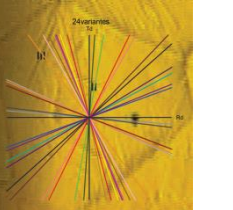
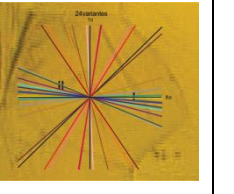
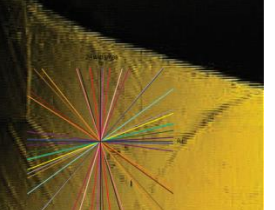
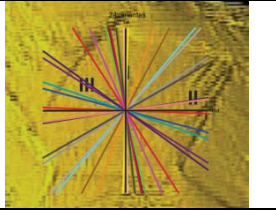
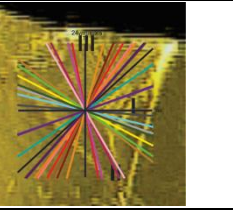
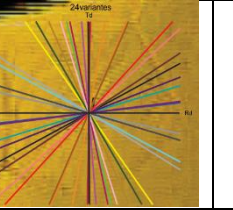
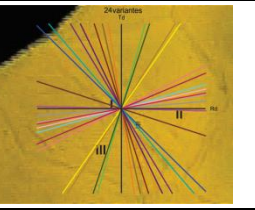
24 VMs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
31		32		33		42	
43		44		45		48	
50		51		57		58	
59		61		62		63	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

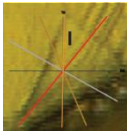
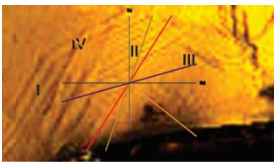
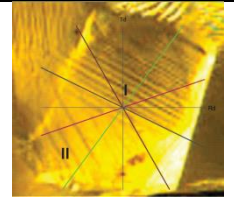
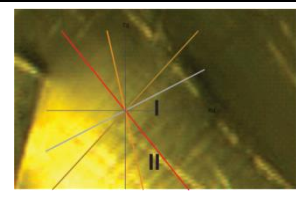
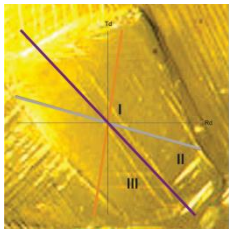
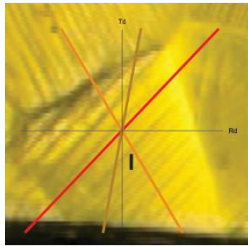
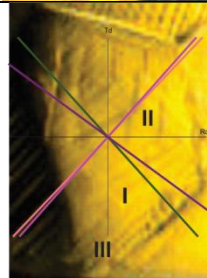
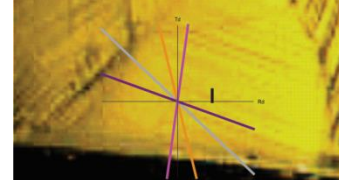
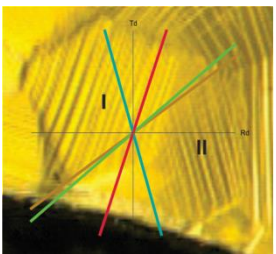
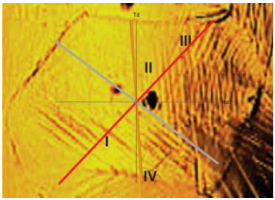
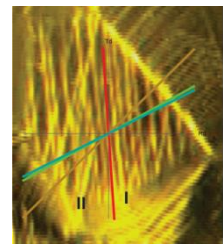
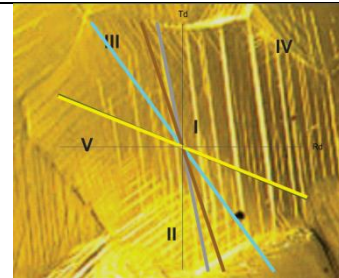
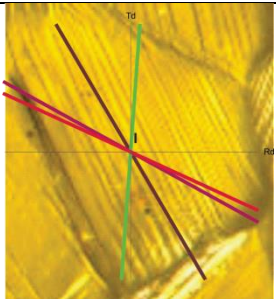
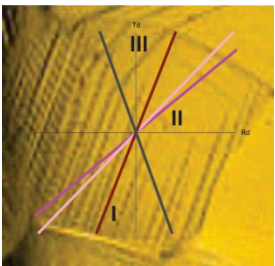
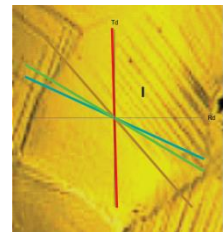
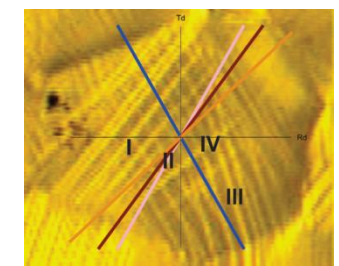
24 VMs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
65		66		67		68	
70		76		78		79	
80		81		84		85	
86		87		88		89	



