



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO**

---

---

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA**

*“ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO  
MECÁNICO DE UN MATERIAL CON MEMORIA DE FORMA.”*

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:**

**DOCTOR EN INGENIERÍA**

**P R E S E N T A :**

**M. en I. FRANCISCO MANUEL SÁNCHEZ ARÉVALO**



**DIRECTOR DE TESIS: DR. GUILLERMO PULOS CÁRDENAS**

**MEXICO**

**2007**

## **Jurado Asignado:**

Presidente: DR. LUIS ALEJANDRO FERRER ARGOTE

Secretario: DR. ARTURO BARBA PINGARON

Vocal: DR. GUILLERMO PULOS CÁRDENAS

1<sup>er</sup>. Suplente: DR. JORGE CARRERA BOLAÑOS

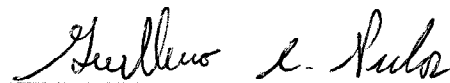
2<sup>do</sup>. Suplente: DR. FRANCISCO JAVIER SOLORIO ORDAZ

Lugar donde se realizó la tesis:

INSITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

### **TUTOR DE TESIS**

DR. GUILLERMO PULOS CÁRDENAS



---

**FIRMA**



# *A mis Padres*

*Tomasa y Policarpo por su apoyo, comprensión, cariño y todo su esfuerzo a lo largo de estos años.*

*A mis hermanas Margarita, María Eugenia y Teresa*

*A mis sobrinas Itzel, Laura, Alicia, Gabriela y Lorena*

*A mi sobrino Fernando*

*Y a toda la familia.*

*Con cariño, Francisco*



# Reconocimientos

Al Dr. Guillermo Pulos Cárdenas, director de esta tesis por la confianza y apoyo a lo largo de estos años.

A los miembros de mi comité tutorial, Dr. Luis Alejandro Ferrer Argote y Dr. Jorge Carrera Bolaños por sus observaciones y apoyo durante la realización de esta investigación.

A mis sinodales, Dr. Luis Alejandro Ferrer Argote, Dr. Jorge Carrera Bolaños, Dr. Guillermo Pulos Cárdenas, Dr. Arturo Barba Pingarrón y Dr. Francisco Javier Solorio Ordaz por los comentarios y sugerencias a este trabajo.



# Agradecimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México por brindarme una educación gratuita y de excelencia.

A la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Ingeniería por darme la oportunidad de superarme académicamente en sus aulas y laboratorios.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por facilitar sus instalaciones y equipos para la realización de este proyecto y por la beca otorgada para concluir mis estudios de doctorado.

A CONACyT y DGEP por las becas otorgadas durante la realización de mi doctorado.

Este proyecto se desarrolló con financiamiento de los proyectos , IN110601, IN1106005 e IX121504 de PAPIIT DGAPA-UNAM y NC-204 de CONACyT

Al laboratorio de Ingeniería Mecánica CTA por facilitar el equipo de extensometría eléctrica y todo el apoyo que brindaron a este proyecto. En especial al Dr. Jacinto Cortés Pérez.

Al CIMAV Chihuahua, en especial al Dr. Horacio Flores Zuñiga, por su apoyo para realizar los análisis químicos de la aleación.

Al laboratorio de mecánica experimental de la División de Estudios de Posgrado de la Facultad de Ingeniería. En especial al Dr. Mario Acosta Flores.

Al Dr. Gabriel Torres Villaseñor por facilitar el microscopio de barrido y realizar pruebas de tensión in situ.

Al Dr. Enrique Geffroy Aguilar por su ayuda en la impresión de esta tesis y por todos los consejos en momentos difíciles que en todo proyecto se presentan.

Al Dr. Marco Reyes Huesca por su apoyo y consejos al programar en Mathematica.

Al M. en I. Gabriel A. Lara por su ayuda y experiencia en la fabricación de la aleación. Al Ing. Jesús Camacho, Lic. Irma Vieira y a Rafael García por el apoyo técnico y administrativo brindado a este trabajo.

Al Sr. Miguel Pineda y al Sr. Adrian Gallardo y a todos sus colaboradores en el taller que con su trabajo hicieron posible que este proyecto se realizara de la mejor manera posible.

Al Ing. Fernando Molina y al Sr. Miguel Díaz por su apoyo en el maquinado en control numérico.

A la M. en I. Sandra Pascual, Ing. Felipe Lugo e Ing. Alfredo Pérez por su ayuda al programar en LabVIEW. Al Ing. Gerardo Guevara., al Ing. Cain González y al Ing. Victor Gómez por su apoyo y conocimientos computacionales.

A la Q. Carmen Vázquez Ramos por las pruebas de calorimetría realizadas.

A la Lic. Sara Jiménez Cortés por su apoyo en la búsqueda bibliográfica. A la Lic. Carmen Vázquez Caballero por su apoyo en el departamento de recursos humanos del IIM.

Al Dr. Juan Hernández Cordero, al Dr. Roberto Zenit Camacho, Dr. Hector Domínguez y al Dr. Guillermo Pulos Cárdenas por sus consejos y por establecer un ambiente cordial durante todo este tiempo.

A la Dra. Monserrat Bizarro Sordo por su amor y esos ojos lindos que me inspiran a seguir trabajando con mucho empeño y dedicación.

A mis compañeros y amigos Eréndira Pereyra, Violeta Márquez, Andréa, Wendi López, Citlali Aké, Omar Novelo, Gabriel Lara, Raúl Ortega, Fernando Velázquez, Jesús Ramírez, Miguel Suarez, Oscar Reyes, José Antonio Souza, Javier Pérez, Miguel Jiménez, Marco Reyes, León Arteaga, Felipe Lugo, Néstor Martínez, Gilberto, Manuel Farfán, Edgar Alvarez, Curt, Martín Sobral, Daniel Chehata, Carlos Palacios, René Ledesma y a todos los *primates* por su amistad y por que siempre hicieron más ameno este tiempo.





# Índice general

<b>Reconocimientos</b>	<b>III</b>
<b>Agradecimientos</b>	<b>V</b>
<b>Resumen</b>	<b>IX</b>
<b>Abstract</b>	<b>XI</b>
<b>Introducción</b>	<b>XIII</b>
<b>1. Antecedentes</b>	<b>1</b>
1.1. Materiales con memoria de forma(MMF) . . . . .	1
1.2. Transformación martensítica . . . . .	1
1.2.1. Transformación martensítica inducida por temperatura, esfuerzo o combinación de ambos . . . . .	2
1.3. Comportamiento termomecánico de los MMF . . . . .	4
1.3.1. Anisotropía mecánica de los MMF . . . . .	5
1.3.2. Estado de esfuerzo en tensión uniaxial . . . . .	6
1.4. Aleaciones base cobre . . . . .	8
1.5. Estado del arte en el sistema Cu-Al-Be . . . . .	8
1.5.1. Aparición de la aleación Cu-Al-Be . . . . .	10
1.5.2. Caracterización metalúrgica y mecánica . . . . .	10
1.5.3. Aplicaciones del Cu-Al-Be . . . . .	12
<b>2. Metodología y técnicas experimentales</b>	<b>15</b>
2.1. Fabricación de la aleación . . . . .	15

2.1.1.	Fundición . . . . .	15
2.1.2.	Tratamiento termomecánico: Laminado y betatizado . . . . .	16
2.2.	Caracterización de la aleación . . . . .	18
2.2.1.	Análisis químico . . . . .	18
2.2.2.	Calorimetría diferencial de barrido (DSC) . . . . .	19
2.2.3.	Metalografía . . . . .	20
2.2.4.	Difracción de rayos $X$ . . . . .	21
2.2.5.	Microscopía electrónica de barrido (MEB) . . . . .	22
2.3.	Microscopía de fuerza atómica (MFA) . . . . .	23
2.4.	Pruebas de tensión . . . . .	24
2.4.1.	Sensor de desplazamiento LVDT . . . . .	27
2.4.2.	Sensor de fuerza . . . . .	27
2.4.3.	Sistema óptico . . . . .	28
2.5.	Correlación de imágenes digitales . . . . .	28
2.6.	Medición de deformación y propiedades mecánicas . . . . .	30
2.6.1.	Extensómetro eléctrico . . . . .	30
2.6.2.	Sensor de desplazamiento . . . . .	31
2.6.3.	Campo hiperbólico . . . . .	32
2.6.4.	Extensómetro óptico . . . . .	33
2.6.5.	Flujo óptico . . . . .	34
2.6.6.	Macro- micro . . . . .	34
<b>3.</b>	<b>Resultados</b>	<b>37</b>
3.1.	Fabricación de la aleación . . . . .	37
3.1.1.	Fundición . . . . .	37
3.1.2.	Tratamiento termomecánico: laminado y betatizado . . . . .	37
3.2.	Caracterización de la aleación . . . . .	38
3.2.1.	Análisis químico . . . . .	38
3.2.2.	Calorimetría diferencial de barrido (DSC) . . . . .	39
3.2.3.	Metalografía . . . . .	40
3.2.4.	Difracción de rayos $X$ . . . . .	40
3.2.5.	Microscopía electrónica de barrido (MEB) . . . . .	42

3.3. Microscopía de fuerza atómica (MFA) . . . . .	43
3.4. Pruebas de tensión . . . . .	43
3.4.1. Experimentos preliminares en CuAlBe . . . . .	45
3.4.2. Calibración del equipo . . . . .	45
3.5. Validación del equipo y CID . . . . .	49
3.5.1. Desplazamiento: LVDT vs CID . . . . .	49
3.5.2. Deformación en un material convencional . . . . .	51
3.5.3. Deformación en un material biológico . . . . .	56
3.6. Deformación en un MMF: CuAlBe . . . . .	63
3.6.1. Comportamiento macromecánico del CuAlBe . . . . .	63
3.6.2. Comportamiento micromecánico del CuAlBe . . . . .	66
<b>4. Conclusiones</b>	<b>83</b>
4.1. Trabajo a Futuro . . . . .	84



# Índice de figuras

1.1. Temperaturas críticas de la transformación martensítica . . . . .	2
1.2. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación. . . . .	3
1.3. Efecto superelástico. . . . .	4
1.4. Anisotropía elástica . . . . .	5
1.5. Anisotropía transformacional y anisotropía por mezcla de fases . . . . .	6
1.6. Efecto de la anisotropía mecánica en el módulo elástico . . . . .	8
1.7. Número de granos vs anisotropía . . . . .	9
1.8. Difractograma para Cu-Al-Be obtenido por Jurado et al. . . . .	11
2.1. Horno de inducción. . . . .	16
2.2. Laminado en caliente. . . . .	17
2.3. Esquema del tratamiento térmico "betatizado". . . . .	18
2.4. Diagrama del proceso de absorción atómica . . . . .	19
2.5. Espectrómetro de absorción atómica . . . . .	19
2.6. Equipo de calorimetría diferencial de barrido . . . . .	20
2.7. Fenómeno de difracción . . . . .	21
2.8. Equipo rayos X . . . . .	22
2.9. Esquema del microscopio electrónico de barrido . . . . .	23
2.10. Diagrama de microscopía de fuerza atómica . . . . .	25
2.11. Microscopio de fuerza atómica . . . . .	25
2.12. Geometría de la probeta . . . . .	26
2.13. Dispositivo experimental . . . . .	26
2.14. Construcción del LVDT . . . . .	27
2.15. Celda de carga . . . . .	28