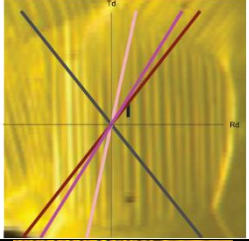
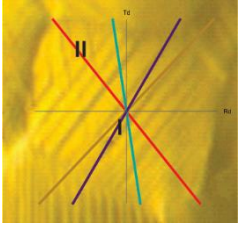
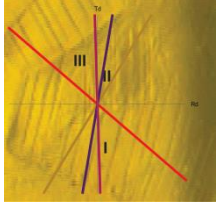
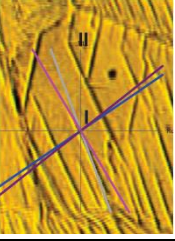
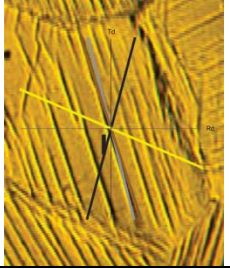
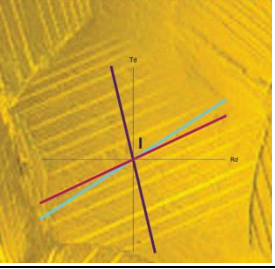
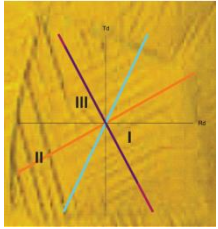
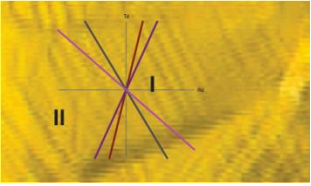
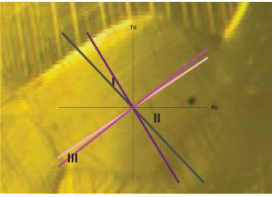
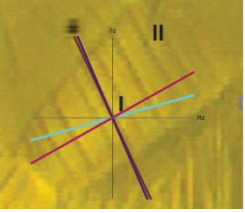
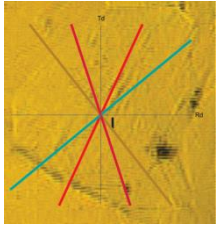
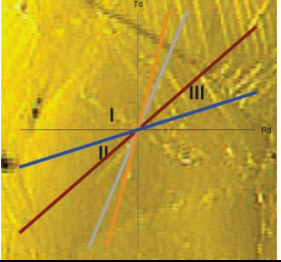
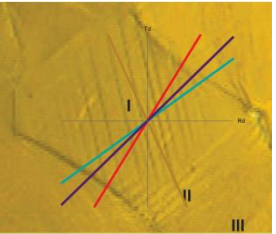
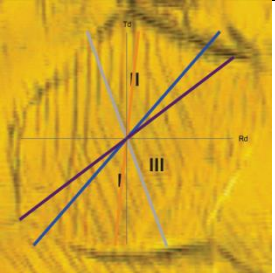
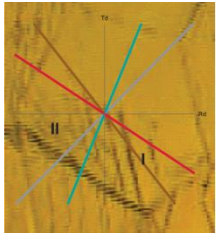
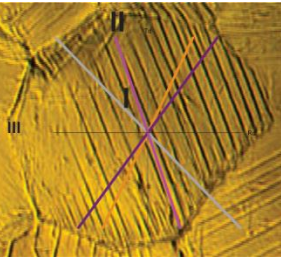
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

24 VMs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
94		96		97		98	
99		100		101		104	
105		106		107		108	
110		111		113		114	
115		117		126		128	

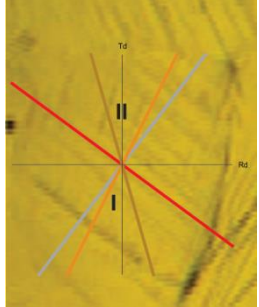
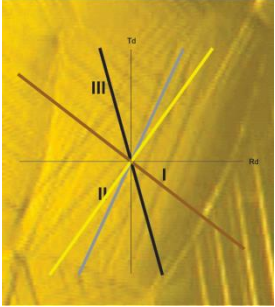
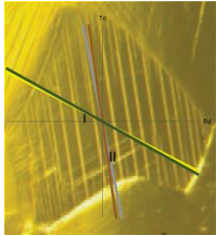
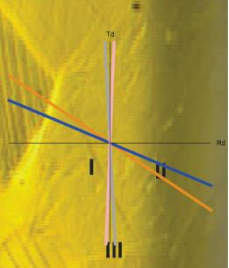
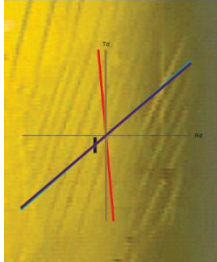
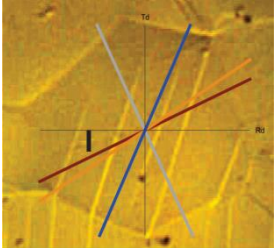
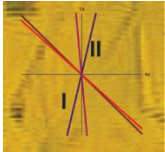
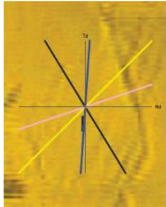
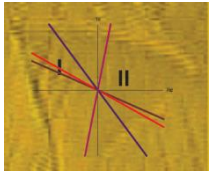
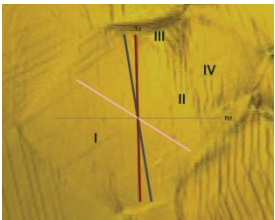
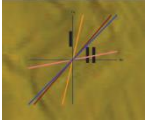
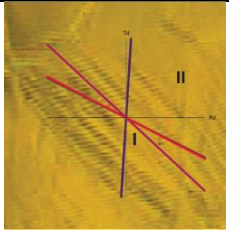
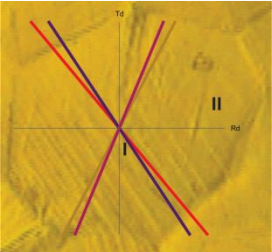
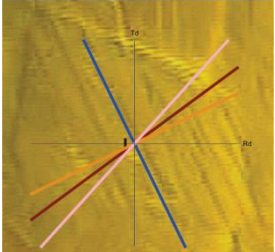
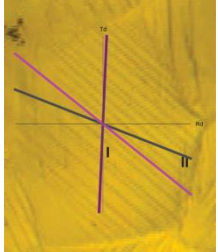
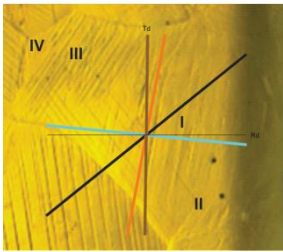
3. Comparación de variantes con valores más grandes de *FS* en granos de muestras P, P1 y P2.

Policristal P							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
3		4		5		6	
7		9		10		11	
13		20		21		23	
25		27		29		30	