2.16. Representación de una imagen digital . . . . .	29
2.17. Descripción del flujo óptico . . . . .	29
2.18. Esquema de un extensómetro eléctrico . . . . .	31
2.19. Extensómetro óptico . . . . .	34
2.20. Flujo óptico . . . . .	35
2.21. Integración del flujo óptico . . . . .	36
3.1. Lingote de Cu-Al-Be . . . . .	38
3.2. Láminas de Cu-Al-Be . . . . .	39
3.3. Temperaturas críticas determinadas por DSC . . . . .	40
3.4. Metalografía de canto de una probeta de Cu-Al-Be . . . . .	41
3.5. Difractograma para Cu-Al-Be . . . . .	41
3.6. Variantes de martensita favorecidas con la dirección de aplicación de la carga . . . . .	42
3.7. Variante de martensita, en el canto de la probeta, favorecida con la dirección de aplicación de la carga . . . . .	43
3.8. Aguja de martensita en MFA . . . . .	44
3.9. Aguja de martensita en 3D MFA . . . . .	44
3.10. Curva esfuerzo deformación e imágenes asociadas . . . . .	46
3.11. Campos de desplazamiento . . . . .	47
3.12. Calibración del LVDT . . . . .	47
3.13. Calibración de la celda de carga . . . . .	48
3.14. Rejilla de calibración . . . . .	48
3.15. Tamaño del pixel . . . . .	49
3.16. Campos de traslación . . . . .	50
3.17. Probeta de aluminio con extensómetro eléctrico . . . . .	51
3.18. Curva esfuerzo vs deformación e imágenes asociadas en el aluminio . . . . .	52
3.19. Campos de desplazamiento obtenidos por CID . . . . .	54
3.20. Deformaciones medidas por distintas técnicas en aluminio . . . . .	55
3.21. Módulo elástico del aluminio obtenido por distintas técnicas . . . . .	55
3.22. Módulo elástico del aluminio a nivel macro y micromecánico . . . . .	56
3.23. Válvulas cardíacas de pericardio bovino . . . . .	57
3.24. Probeta de pericardio bovino . . . . .	58

3.25. Curva esfuerzo deformación e imágenes asociadas en el pericardio . . . . . 59

3.26. Campos de desplazamiento en pericardio bovino asociados a la prueba de  
tensión uniaxial . . . . . 61

3.27. Deformaciones medidas por distintas técnicas en pericardio . . . . . 62

3.28. Módulo elástico del pericardio bovino medido por distintas técnicas . . . . . 62

3.29. Módulo elástico del pericardio bovino a nivel macro y micromecánico . . . . . 63

3.30. Curva esfuerzo deformación del CuAlBe . . . . . 65

3.31. Regiones estudiadas por ciclos . . . . . 67

3.32. Mosaicos a distintos niveles de carga . . . . . 71

3.33. Curvas esfuerzo vs razón de elongación para distintos ciclos . . . . . 72

3.34. Curva de deformación del CuAlBe por diversos métodos . . . . . 73

3.35. Imágenes de la superficie de la probeta durante la carga . . . . . 75

3.36. Imágenes de la superficie de la probeta durante la descarga . . . . . 76

3.37. Campos de desplazamiento durante la carga . . . . . 78

3.38. Campos de desplazamiento durante la descarga . . . . . 79

3.39. Curvas deformación vs punto para el ciclo 9 . . . . . 80

3.40. Módulo elástico durante la carga y descarga eliminando los dos primeros y  
los últimos puntos de la curva en el ciclo C9 . . . . . 81

3.41. Módulo elástico durante la carga en el ciclo C9 . . . . . 81





# Índice de tablas

2.1. Composición química teórica . . . . .	15
3.1. Composición química real . . . . .	38
3.2. Temperaturas de transformación . . . . .	39
3.3. Parámetros de traslación recuperados . . . . .	50
3.4. Pendientes de las fases . . . . .	64



# Resumen

El desarrollo y estudio de nuevos materiales permiten generar nuevas aplicaciones tecnológicas. Dentro de los nuevos materiales se encuentran los materiales con memoria de forma también llamados *inteligentes*, ya que éstos pueden funcionar como sensores y actuadores al mismo tiempo. La aplicación de estos materiales abarca varios campos. En la industria de la construcción se emplea este tipo de materiales como disipadores de energía. Además en la medicina, se emplean implantes de estos materiales para corregir la postura de huesos y para la fabricación de instrumentos quirúrgicos. En dichas aplicaciones los materiales inteligentes sustituyen a materiales convencionales debido a su comportamiento mecánico poco usual. A medida que este comportamiento mecánico se entienda mejor, se podrán desarrollar más aplicaciones que faciliten las tareas del ser humano.

En el presente trabajo se utilizó un material con memoria de forma del tipo CuAlBe. Parte de este trabajo consistió en la fabricación y caracterización de dicha aleación. La fabricación por fundición se llevó a cabo en un horno de inducción con atmósfera controlada. La fundición fue colada en una lingotera de cobre y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Del lingote obtenido, se cortaron pequeñas rebanadas que fueron laminadas en caliente hasta obtener láminas con espesores de 0.7 milímetros. Las láminas fueron maquinadas en forma de probetas para ensayos de tensión uniaxial. Las probetas fueron tratadas térmicamente para liberar esfuerzos y acentuar las propiedades de memoria de forma. En este punto se llevó a cabo gran parte de la caracterización del material a través de distintas técnicas. Entre ellas tenemos los siguientes: análisis químico, calorimetría diferencial de barrido, microscopía óptica, difracción de rayos x, microscopía electrónica de barrido, microscopía de fuerza atómica y prueba tensión uniaxial. Las primeras seis técnicas permitieron conocer parámetros del material como: la composición química, temperaturas críticas de transformación y algunos parámetros geométricos de la martensita inducida por esfuerzo.

Para la prueba de tensión uniaxial realizada se modificó un marco de carga comercial de la marca MTS. A este marco se le adaptó un sistema óptico, rieles, platinas de posicionamiento y una cámara digital que hicieron posible la adquisición de las imágenes sobre la superficie de la probeta. Además de las imágenes se adquirieron datos de fuerza, desplazamiento y deformación de manera simultánea. Con los datos adquiridos fue posible realizar un posprocesamiento de lo mismos y medir la deformación del material ensayado a un nivel micro y macromecánico. Cabe mencionar que para las pruebas de tensión uniaxial se realizó la calibración de cada uno de los sensores de medición empleados en el dispositivo

experimental y se llevó a cabo la validación de resultados al medir deformación en un material convencional con una técnica convencional como lo es extensometría eléctrica.

Con lo anterior fue posible estudiar el comportamiento micro y macromecánico de tres materiales. Un material convencional, un material biológico, y un material con memoria de forma (MMF); es decir, aluminio, pericardio bovino y CuAlBe; respectivamente.

Para el material convencional se obtuvieron valores de deformación que concuerdan tanto a nivel macro como microscópico. De ellos fue posible calcular su módulo elástico el cual resultó ser de 60 GPa. En el pericardio bovino, que es un material biológico al cual no se le puede adherir ningún tipo de extensómetro (eléctrico o mecánico), fue posible medir la deformación del material mediante correlación de imágenes digitales y con los criterios de deformación propuestos en este trabajo. De ello se obtuvo que el pericardio bovino cuenta con un módulo elástico de 160 MPa.

Respecto al CuAlBe, parte medular de esta investigación, se logró caracterizar la transformación martensítica de este material durante ensayos de tensión uniaxial utilizando correlación de imágenes digitales. Se observó que dicha técnica es capaz de medir deformaciones no homogéneas en el CuAlBe. Se ensamblaron mosaicos de imágenes que reflejan el comportamiento de las agujas de martensita donde se aprecia que el crecimiento de éstas no solo depende de la orientación del cristal sino que también depende del estado de esfuerzos al cual esté sometido el material. También se estudiaron los efectos de la transformación martensítica y su contribución al comportamiento mecánico en el material y con ello fue posible medir la deformación y calcular el módulo elástico en Cu-Al-Be a nivel micro y macromecánico para las fases involucradas: 110 GPa para la fase austenita y 27 GPa para la mezcla de fases.

# Abstract

The study and development of new materials have been used to forge new technology. Shape memory alloys (SMA's) have been cataloged as new materials with applications in fields like the construction industry where these materials have been used as mechanical elements of damping; in medicine, SMA's have been used for biomechanical prosthesis in order to correct the position of bones and also to make surgical instruments. In these applications, because of their mechanical, SMA's can substitute more efficiently, conventional materials. To get a better understanding of SMA's, new investigations are needed and new applications of these materials will satisfy the ever demanding human needs.

In this work a CuAlBe Polycrystalline SMA was employed and part of this work was the fabrication of the alloy. CuAlBe Polycrystalline SMA was melted in an induction furnace with Ar atmosphere. Small slices were cut from the ingot obtained by a melting process. The slices were hot-rolled to get thin sheets until the thickness was around 0.7 mm. From the thin sheets tensile specimens were machined in a CNC machine. Heat treatment was applied to the specimens to get the  $\beta$  phase stability. At this point the material was characterized using the following techniques: chemical analysis, differential screw calorimeter, optical microscopy, scanning electron microscopy, atomic force microscopy, x ray diffraction, and uniaxial tension test. With the first six characterization techniques the parameters obtained were: chemical composition, critical transformation temperatures and also some geometrical parameters of the stress-induced martensite.

A commercial MTS load frame was used for the uniaxial tension tests; an optical system, three x, y, z positioning stages and a digital camera were adapted to the frame in order to acquire digital images from the specimen surface. Beside the images, displacement, force and strain data were acquired too. With the acquired data a post processing of them was done. Hence strain measurements were done at micro and macromechanical level. It has to be pointed out that some calibration and validation experiments had to be done in order to get more accurate results.

Since the microscopic deformation behavior was assessed using digital imaged correlation with the material's natural optical texture, the study was extended to other materials: it was possible to study the micro and macromechanical behavior of conventional material—aluminum—, a biological material—bovine pericardium— and a shape memory material—CuAlBe—. Strain measurements were obtained for each material and they were congruent at micro and macromechanical level. In addition the elastic modulus of each material was calculated: the elastic modulus were 60 GPa for aluminum, 160 MPa for

bovine pericardium and 110 GPa for the CuAlBe austenitic phase and 27 GPa for the mixture of austenite and martensitic phases.

For the CuAlBe alloy, it was possible to characterize the martensitic transformation under uniaxial tension test using digital image correlation. This technique showed the non-homogeneous deformation in the CuAlBe alloy. The acquired images were assembled in order to study a bigger area than a single image. The mosaics showed that the martensitic plates growth tended to form bands thus showing a weaker dependence on crystal orientation.

# Introducción

El desarrollo y estudio de nuevos materiales representan una gran alternativa para sustituir a los materiales convencionales de manera más eficiente. Es por ello que hoy en día se han desarrollado una gran cantidad de investigaciones, teóricas y experimentales, que tratan de explicar el comportamiento de los nuevos materiales. Dentro de los nuevos materiales se encuentran los materiales con memoria de forma (MMF).

Los MMF se distinguen por tener un comportamiento mecánico no convencional ya que tienen la capacidad de recobrar su forma original, después de haber sido deformados de manera aparentemente plástica, mediante un simple calentamiento. Esta capacidad del material, junto con otras más, hace muy atractiva su aplicación en la solución de múltiples problemas prácticos; sin embargo, el comportamiento mecánico no convencional de estos materiales lleva consigo una gran complejidad en su predicción ya que es no lineal, altamente anisótropo, histerético y dependiente de la temperatura.

Actualmente existen un buen número de publicaciones que tratan de explicar y predecir el comportamiento de este tipo de materiales. Dichas publicaciones abordan el tema de forma teórica y experimental. En la parte teórica, por la complejidad del comportamiento de los MMF, diversos autores han propuesto modelos matemáticos para simular su comportamiento termomecánico. La mayoría de estos modelos dejan de lado algunos parámetros o bien realizan estudios para casos de carga simplificados o para muestras monocristalinas. En la parte experimental se han publicado algunos trabajos donde se presentan estudios de monocristales o policristales que permiten observar el comportamiento mecánico de dichos materiales a un nivel macroscópico y sólo en algunos casos a nivel microscópico limitándose al estudio de monocristales. Con lo anterior cabe señalar que existe un gran cúmulo de conocimientos en el área; no obstante, se requieren de estudios cada vez más especializados para predecir con mayor certeza el comportamiento de los MMF.

Con el avance de la tecnología y la interacción entre diversas disciplinas surgen nuevas posibilidades para realizar investigaciones que expliquen, de una manera más clara y precisa, el comportamiento mecánico de los materiales. Tal es caso de las técnicas de análisis de imágenes que permiten obtener, de manera experimental, el campo de desplazamiento o velocidad que generan flujos sujetos a diversas condiciones de frontera o bien en los cuales el fluido presenta propiedades no convencionales. Estas técnicas, basadas en comparación o correlación de imágenes, hoy en día son ampliamente empleadas en la mecánica de fluidos así como también son utilizadas en otras áreas. El uso de este tipo de técnica, en el área de mecánica de sólidos, presenta varias ventajas sobre técnicas convencionales

para la caracterización mecánica de materiales. Las ventajas son las siguientes: a) no requiere contacto con el material; por lo tanto, resulta adecuada para medir la respuesta de materiales suaves o espesores muy reducidos como los polímeros, biomateriales etc., b) es una técnica multi-escala ya que se pueden analizar imágenes obtenidas por una cámara fotográfica con lente convencional hasta imágenes obtenidas con microscopios de alta resolución, c) es una técnica de campo lo cual resulta muy importante cuando el material presenta deformaciones no homogéneas.

A pesar de las investigaciones realizadas en MMF durante los últimos 30 años, no se ha estudiado el comportamiento micro y macromecánico de un MMF mediante correlación de imágenes digitales. Es por ello que en este proyecto se emplea una técnica de análisis de imágenes digitales con el fin de predecir el comportamiento de los MMF de una manera mas precisa.

En el presente trabajo se estudia el comportamiento mecánico de MMF policristalinos de forma experimental. En particular se desarrolla una técnica para el estudio de la transformación martensítica inducida por esfuerzo y se estudia la contribución de la misma al comportamiento mecánico a nivel micro y macroscópico. A nivel microscópico se utiliza la técnica llamada correlación de imágenes digitales que permite conocer el módulo elástico del material en regiones específicas del mismo. A nivel macroscópico se realiza una prueba de tensión uniaxial a una probeta de MMF (policristalina). De la prueba de tensión uniaxial se adquieren simultáneamente datos de tiempo, fuerza, desplazamiento e imágenes in situ de la superficie de la probeta. Los datos adquiridos (tiempo, fuerza, desplazamiento e imágenes) son posprocesados para obtener información a nivel macro y micromecánico del comportamiento de estos materiales. Las imágenes son analizadas mediante un programa computacional donde se determina el campo de desplazamiento generado durante el ensayo de tensión. De los campos de desplazamiento se obtienen medidas de deformación, con distintos métodos propuestos en este trabajo. Con todos los datos adquiridos de la prueba y los datos procesados es posible determinar el comportamiento mecánico promedio en diversas regiones de la probeta de tensión.



# Capítulo 1

## Antecedentes

### 1.1. Materiales con memoria de forma(MMF)

Algunos materiales tienen la capacidad poco usual de recuperar su forma original después de haber sido deformados de manera aparentemente permanente, a baja temperatura, recuperando su forma inicial mediante un simple calentamiento. Esta capacidad es llamada "*Efecto memoria de forma*". Existe una serie de materiales que presentan el efecto memoria de forma entre los que destacan algunos cerámicos, algunos polímeros, algunos metales puros, algunas aleaciones metálicas e incluso en algunos microorganismos [1].

Estos materiales presentan una serie de efectos asociados además del efecto memoria de forma; entre ellos se encuentran: el efecto memoria de forma simple, el doble efecto memoria de forma, el efecto superelástico, entre otros. A este tipo de materiales se les conoce como "Materiales con memoria de forma"(MMF). Los efectos que presentan estos materiales están asociados a una transformación martensítica de tipo termoelástica, la cual puede ser inducida por temperatura o esfuerzo [2, 3, 4].

### 1.2. Transformación martensítica

Actualmente la definición más aceptada para la transformación martensítica es la publicada por Olson, Cohen y Clapp ésta es la siguiente: "Es una transformación por *desplazamientos*, de primer orden, con una deformación homogénea de red constituida principalmente por una deformación cortante" [5].

El término desplazamiento se debe a que los átomos, que dan lugar a la estructura cristalina, se mueven cooperativamente distancias menores al parámetro de red. Lo anterior origina la aparición de la nueva fase, en estado sólido, sin cambio en la composición química. La transformación martensítica por desplazamiento se caracteriza por ser primer orden ya que se acompaña de una discontinuidad en propiedades como el volumen, la presión, etc. También se considera de primer orden por la existencia de una histéresis y

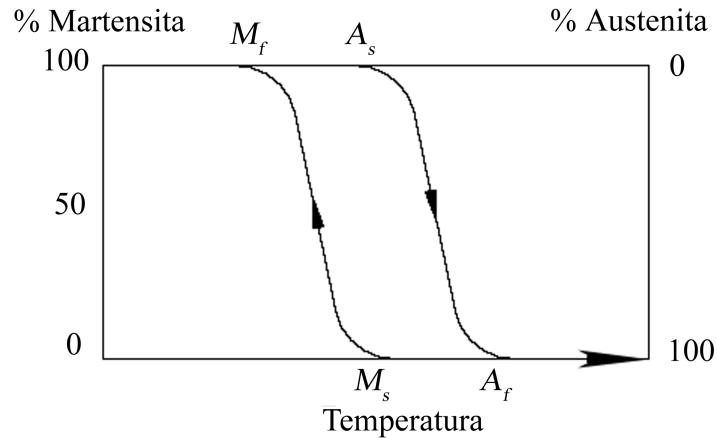


Figura 1.1: Temperaturas críticas de la transformación martensítica

por que las dos fases involucradas coexisten y se diferencian claramente una de la otra. Como se mencionó anteriormente, el cambio de la estructura cristalina del material durante la transformación martensítica se manifiesta mediante una deformación homogénea de la red cristalina [6]. Dicha deformación causa un cambio de forma, perceptible a nivel macroscópico, en la superficie de la muestra. La transformación martensítica se puede inducir por temperatura, esfuerzo o una combinación de ambos como se ve en la sección siguiente.

### 1.2.1. Transformación martensítica inducida por temperatura, esfuerzo o combinación de ambos

La transformación martensítica puede ser inducida por enfriamiento [3, 4]: por lo que una disminución en la temperatura, hasta alcanzar un punto crítico, dará como resultado el cambio de fase en el material. Las temperaturas críticas, que definen el inicio y fin de la transformación, se muestran en la Figura 1.1. En esta figura se presenta un diagrama fracción volumétrica transformada-temperatura, en la cual se indican las cuatro temperaturas críticas. Las temperaturas  $M_s$  y  $M_f$  corresponden al principio y al fin de la transformación directa (de austenita a martensita). De la misma manera las temperaturas  $A_s$  y  $A_f$  están definidas como el principio y fin de la transformación inversa (de martensita a austenita). En las aleaciones metálicas estos cuatro puntos de transformación dependen esencialmente de la composición química y del historial térmico de las aleaciones como se reportó en la literatura [2, 9].

La transformación martensítica es inducida por esfuerzo (TMIE) cuando el material es sometido a carga a una temperatura constante y mayor a  $M_s$ . En las condiciones anteriores el material transformará hasta alcanzar un valor crítico llamado  $\sigma_c$ . Estas dos maneras de inducir la transformación y la combinación de ellas se explican en la Figura 1.2 [7, 8, 9].

En la Figura 1.2(a) se presenta un diagrama genérico esfuerzo-temperatura-transformación

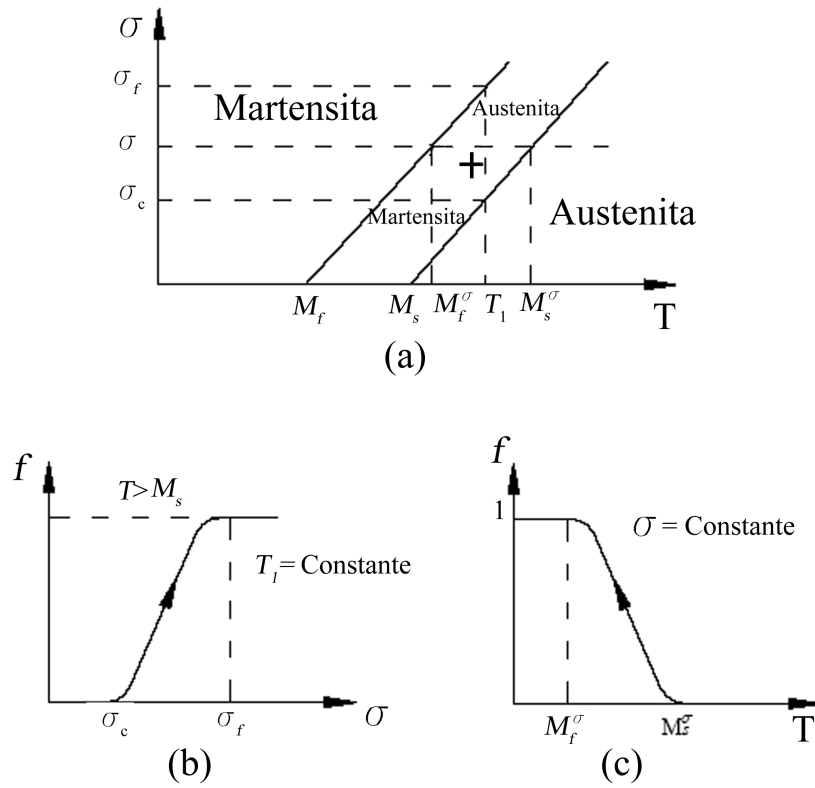


Figura 1.2: Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación.

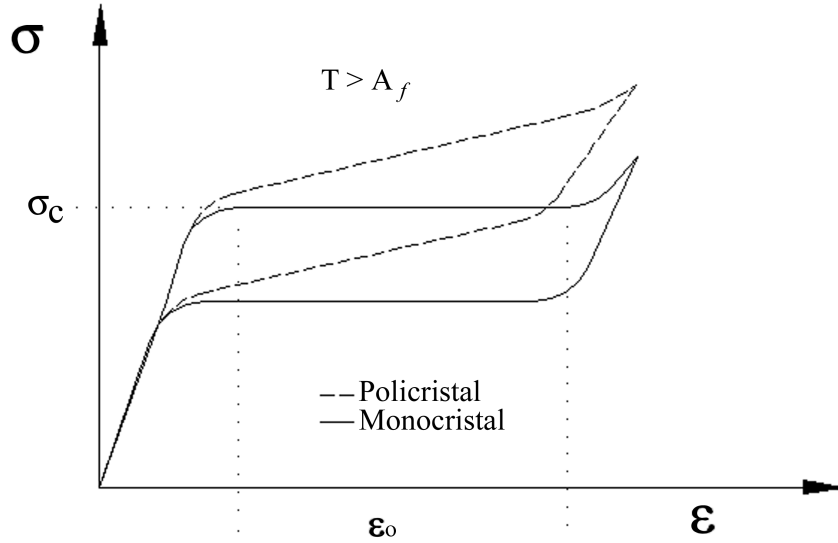


Figura 1.3: Efecto superelástico.

donde se muestran los tipos de transformación mencionados. En la Figura 1.2(a) se observa que cuando el esfuerzo aplicado es cero, la transformación inicia en  $M_s$  y finaliza en  $M_f$  (como se mostró en la Figura 1.1); es decir, la transformación se induce por temperatura. Así mismo, cuando la temperatura de prueba es constante, la transformación martensítica inicia cuando el esfuerzo aplicado alcanza un valor crítico  $\sigma_c$  y finaliza cuando el esfuerzo toma el valor de  $\sigma_f$  (Figura 1.2(b)); en este caso tenemos la TMIE.