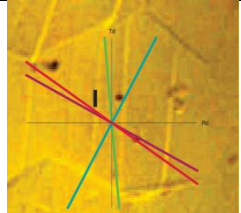
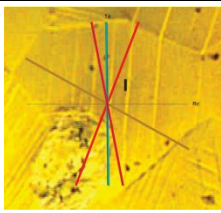
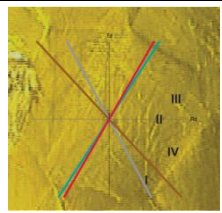
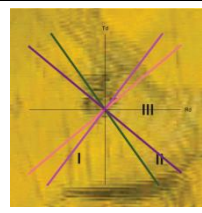
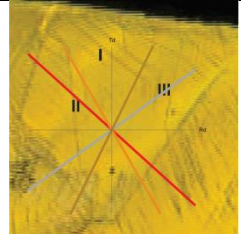
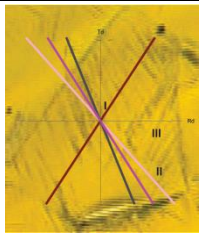
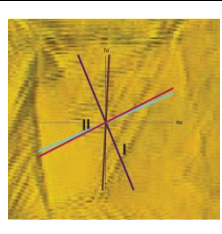
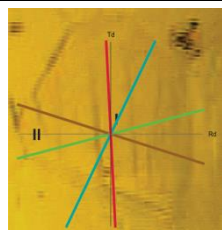
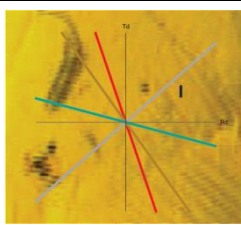
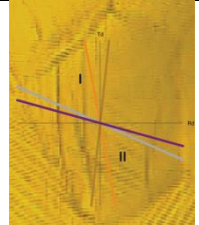
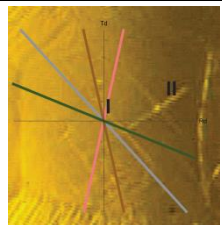
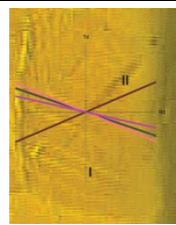
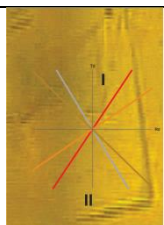
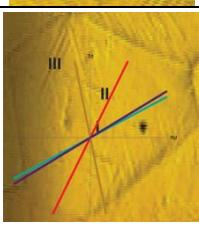
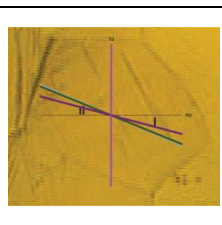
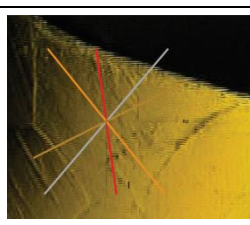
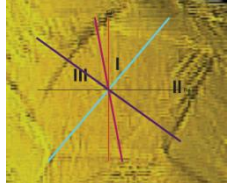
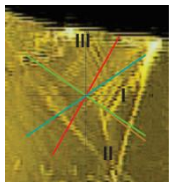
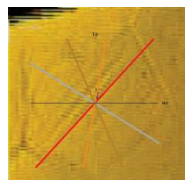
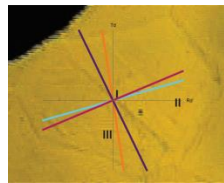
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

Policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
31		32		33		42	
43		44		45		48	
50		51		57		58	
59		61		62		63	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

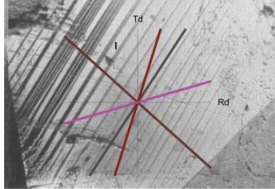
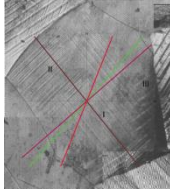
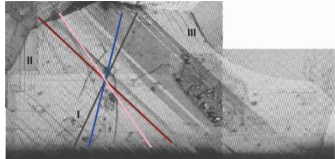
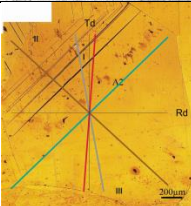
Policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
65		66		67		68	
70		76		78		79	
80		81		84		85	
86		87		88		89	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

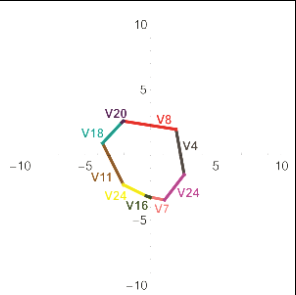
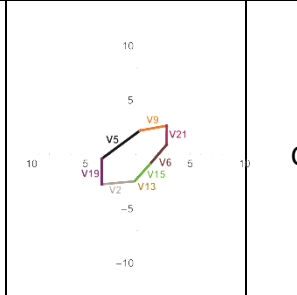
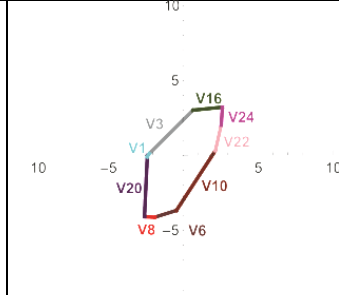
Policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
94		96		97		98	
99		100		101		104	
105		106		107		108	
110		111		113		114	
115		117		126		128	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

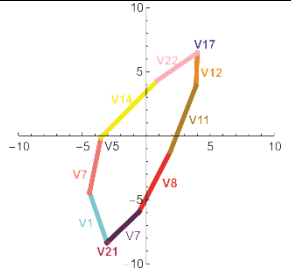
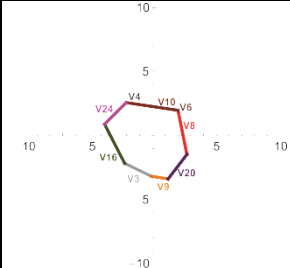
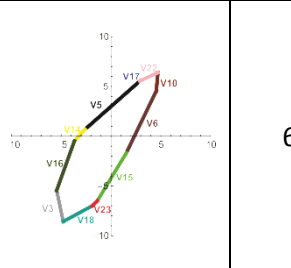
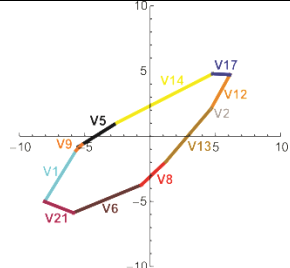
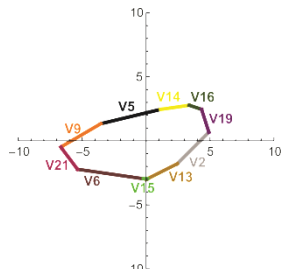
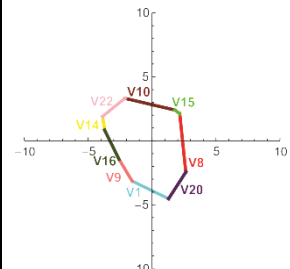
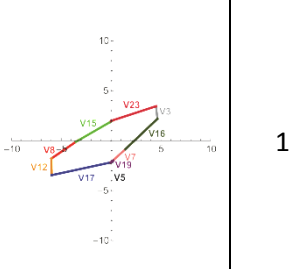
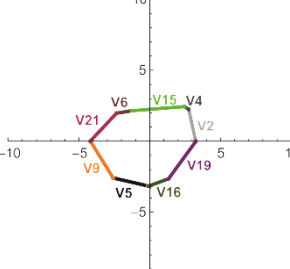
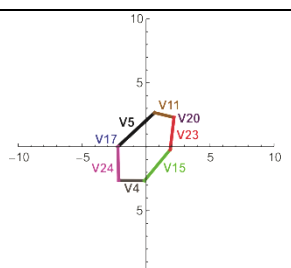
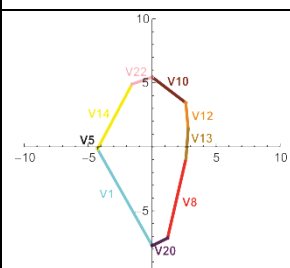
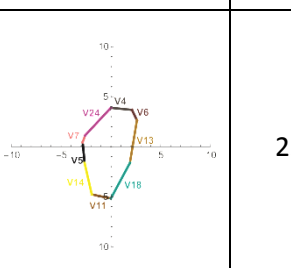
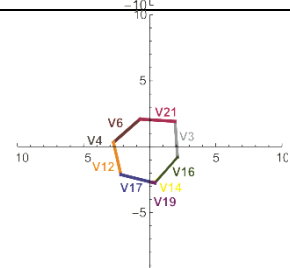
---

Variantes formadas por grano en policristales P1 y P2						
Muestra	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
P1	A1		B1		C1	
P2	A2		-	-	-	-

4. *STD* en muestras P1, P2 y P.