Es claro de la Figura 1.2(a) que el valor del esfuerzo crítico varía al cambiar la temperatura de prueba y que dicho cambio depende de la pendiente de la recta de transformación. Para un esfuerzo constante distinto de cero (Figura 1.2(c)) las temperaturas de inicio y fin de transformación ( $M_s^\sigma$  y  $M_f^\sigma$ ) se incrementan por una cantidad proporcional al esfuerzo; Esto representa el caso donde la transformación martensítica es obtenida por temperatura y esfuerzo. La pendiente de la recta de transformación corresponde con la razón de Classius-Clapeyron y es un parámetro característico del tipo de transformación que presenta el material.

### 1.3. Comportamiento termomecánico de los MMF

El comportamiento mecánico de los MMF es considerablemente diferente al que presentan los materiales convencionales. Dicho comportamiento es no lineal, anisótropo, histerético y dependiente de la temperatura. Además se presentan una serie de efectos asociados a la transformación martensítica que a continuación se describen. *Efecto memoria de forma simple*: consiste en la recuperación espontánea de una deformación aparentemente plástica en el material, mediante un calentamiento por encima de la temperatura  $A_s$  [2]. *Doble*

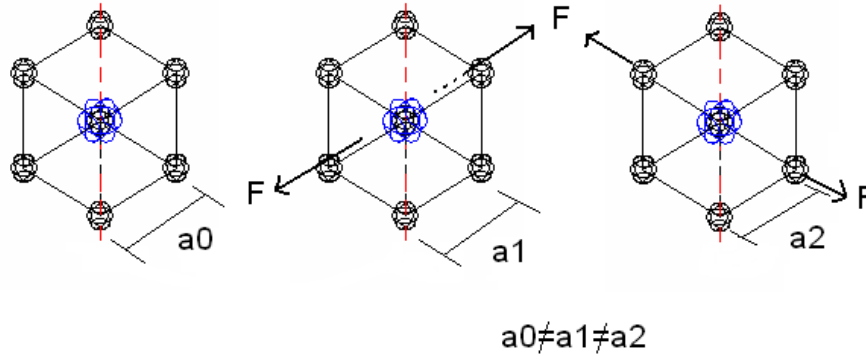


Figura 1.4: Anisotropía elástica

*efecto memoria de forma:* consiste en el cambio de forma que sufre el material al pasar por una cierta temperatura crítica; es decir, el material toma dos formas predeterminadas, una de “alta” temperatura y otra a “baja” temperatura, ambas adquiridas durante el proceso termo-mecánico llamado *educación* [2]. *Efecto superelástico:* se presenta cuando el material se encuentra a una temperatura superior a  $A_f$  y bajo condiciones de carga; el comportamiento que se observa consiste en que el material puede ser deformado hasta 100 veces más que un metal convencional y es capaz de regresar a su forma original al retirar la carga. Lo anterior se debe a que la naturaleza de la transformación martensítica, a una temperatura mayor a  $A_s$ , así lo permite. En la Figura 1.3 se ilustra el efecto superelástico reportado por Wayman et al. [2]; cabe destacar que el comportamiento en policristales es distinto en monocristales como se muestra en la Figura 1.3.

### 1.3.1. Anisotropía mecánica de los MMF

La anisotropía mecánica de los materiales con memoria de forma esta presente en tres formas: a) anisotropía elástica, b) anisotropía transformacional y c) anisotropía por mezcla de fases [10, 11, 12, 13]. La anisotropía elástica, o inherente a la fase madre, es aquella que se debe a la interacción atómica en una celda cristalina. La celda cristalina, en este caso cúbica centrada en el cuerpo, presenta distancias distintas entre átomos para distintas direcciones y esto hace que la respuesta a cargas externas dependa de la orientación en la que es medida como se muestra en la Figura 1.4.

La anisotropía transformacional se debe a la orientación cristalina respecto a la dirección de aplicación de la carga. Por lo que aquellos granos que se ven favorecidos con la dirección de aplicación de la carga alcanzaran más rápido el valor del esfuerzo crítico y con ello la transformación martensítica (Figura 1.5).

Los granos transformados presentan propiedades mecánicas distintas a la fase madre y dependiendo de la relación entre granos transformados y granos en la fase madre, tendrá lugar la anisotropía por mezcla de fases [14]. La dirección de aplicación de la carga para una prueba de tensión uniaxial genera un estado de esfuerzo particular que se describirá en

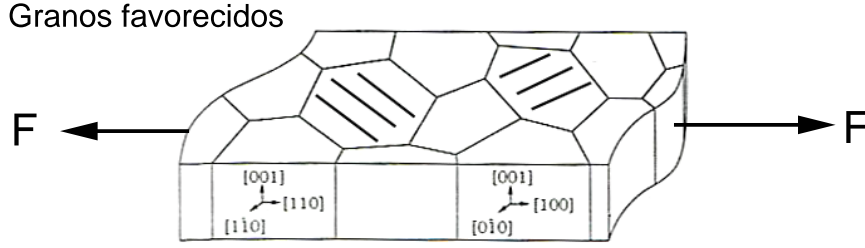


Figura 1.5: Anisotropía transformacional y anisotropía por mezcla de fases

la siguiente sección.

### 1.3.2. Estado de esfuerzo en tensión uniaxial

El estado de esfuerzos en una prueba de tensión uniaxial es en una sola dirección y esta dado por el tensor de esfuerzos  $\sigma$  [15].

$$\sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

El tensor de esfuerzos  $\sigma$  puede expresarse en otro sistema de coordenadas empleando una matriz de rotación  $R$ . La matriz de rotación esta dada por

$$R = \begin{pmatrix} \cos \theta & \sin \theta & 0 \\ -\sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Al aplicar la matriz de rotación  $R$  al tensor de esfuerzos  $\sigma$  se obtiene el tensor de esfuerzos en una nueva configuración [16, 17]. Esta nueva configuración está en una nueva dirección y vemos que el estado de esfuerzos cambia significativamente. La expresión que relaciona ambos estados de esfuerzos es la Ecuación 1.1

$$\sigma' = R\sigma R^T \quad (1.1)$$

Entonces tenemos que el tensor de esfuerzos en la configuración rotada esta dado por

$$\sigma' = \begin{pmatrix} \sin^2 \theta \sigma_0 & \cos \theta \sin \theta \sigma_0 & 0 \\ \cos \theta \sin \theta \sigma_0 & \cos^2 \theta \sigma_0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Del estado de esfuerzos, en la configuración rotada, se puede obtener el tensor de deformaciones empleando la ley de Hooke generaliza. Hay que recordar que esto es válido por regiones; es decir dicha ley trata por separado a la austenita y a la martensita. La ley

de Hooke generalizada, en términos de el Módulo de Young  $\eta$  y la relación de Poisson  $\nu$  esta dada en la siguiente ecuación, como se reporta en la literatura [15, 16].

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{E}[(1 + \nu)\sigma_{ij} - \nu\delta_{ij}\sigma_{kk}] \quad (1.2)$$

Recordando las relaciones entre las constantes elásticas,  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  y  $C_{44}$  para un material con celda cúbica tenemos la Ecuación 1.3. Además la anisotropía  $A_z$  esta dada por la ecuación 1.4.

$$C_{11} = \frac{\eta}{1 + \nu} + \frac{\nu\eta}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad C_{12} = \frac{\nu\eta}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad C_{44} = \mu \quad (1.3)$$

$$A_z = \frac{C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (1.4)$$

Desarrollando la notación indicial para la ley de Hooke obtenemos los términos del tensor de deformaciones en la configuración rotada como sigue.

$$\varepsilon' = \begin{pmatrix} \frac{(-\nu \cos^2 \theta + \sin^2 \theta)\sigma_0}{\eta} & -\cos \theta \sin \theta \frac{\sigma_0}{\eta} & 0 \\ -\cos \theta \sin \theta \frac{\sigma_0}{\eta} & \frac{(\cos^2 \theta - \nu \sin^2 \theta)\sigma_0}{\eta} & 0 \\ \frac{\mu}{0} & \frac{\eta}{0} & \frac{-\nu\sigma_0}{\eta} \end{pmatrix}$$

Regresando el tensor de deformaciones  $\varepsilon'$  mediante la expresión

$$\varepsilon = R^T \varepsilon' R \quad (1.5)$$

y comparando las componentes  $\varepsilon_{22}$  y  $\sigma_{22}$  y poniéndolas en función de las constantes elásticas y de la anisotropía podemos ver que el módulo elástico cambia mediante la siguiente expresión

$$\eta = \frac{4A(C_{11}^2 + C_{11}C_{12} - 2C_{12}^2)}{C_{11} + 3AC_{11} + 2(1 + A)C_{12} + (-1 + A)(C_{11} + 2C_{12}) \cos 4\theta} \quad (1.6)$$

Cuando la anisotropía toma el valor de 1 —para un material isótropo— se tiene que el módulo es constante, como se aprecia en la Figura 1.6(a). Mientras que para un valor de anisotropía igual a 10.7 [18], como es el caso del material que se investiga, la dependencia del valor del módulo respecto a la orientación se muestra en la Figura 1.6b.

El criterio arriba propuesto no es el más indicado para conocer las propiedades elásticas de los policristales; sin embargo es una buena aproximación si se considera su sencillez. Los más adecuado es emplear los criterios propuestos por Voig, Reuss y Hill [19, 20, 21].

Además de la anisotropía, el tamaño de la estructura cristalina, conocido como grano, también repercute en la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales [22]. Las propiedades efectivas de los materiales están en función del número de granos y de la anisotropía presente en el material [23]. De acuerdo a Nygards la expresión que determina el número representativo de granos en el material para obtener un comportamiento isótropo es:

$$N_{rep} = \frac{0,03}{err_{th}^2} (A_z - 1) \quad (1.7)$$

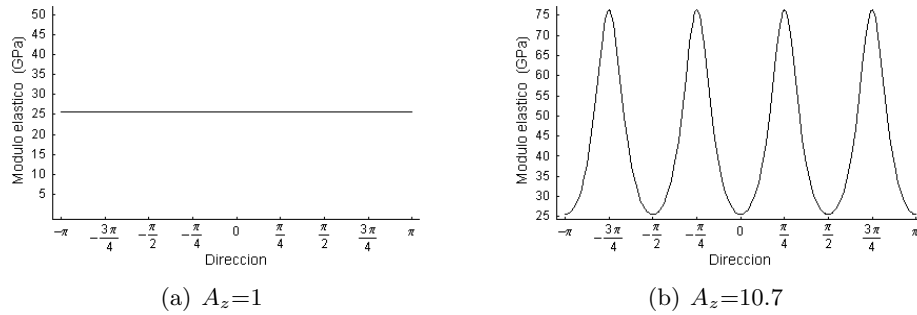


Figura 1.6: Efecto de la anisotropía mecánica en el módulo elástico

donde  $err$  es el error en la estimación. En la Figura 1.7 se muestra una gráfica donde se aprecia la dependencia del número de granos y la anisotropía así como el tamaño del error [23].