STDs por grano en policristales P1 y P2						
Muestra	Grano	STD	Grano	STD	Grano	STD
P1	A1		B1		C1	
	P2	A2	-	-	-	-

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

STDs por grano en policristal P							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
3		4		5		6	
7		9		10		11	
13		20		21		23	

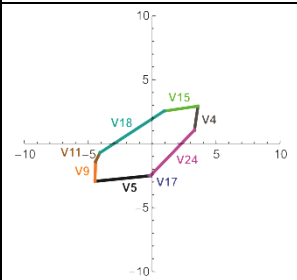
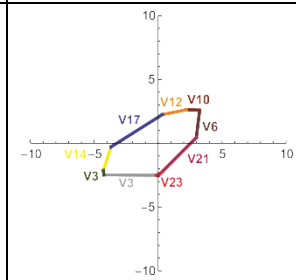
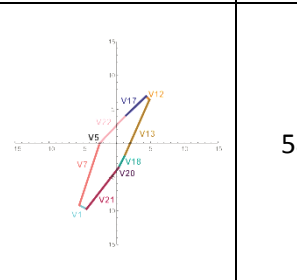
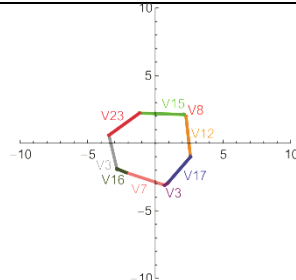
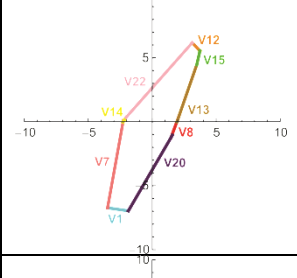
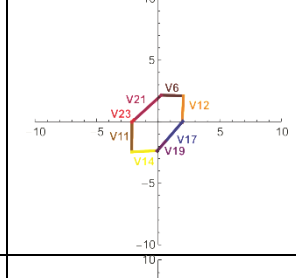
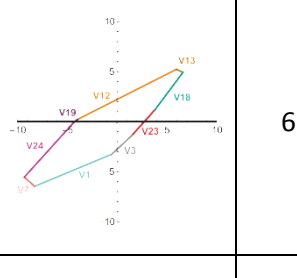
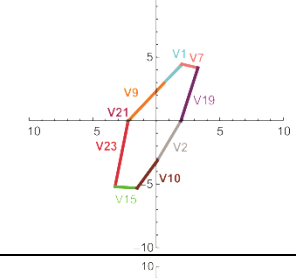
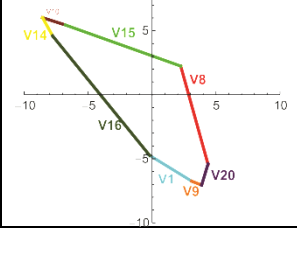
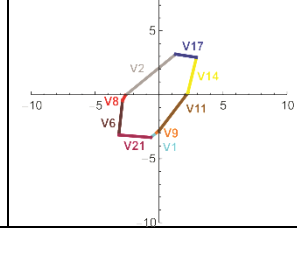
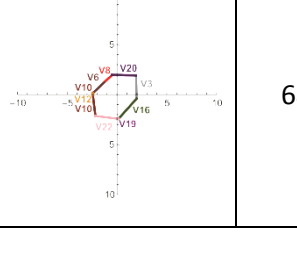
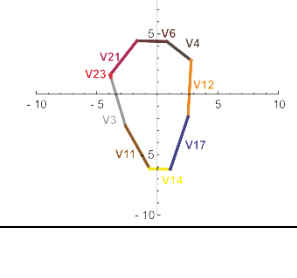


Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

STDs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
25		27		29		30	
31		32		33		42	
43		44		45		48	