## 1.4. Aleaciones base cobre

Como se mencionó en el apartado 1.1 las aleaciones metálicas que presentan memoria de forma son útiles en diversas aplicaciones tecnológicas. Las aleaciones más empleadas corresponden a los sistemas: Ni-Ti, Cu-Al y Cu-Zn [24]. Estos sistemas poseen excelentes propiedades de memoria de forma; sin embargo, tienen algunas desventajas particulares. Por ejemplo, el sistema Ni-Ti tiene un alto costo mientras que el sistema Cu-Zn tiene buena estabilidad en periodos cortos de tiempo; la desventaja de este sistema es la no biocompatibilidad. Respecto al sistema Cu-Al se puede decir que es el más adecuado para aplicaciones tecnológicas debido a su buena estabilidad térmica en periodos prolongados de tiempo señalando que su costo está por debajo del costo del sistema Ni-Ti.

La adición de un tercer elemento aleante al sistema Cu-Al permite controlar las temperaturas críticas de transformación, de una manera relativamente fácil, en un amplio intervalo de temperaturas ( $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Este intervalo les da una ventaja más sobre los sistemas binarios arriba mencionados. En el presente trabajo se emplea el sistema Cu-Al con Berilio como tercer elemento aleante. La aleación Cu-Al-Be presenta una buena alternativa para aplicaciones tecnológicas ya que sus propiedades de memoria de forma y su estabilidad térmica son buenas; además su costo es aceptable. En el siguiente apartado se presenta una breve reseña del desarrollo y evolución para el sistema Cu-Al-Be.

## 1.5. Estado del arte en el sistema Cu-Al-Be

En esta sección se presenta el estado del arte del sistema Cu-Al-Be. La primera parte consiste en comentar la aparición de la aleación. En la segunda se comenta la caracterización mecánica y caracterización metalúrgica y en la tercera parte se comentan algunas



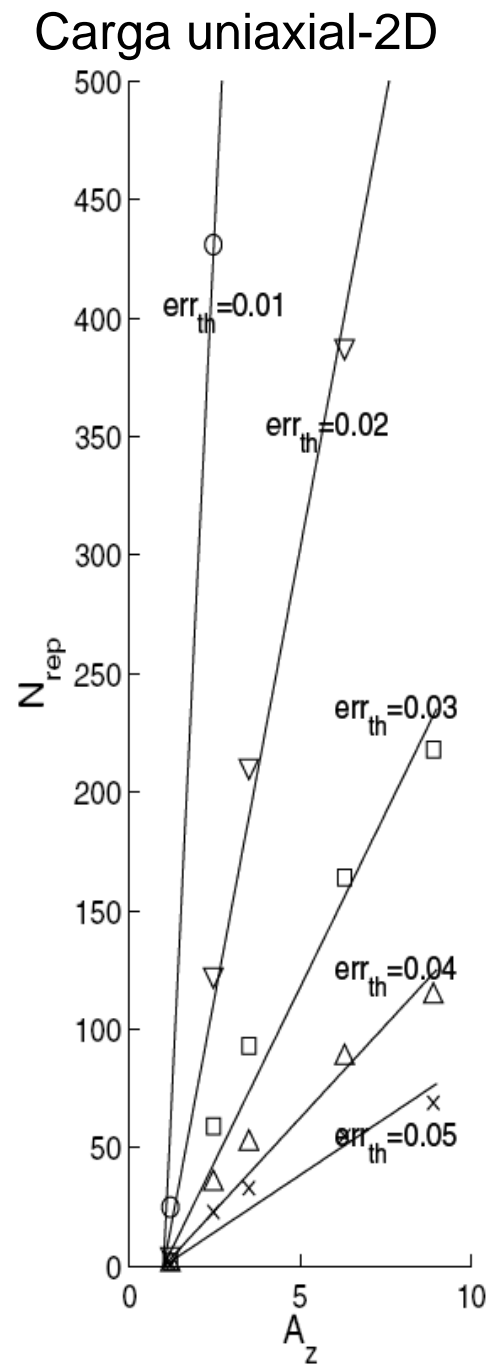


Figura 1.7: Número de granos vs anisotropía

aplicaciones tecnológicas.

### 1.5.1. Aparición de la aleación Cu-Al-Be

En 1982, realizaron los primeros estudios con el sistema Cu-Al añadiendo como tercer elemento aleante al Be [25]. En este estudio se comprueba que la aleación Cu-Al-Be presenta los efectos de memoria de forma con temperaturas de transformación por debajo de la temperatura ambiente. En 1986, estudiaron la estabilidad térmica del Cu-Al-Be [26]. En este estudio se reportó que existe una buena estabilidad térmica en la aleación a temperaturas inferiores a 300 °C.

### 1.5.2. Caracterización metalúrgica y mecánica

En 1993, Belkahla et al. [27] continuaron con los estudios iniciados por Higuchi y caracterizaron el sistema Cu-Al-Be. En este trabajo se comenta que la adición de pequeñas cantidades de Be en la aleación Cu-Al, cerca de la composición eutectoide, da como resultado la disminución de la temperatura de transformación martensítica, mientras que la composición correspondiente al punto de estabilidad máxima no cambia significativamente. Además se reporta que no existe cambio en la naturaleza de la transformación martensítica DO<sub>3</sub>-18R. Otro resultado importante es el diagrama pseudo-binario Cu-Al que determinaron mediante difracción de rayos *X*, calorimetría diferencial de barrido, dilatometría y microscopía óptica.

Jurado et al., en 1997, realizaron un trabajo interesante sobre la transición de fases en el sistema Cu-Al-Be y caracterizaron el orden-desorden en la transición de las fases involucradas [28]. En este trabajo también obtuvieron resultados en rayos *X* para una composición atómica cercana al punto eutéctico. En la Figura 1.8 se muestra el difractograma indexado donde se aprecian perfectamente las fases involucradas para la composición arriba mencionada. Jurado, al igual que Belkahla [2, 27], comentan que la adición de una fracción pequeña de berilio no modifica significativamente la composición del punto eutéctico pero sí modifican las temperaturas de transformación significativamente.

También en 1997, Hautcoeur et al. [29] presentaron un trabajo donde determinaron el diagrama esfuerzo-temperatura para el sistema Cu-Al-Be. En este diagrama se muestran las áreas de estabilidad para los diferentes tipos de martensita. Además determinan el valor característico correspondiente a la pendiente de la recta de transformación. Para este sistema tenemos un valor de  $\frac{d\sigma}{dT} = 1,97 MPa/^\circ C$ .

En el 2000, Siredey y Eberhardt realizaron un estudio de fatiga en Cu-Al-Be; la composición de la aleación fue 11.4% Al, 0.6% de Be y el resto de cobre [30]. La composición presentó una temperatura de transformación  $M_s = -80^\circ C$ . Siredey y Eberhardt sometieron a tensión simple las probetas modificando la temperatura de prueba ( $-20, 0, 20y40^\circ C$ ), mientras que la velocidad de deformación la conservaron a 100 mm/min. Con este estudio se mostró que el ciclado (fatiga) influye de la siguiente manera: al aumentar el número de ciclos, el esfuerzo de transformación disminuye considerablemente; mientras que la segunda pendiente, correspondiente a la fase martensítica, presenta un incremento apreciable. Este

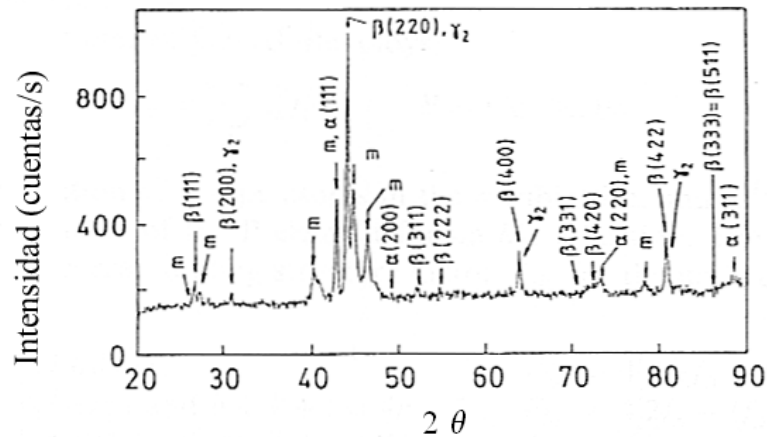


Figura 1.8: Difractograma para Cu-Al-Be obtenido por Jurado et al.

mismo fenómeno se hace más evidente cuando al incrementar la temperatura de prueba. Además, en este trabajo se propone un modelo que representa el mecanismo de fatiga el cual corresponde con los datos experimentales en buena forma.

Balo, Ceylan y Aksoy, en el 2001, realizaron una investigación acerca del efecto deformación en la microestructura de Cu-Al-Be en el cual se determina por rayos  $X$  una supercelda DO3 [31]. La composición empleada responde a los siguientes porcentajes 11.8 % Al, 0.47 % Be y el resto de cobre. En este trabajo se estudia el efecto que tiene la compresión sobre el efecto memoria de forma así como en las propiedades de la transformación de fase. También determinan el valor del esfuerzo en compresión (113.6 kg mm<sup>-2</sup>) al cual se ve inhibido el cambio de fase.

En el 2002, Balo y Ceylan presentan un estudio donde resaltan la importancia del contenido del berilio en el sistema Cu-Al-Be, así como también discuten sobre la influencia de contenido de Be en la microestructura de la aleación [32]. En particular trabajan con dos composiciones muy similares Cu, Al 11.6 % y Be 0.42 % para la primera; mientras que la segunda tiene Cu, Al 11.8 % y Be 0.47 %. La diferencia entre las dos aleaciones es de 0.05 % en peso de Be. Los resultados de esta investigación son los siguientes: determinaron las fases involucradas por difracción de rayos  $X$  y observaron que ambas composiciones presentan una super-red D03 en la fase madre y una 18R en la fase martensítica. Otro resultado interesante es la caracterización de las fases presentes mediante técnicas metalográficas sumadas a la microscopía óptica. El resultado de las metalografías revela la existencia de precipitados y compuestos de berilio. Estos cambios se deben al tratamiento térmico utilizado así como al %Be en la composición. Las metalografías también dejan ver varios tipos de martensita en dichas composiciones; las martensitas que se observaron son del tipo: *twining*, *slipping* y *zig-zag*.

También en el 2002 Bouvet, Calloch y Lexcelent [33], con el propósito de entender el comportamiento mecánico de las aleaciones con memoria de forma, realizaron una serie de

experimentos con cargas uniaxiales y multiaxiales con lo que obtuvieron una base de datos muy extensa. Determinan el valor del esfuerzo crítico, en las curvas esfuerzo-deformación, para los policristales (100 y 170 MPa). En este caso el tamaño de grano reportado estuvo alrededor de 200 micras; los porcentajes de la composición fueron Cu 87.7 %, Al 11.33 % y Be 0.49 %. Otro resultado interesante de este artículo es la validación de la prueba de compresión biaxial ya que utilizan la técnica de correlación de imágenes para revisar las condiciones de frontera y los campos de desplazamientos generados durante la prueba [34]. Los campos generados muestran algo más parecido a movimiento de cuerpo rígido más que a una prueba de compresión biaxial; después de unos ajustes iniciales, en el dispositivo mecánico para realizar las pruebas de compresión, los campos obtenidos coinciden en buena forma con lo esperado. Se tiene que señalar que los campos de desplazamiento obtenidos por [33] sólo son de carácter cualitativo y que le sirve para encontrar parámetros ideales para realizar la prueba de compresión.