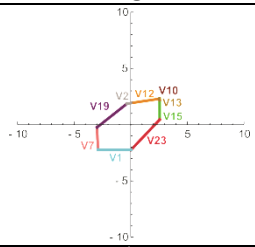
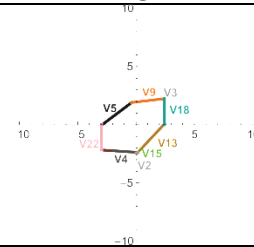
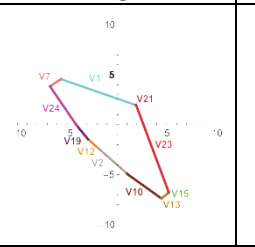
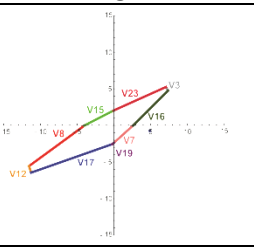
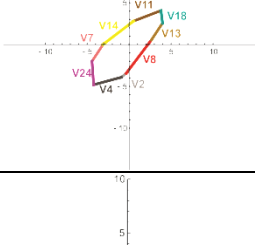
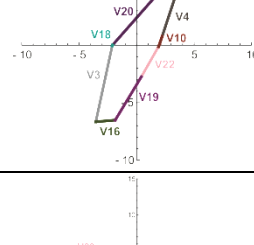
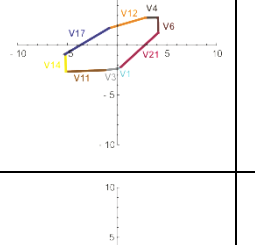
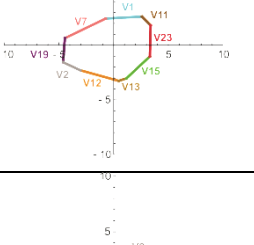
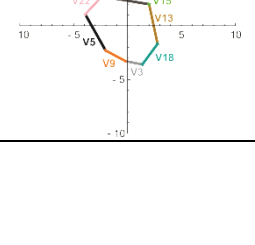
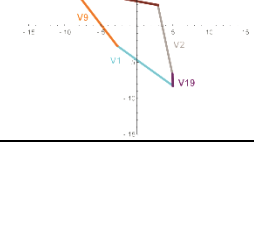
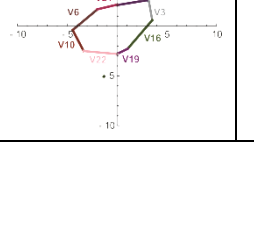
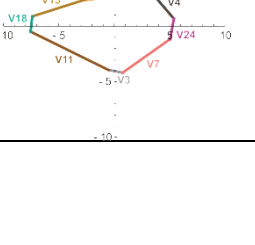
Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

STDs por grano en policristal P (continuación)

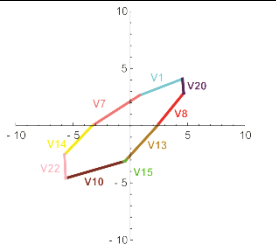
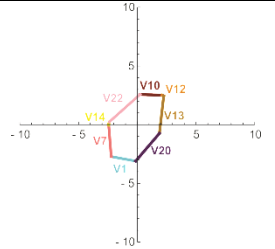
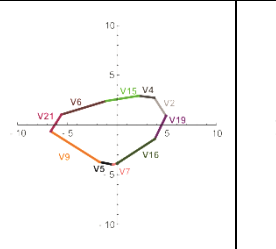
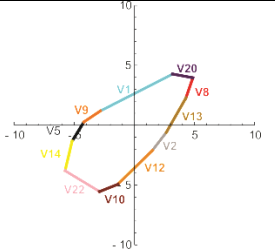
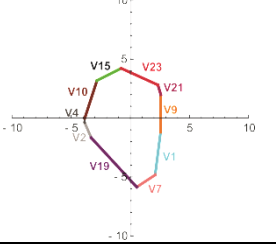
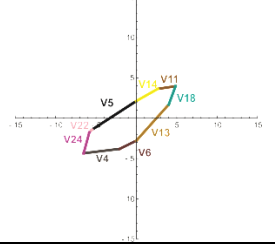
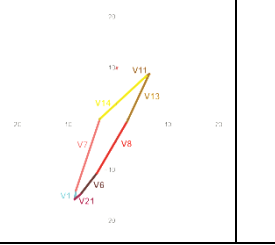
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
50		51		57		58	
59		61		62		63	
65		66		67		68	

STDs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
70		76		78		79	
80		81		84		85	
86		87		88		89	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
F. N. García-Castillo.

<i>STDs por grano en policristal P (continuación)</i>							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
94		96		97		98	
99		100		101		104	
105		106		107		108	

Estudio de las interacciones intergranulares durante la TMIE en MMF policristalinos  
 F. N. García-Castillo.

STDs por grano en policristal P (continuación)							
Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen	Grano	Imagen
110		111		113		114	
115		117		126		128	