En el 2004 Kaouache et al. realizaron un estudio donde se analiza la transformación martensítica, en la región superelástica, en mono y policristales de Cu-Al-Be [35]. En esta investigación existe un interés especial en el incremento de las deformaciones y esfuerzos internos de un grano al variar las fracciones volumétricas, por esfuerzo, de las fases presentes (austenita y martensita). El análisis del esfuerzo se llevó a cabo al aplicar la técnica de medición de deformaciones por difracción de rayos  $X$ ; midiendo intensidades, posiciones ( $2\theta$ ) y anchos de pico para los distintos niveles de esfuerzo. La medición de los ángulos de Bragg, para los diversos picos difractados, permiten determinar el espaciamiento inter-reticular de los distintos planos ( $hkl$ ). Los resultados dejan ver la relación entre las variaciones microestructurales y la evolución del estado de esfuerzo local debido a la aparición y crecimiento de las variantes de martensita.

Posteriormente en el 2006 Kaouache et al. continuaron el trabajo del 2004 midiendo la orientación cristalina de 3 granos mediante rayos  $X$ . Una vez conocida la orientación cristalina determinaron el plano de deslizamiento y la variante de martensita que habrá de formarse de acuerdo al factor de schmid calculado. En este trabajo presentan las 24 posibles variantes de martensita que habrán de formarse para el CuAlBe proponiendo así un criterio de transformación [36].

También en el 2006 Sánchez et al. realizaron un trabajo donde se observa la transformación martensítica inducida por esfuerzo (TMIE). Observaron el comportamiento macro y micromecánico del Cu-Al-Be y obtuvieron campos de desplazamiento cualitativos por correlación de imágenes digitales [37].

Como se puede observar existen varios trabajos que tratan de explicar el comportamiento mecánico del Cu-Al-Be. Por la parte teórica existen algunos trabajos donde se reportan el comportamiento de este material y desarrollan ecuaciones constitutivas para el mismo [38, 39, 40].

### 1.5.3. Aplicaciones del Cu-Al-Be

Las principales aplicaciones de este material son como sensor y actuador al mismo tiempo. En particular un grupo de investigadores mexicanos desarrollan un prototipo de

persianas inteligentes. La apertura y cierre de las persianas se controla con un MMF [41]. El MMF funciona como sensor de temperatura así como actuador en la apertura y cierre de las persianas. Debido a las pequeñas fluctuaciones de temperatura el MMF es capaz de sensarlas y decidir si las persianas necesitan abrir o cerrar para tener una temperatura agradable dentro de una habitación. Otra aplicación del Cu-Al-Be está en la industria automotriz donde este tipo de material sustituyen a los bimetales de una manera más eficiente debido a que no presentan una interfaz.



## Capítulo 2

# Metodología y técnicas experimentales

### 2.1. Fabricación de la aleación

La fabricación de la aleación Cu-Al-Be se realizó en el laboratorio de laminación del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México (IIM-UNAM). Las temperaturas de transformación, que dependen de la composición, se estimaron con la ecuación de Belkahl [42]. Esta ecuación maneja los porcentajes de los componentes en peso, como se aprecia en la ecuación 2.1.

$$M_s(C) = 1245 - 71(\%Al) - 893(\%Be) \quad (2.1)$$

La composición que se utilizó tiene los porcentajes mostrados en la tabla 3.1 La aleación fue elaborada con aluminio electrolítico con una pureza 99.9%, cobre blister con una pureza de 99.5% y una aleación de Cu-Be al 4%.

#### 2.1.1. Fundición

Para elaborar las fundiciones se empleó un horno de inducción Leybold-Heraeus que permite tener una atmósfera controlada (argón de alta pureza) y un crisol de grafito (Figura 2.1). La atmósfera controlada evita que los elementos de la aleación se evaporen y alteren la composición de la misma. El cobre, aluminio y berilio fueron cortados en pequeños pedazos para alcanzar la masa correspondiente al porcentaje deseado para cada

Tabla 2.1: Composición química teórica

Elemento	% en peso
Cu	87.8
Al	11.5
Be	0.7



Figura 2.1: Horno de inducción.

elemento. La masa por elemento fue medida con una balanza de precisión Mettler modelo PM 4000. Los elementos se introdujeron al crisol de grafito y este último se colocó dentro de la bobina del horno, se hizo vacío y una purga de argón en varias ocasiones, se indujo una corriente a la bobina hasta alcanzar el punto de fusión de los elementos mencionados ( $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y se coló en una lingotera de cobre. Con lo anterior se obtuvieron lingotes cuyas dimensiones fueron de  $100 \times 50 \times 25$  mm de largo, alto y espesor respectivamente. Los lingotes se seccionaron en pequeñas rebanadas quedando listas para el tratamiento termomecánico.

### 2.1.2. Tratamiento termomecánico: Laminado y betatizado

El tratamiento térmico consistió en laminar en caliente las rebanadas obtenidas de los lingotes. De manera subsecuente se dio un tratamiento térmico a las láminas obtenidas.

#### Laminado

Una vez obtenido el lingote, se dio un tratamiento termomecánico con el propósito de obtener láminas delgadas. El tratamiento termomecánico empleado fue un laminado en caliente. Este proceso consiste en pasar el material a través de dos rodillos paralelos, ejerciendo una presión uniforme sobre el material previamente calentado a una temperatura de  $800^{\circ}\text{C}$ . Con lo anterior se logra disminuir el espesor del material, por cada paso entre los rodillos, de un manera controlada. Para llevar a cabo este proceso se utilizó una laminadora marca Fenn Emca y una mufla Lindberg 847 como se ve en la Figura 2.2. El porcentaje de deformación fue del 90%. Las láminas fueron sometidas a un tratamiento térmico que se describe en la sección siguiente.





Figura 2.2: Laminado en caliente.

### Tratamiento térmico

El tratamiento térmico es un proceso que involucra a la temperatura y al tiempo en forma controlada. Con este proceso se logra modificar algunas propiedades mecánicas de los materiales. En este estudio se realizó un tratamiento térmico muy específico llamado betatizado. El betatizado permite obtener, en materiales con memoria de forma, una temperatura de transformación bien definida y una estructura ordenada, liberando todas las tensiones internas en el material, además de resaltar las propiedades de memoria de forma en el material [43, 44].

El betatizado consiste en calentar la muestra hasta 750 °C durante 15 minutos, temperatura a la cual la fase austenítica es estable. Posteriormente, se da un templado escalonado que corresponde al enfriamiento rápido hasta una temperatura superior al ambiente. En este caso el templado escalonado se realizó a una temperatura cercana 100 °C y se dejó a esa temperatura durante 20 minutos. Finalmente, se enfría la muestra al aire hasta la temperatura ambiente. Lo anterior se puede apreciar en la Figura 2.3.

Durante el proceso de la fabricación se midió la composición de la aleación así como temperaturas de transformación a varias composiciones fabricadas. De las composiciones fabricadas se seleccionó una composición que permitiera obtener láminas que en su mayoría estuviesen en la fase austenítica. Cuando se obtuvo la lámina con la composición y temperaturas de transformación deseadas se realizó la caracterización final de la aleación empleada en este trabajo como se presenta en el siguiente apartado.

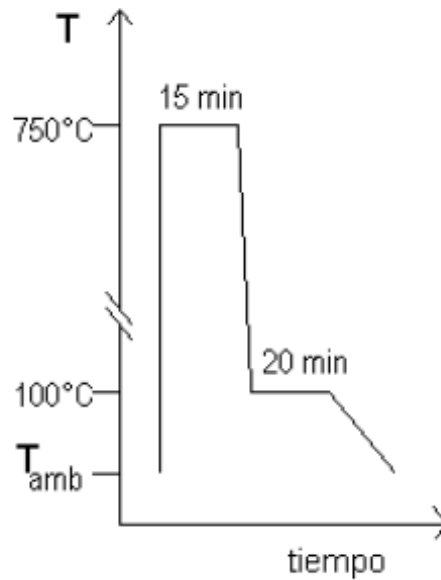


Figura 2.3: Esquema del tratamiento térmico "betatizado".

## 2.2. Caracterización de la aleación

La caracterización de la aleación consistió en realizar análisis químico por absorción atómica para determinar la composición real de la aleación; calorimetría diferencial de barrido para encontrar las temperaturas de transformación; difracción de rayos  $X$  para encontrar las fases involucradas en la aleación; microscopía óptica, de barrido y metalografía para identificar visualmente las fases y medir el tamaño de grano; microscopía de fuerza atómica para medir el tamaño de las agujas de martensita (ancho, alto y ángulos característicos); microscopía por orientación de imágenes para medir la orientación cristalina por grano; pruebas de tensión para obtener curvas de esfuerzo vs desplazamiento y correlación de imágenes digitales para medir el campo de desplazamiento durante la prueba de tensión uniaxial y determinar las propiedades elásticas del material.

### 2.2.1. Análisis químico

Con el propósito de conocer la composición real de la aleación se utilizó la técnica llamada absorción atómica. Esta técnica se encarga de medir la composición química, por elemento, de una aleación metálica. Esta técnica mide la cantidad de luz absorbida por longitud de onda resonante al pasar a través de la nube de electrones (Figura 2.4) [45]. Conforme el número de átomos en el camino de la luz incrementa, la cantidad de luz absorbida incrementa en manera predecible. Al medir la cantidad de luz absorbida se puede determinar, de manera cuantitativa, la cantidad presente del elemento. La fuente de luz es

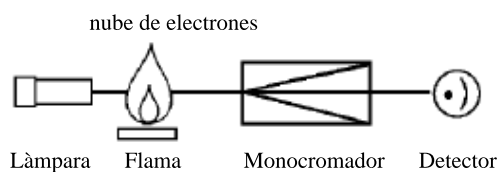


Figura 2.4: Digrama del proceso de absorción atómica



Figura 2.5: Espectrómetro de absorción atómica

específica para cada elemento; es decir, existe una longitud de onda específica para cada elemento. De esta manera se puede determinar la presencia de los elementos aleantes. La nube de átomos requerida, para las mediciones de absorción atómica, es producida al incrementar la energía térmica de la muestra. Con lo anterior se logra separar los compuestos químicos en átomos libres.

La aleación es disuelta en soluciones estándares, en proporciones adecuadas, para cada elemento. La aleación disuelta en los estándares es absorbida por un conducto que la lleva hasta un quemador de alta temperatura. Al quemar la solución se forma la nube de electrones que se encuentra entre la fuente de luz y el detector. El detector mide la cantidad de luz absorbida y determina la cantidad del elemento presente en la solución.

El equipo empleado es un espectrómetro de absorción atómica de la marca Perkin-Elmer modelo 603. El equipo se muestra en la Figura 2.5.

### 2.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En particular en este trabajo se empleó DSC para medir las temperaturas críticas de transformación de la aleación y conocer la temperatura a la cual ocurre el cambio de fase

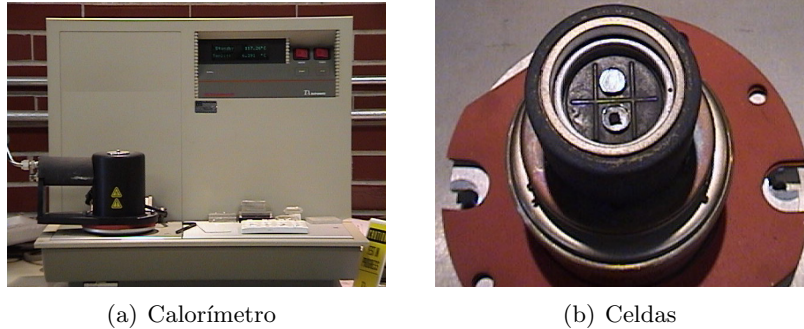


Figura 2.6: Equipo de calorimetría diferencial de barrido

en estado sólido. Las temperaturas críticas ayudan a extrapolar el comportamiento de la transformación martensítica inducida por temperatura a la transformación inducida por esfuerzo.

DSC es una técnica que sirve para medir los cambios en las propiedades térmicas de los materiales. La propiedad térmica que nos interesa medir es la variación del flujo de calor a través del material al variar la temperatura todo ello asociado a un cambio de fase. El equipo consta de dos celdas (Figura 2.6(b)); la celda para el material de referencia (donde no hay cambio de fase) y la celda para el material a caracterizar. Ambas celdas son calentadas y enfriadas al mismo tiempo y a una tasa controlada y constante. La diferencia de temperaturas entre celdas es medida por termocoples independientes cuya señal en volts es convertida a temperatura. Al graficar el flujo de calor contra la temperatura de una muestra, que esta siendo calentada o enfriada a través de su temperatura de transformación, se obtiene una curva de flujo de calor vs temperatura. Esta curva presenta una discontinuidad notable y se debe a una reacción endotérmica o exotérmica que hacen que el flujo de calor disminuya o incremente, respectivamente, de manera súbita [46]. Las discontinuidades indican el inicio y fin de las temperaturas de transformación.

La preparación de las muestras para calorimetría consiste en cortar un pequeño trozo de aleación que cumpla con las dimensiones y peso requerido por el equipo de DSC. El equipo es un DSC 2910 Modulated de TA Instrument. Este cuenta con dispositivos para enfriar y calentar la muestra; al mismo tiempo adquiere datos como tiempo, temperatura y flujo de calor que se almacenan en una computadora. En la Figura 2.6(a) se muestra el equipo de calorimetría diferencial de barrido empleado para realizar dichas pruebas.

### 2.2.3. Metalografía

En este trabajo se empleó la metalografía y la microscopía óptica para identificar, de manera visual, las fases presentes en la aleación utilizada. Así mismo la metalografía brindó una textura óptica, capturada en las imágenes digitales, que permitió realizar de manera adecuada el posprocesamiento de las imágenes.

La metalografía es una técnica que se encarga de estudiar la estructura interna de

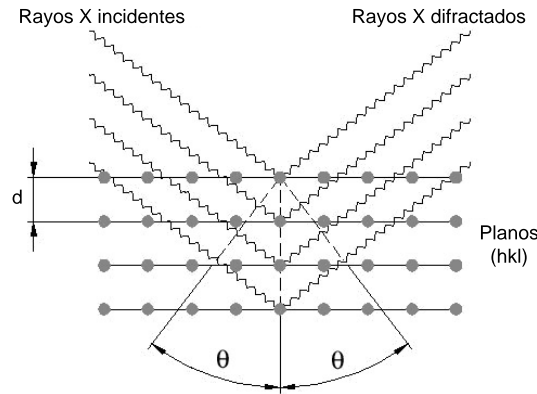


Figura 2.7: Fenómeno de difracción

los metales y aleaciones en relación a sus propiedades físicas, químicas y mecánicas. Esta técnica se acompaña de la microscopía óptica para observar los detalles de la estructura de los materiales con mejor resolución. La metalografía requiere un proceso para preparar las muestras y consiste en 4 pasos: seccionar, montar, pulir y atacar el material. Cuando se secciona el material se procura obtener una muestra representativa del material. El pulido ayuda a minimizar las perturbaciones, en la superficie del material, causadas por la deformación mecánica. El ataque químico revela la microestructura del material.

#### 2.2.4. Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una técnica que nos permite identificar fases cristalinas, mediante la identificación de picos que satisfacen la llamada ley de Bragg, presentes en una aleación [48, 47]. Dicha técnica nos permite verificar la existencia de la fases austenita y martensita en la aleación utilizada. También ofrece una idea global a cerca de la orientación cristalina de los granos presentes en las láminas de Cu-Al-Be. Esta técnica consiste en enviar rayos X, con longitud de onda conocida ( $1.54056 \text{ \AA}$  para el cátodo de Cu), hacia un material colocado como se muestra en la Figura 2.7. Los rayos X emitidos golpean el material y solo aquellos que cumplen la ley de Bragg son difractados hacia el detector. Los rayos difractados son transformados en pulsos eléctricos para poder ser registrados de manera análoga. El análisis de los datos obtenidos generan gráficas de intensidad relativa en función del ángulo  $2\theta$ .

Según esta ley; si el haz de rayos X incide contra un conjunto de planos cristalinos con un ángulo arbitrario generalmente no habrá un haz difractado. El fenómeno de difracción no ocurre debido a que los rayos reflejados por los planos del cristal deben viajar diferentes distancias y tenderán a estar fuera de fase y cancelarse entre sí. Sin embargo, a un ángulo específico conocido como ángulo de Bragg ( $\theta$ ), los rayos difractados estarán en fase debido a que la distancia que recorren será un número entero de las longitudes de onda ( $\lambda$ ).

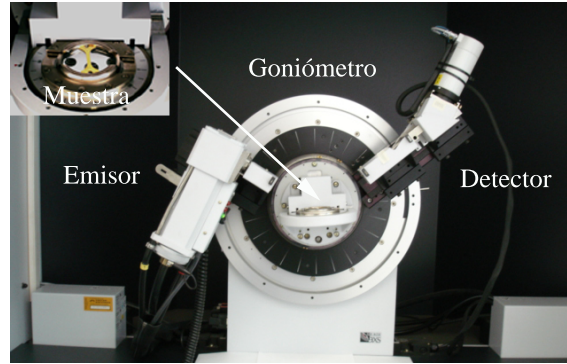


Figura 2.8: Equipo rayos X

Matemáticamente la ley de Bragg está representada por la ecuación 2.2:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.2)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $d$  es la distancia entre planos del cristal y  $\theta$  es el ángulo de incidencia del haz de rayos X.

El equipo utilizado es un difractor marca Bruker AXS modelo D8 Advance y cuenta con monocromador de grafito Radiación  $K\alpha$  de Cu, como se muestra en la Figura 2.8. Esta técnica se utilizó para determinar las fases presentes en la aleación Cu-Al-Be.

### 2.2.5. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La microscopía de barrido es una técnica ampliamente usada para la caracterización de materiales a niveles cercanos al átomo. Esta técnica genera imágenes muy detalladas debido a la gran amplificación que se alcanza al usar electrones en lugar de arreglo de un haz de luz y lentes característicos en un microscopio convencional. Las imágenes obtenidas por MEB son en blanco y negro y se forman a partir de los electrones emitidos por cada punto en la muestra.

El microscopio cuenta con una cámara de vacío, un emisor y un detector de electrones, dos bobinas y un arreglo de lentes, como se muestra en la Figura 2.9. La técnica consiste en colocar la muestra en la cámara de vacío del MEB y retirar todo el aire que se encuentra dentro de ella. De manera inmediata se enciende el emisor de electrones para bombardear la muestra. Los electrones viajan a través del arreglo de lentes diseñados para obtener un haz convergente de electrones. Las bobinas ubicadas bajo el arreglo de lentes dirigen al haz de electrones de izquierda a derecha y de arriba a abajo de tal forma que se realiza un barrido en toda la superficie de la muestra que se encuentra en la base de la cámara de vacío. Los electrones que golpean la muestra salen difractados hacia el detector. Este último capta esa señal y la manda a un procesador donde se convierte en imagen [49].

Aunque en esta investigación no se trabaja a grandes magnificaciones la microscopía electrónica de barrido es indispensable para determinar algunos parámetros importantes

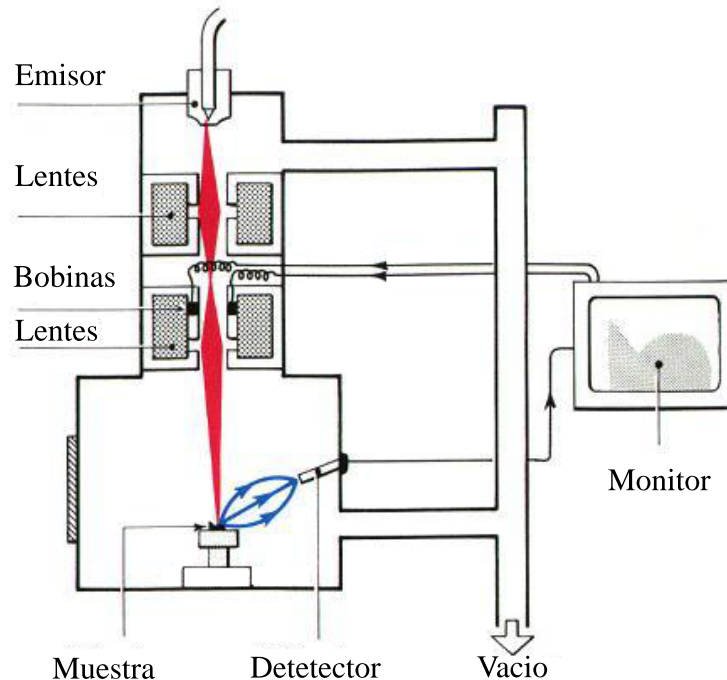


Figura 2.9: Esquema del microscopio electrónico de barrido

de la aleación estudiada.

### 2.3. Microscopía de fuerza atómica (MFA)

En este estudio la microscopía de fuerza atómica se utiliza para determinar las características geométricas de las agujas de martensita inducida por esfuerzo. Se ha reportado que las agujas salen del plano y es importante cuantificar la morfología de las agujas. Dicha morfología puede afectar a técnicas superficiales como lo es la extensometría eléctrica.

La MFA se ha establecido como una técnica para determinar la topografía de superficies con una alta resolución. Esta técnica también se utiliza para estudiar materiales cuya microestructura es del orden de nanómetros.

En la MFA se emplea una viga flexible en voladizo (cantilever) que tiene, en su extremo libre, una punta del orden de nanómetros. La viga tiene una constante de resorte del orden de  $1 \text{ N/m}$  y cuando la punta se acerca lo suficiente a la superficie de un material comienza una interacción entre la punta y la superficie debida a las fuerzas de atracción y repulsión. La fuerza de interacción entre la punta y la superficie de la muestra ocasiona pequeñas deflexiones de la viga siguiendo la ley de Hooke. Estas deflexiones son detectadas empleando distintos modos. Dentro de los más importantes tenemos el modo de contacto y el modo de no contacto [50].

*Modo de contacto:* En este modo la fuerza entre la muestra y la punta es constante y provoca una deflexión muy pequeña y homogénea al presionar la punta contra la muestra. La fuerza aplicada es del orden de las fuerzas interatómicas (aprox.  $10^{-9}$  N). Este modo se emplea principalmente para medir la topografía con resolución atómica y puede ser empleado en materiales conductores y no conductores.

*Modo de no contacto:* Cuando se incrementa la separación entre la punta y la superficie de la muestra (10-100 nm) únicamente se encuentran presentes fuerzas de interacción de largo alcance (fuerzas de Van Der Waals, electrostáticas y magnéticas). Las fuerzas atractivas de Van Der Waals son más débiles que las empleadas en el modo de contacto; sin embargo, la viga tiene pequeñas oscilaciones y empleando el método AC, pueden ser detectadas pequeñas fuerzas entre la punta y la muestra. Este modo se utiliza para estudios de perfilometría. En ambos modos la punta es capaz de recorrer una área específica gracias a un escáner piezoeléctrico y de esa forma realiza un barrido con desplazamientos de 0.5 a 125  $\mu\text{m}$  en las direcciones  $X$  y  $Y$ , y desplazamientos de algunas micras en la dirección  $Z$ .

El microscopio utilizado en este estudio emplea el método de deflexión de haz. Este método consiste en hacer incidir un haz láser sobre la cara superior de la viga. El haz es reflejado y captado por un fotodiodo. Con lo anterior el desplazamiento de la viga es medido al detectar la deflexión del haz. Las señales obtenidas son amplificadas y comparadas con un valor de referencia. La diferencia de señales es nuevamente amplificada y procesada por un circuito para obtener la imagen. Para obtener una mayor resolución, el sistema debe estar aislado de las vibraciones de sus alrededores por lo que el microscopio cuenta con una mesa antivibración. En la Figura 2.10 se muestra un esquema del MFA. Se empleó un microscopio de fuerza atómica JEOL JSPM-4210 y se muestra en la Figura 2.11

## 2.4. Pruebas de tensión

La Prueba de tensión uniaxial es una prueba mecánica que sirve para determinar parámetros importantes de los materiales. Dentro de estos parámetros tenemos al módulo elástico así como valores de esfuerzo de cedencia y esfuerzo último a la ruptura [51]. El conocimiento de estos parámetros es esencial para el diseño de dispositivos mecánicos y estructuras.

La prueba consiste en jalar el material por un extremo mientras que el otro se encuentra anclado. Mientras esto sucede se adquieren datos de fuerza y desplazamiento que sufre el material. Con los datos anteriores y los datos de la geometría se puede obtener la curva esfuerzo *vs* deformación que caracteriza algunas de las propiedades mecánicas de los materiales.

El material a ensayar tiene una geometría particular que adquirirá el nombre de probeta. Ésta tiene una zona entallada y dos zonas más amplias llamadas cabezas, como se muestra en la Figura 2.12. La geometría deseada se alcanzó mediante un centro de maquinado por control numérico. El equipo empleado que se muestra en la Figura 2.13 es capaz de realizar pruebas de tensión y consta de un módulo servohidráulico, controlador MTS 407 transductores de desplazamiento y fuerza y un sistema de mordazas [52]. El sis-



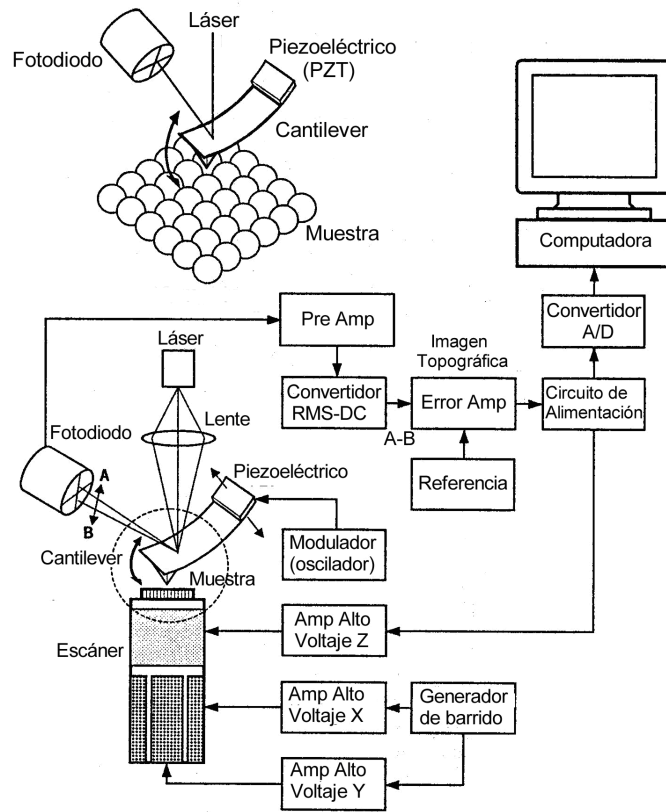
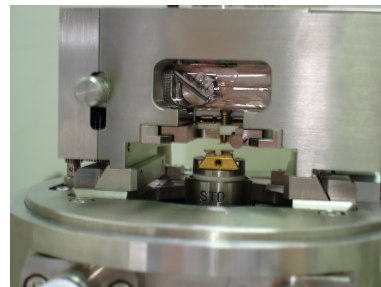


Figura 2.10: Diagrama de microscopía de fuerza atómica



(a) MFA



(b) Viga en catilever y escáner

Figura 2.11: Microscopio de fuerza atómica

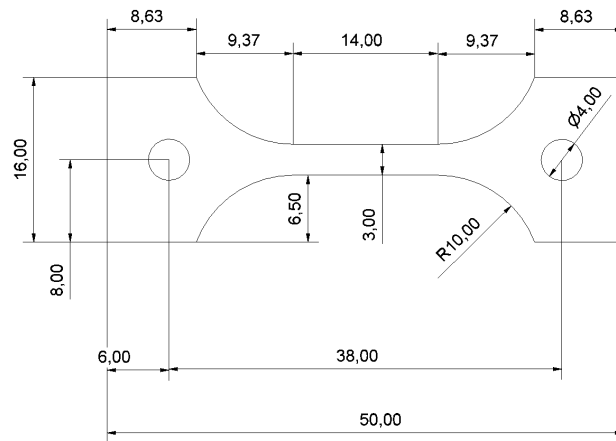


Figura 2.12: Geometría de la probeta

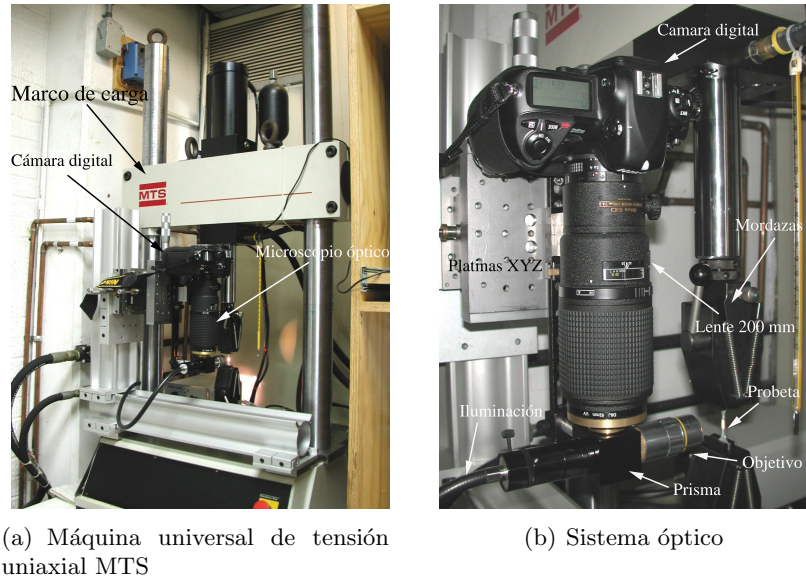


Figura 2.13: Dispositivo experimental

tema servohidráulico también cuenta con un microscopio óptico especialmente acoplado al marco de carga MTS Minibionix — que consta de un lente Nikon de 200 mm, un objetivo mitutoyo 10X, un prisma, un sistema de iluminación y una cámara digital Nikon D2X de alta definición (12 Mega pixeles) que capta la evolución de la prueba de tensión mediante una secuencia de imágenes. A continuación se presentan unas subsecciones que describen el funcionamiento de los sensores de desplazamiento y fuerza así como también el sistema óptico empleado.

### 2.4.1. Sensor de desplazamiento LVDT

El sensor de desplazamiento, linear variable differential transformer LVDT (por sus siglas en inglés), es un conjunto de bobinas, primaria y secundaria, acopladas por un núcleo. De esta manera, la señal que genera las bobinas es proporcional a la posición del núcleo (Figura 2.14) [53]. Por lo anterior se tiene un rango positivo y uno negativo; de tal forma, que cuando el núcleo coincide con el centro de la coraza se tiene el cero como lectura; la cual es amplificada y acondicionada por el controlador MTS 407. Dicho controlador muestra la lectura en milímetros.

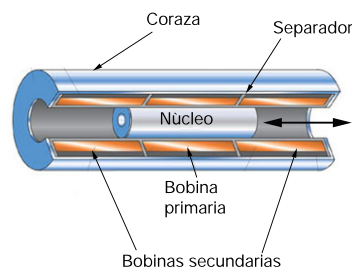


Figura 2.14: Construcción del LVDT

### 2.4.2. Sensor de fuerza

El sensor de fuerza es una celda de carga Interface modelo WNC-500 con capacidad de 2227 N. La celda de carga mide la magnitud de la fuerza, en tensión y compresión, por medio de un arreglo de 6 extensómetros eléctricos interconectados de tal forma que dan lugar al puente de Wheatstone (Figura 2.15). Este puente es alimentado con 10 V; así mismo, la señal de salida del puente es amplificada y acondicionada por el controlador MTS 407. De esta forma se obtienen las lecturas de la fuerza en newtons. Cuando el puente se encuentra balanceado y la carga sobre la celda es nula se tiene el cero. Al poner una carga sobre la celda el puente sale de balance arrojando una lectura, en volts, proporcional a la carga aplicada. A las lecturas de desplazamiento fuerza y deformación se les asoció con un imagen digital capturada por un sistema óptico.

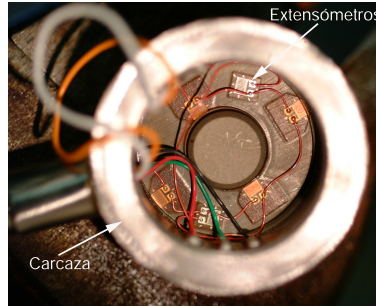


Figura 2.15: Celda de carga

### 2.4.3. Sistema óptico

El sistema óptico es el encargado de reproducir y ampliar las imágenes por medio de un conjunto de lentes. Este sistema óptico está compuesto por una cámara Nikon modelo D2X con 12 Mega Píxeles (4288 x 2848), un lente Nikon de 200mm f4DED-1F AF, un prisma edmund optics, un objetivo mitutoyo 10X y un sistema de iluminación fiber lite PL-900 (Figura 2.13(b)). Este sistema trabaja como un microscopio compuesto o de campo claro permitiendo observar la transformación martensítica inducida por esfuerzo.

El sistema óptico se encuentra montado en platinas que permiten desplazamientos de gran precisión en tres ejes ( $xyz$ ); lo anterior permite enfocar el sistema óptico en distintas regiones de la probeta. Las imágenes capturadas con este sistema, durante el ensayo de tensión, se analizarán posteriormente por la técnica de correlación de imágenes digitales.

## 2.5. Correlación de imágenes digitales

La correlación de imágenes digitales es una técnica experimental que permite estimar el desplazamiento que ocurre entre una secuencia de imágenes digitales. Una imagen digital es considerada como una matriz en la cual cada elemento es un número entero positivo, en un intervalo de 0 a 255 para la escala de gris, que representa el brillo de la superficie; cada uno de estos elementos es llamado pixel, como se aprecia en la Figura 2.16. El principio de correlación de imágenes digitales, para la medición de desplazamientos, se basa en calcular el flujo óptico dentro de un par o una secuencia de imágenes y para ello hay varios métodos, como se ha reportado en la literatura. El flujo óptico se define como el movimiento aparente de un patrón de brillo o intensidad dentro de la imagen como se observa en la Figura 2.17; lo anterior es lo que realmente se observa cuando un objeto se desplaza en un escenario. Así que el flujo óptico en la imagen y el desplazamiento en el espacio real son equivalentes sólo si el objeto no cambia su patrón de intensidad (irradiancia) en el plano de la imagen, mientras se mueve en el escenario. El flujo óptico es un campo vectorial bidimensional que se puede calcular de una secuencia de imágenes por distintos métodos como se ha reportado en la literatura por varios autores [54, 55, 56, 57, 58, 59, 60].

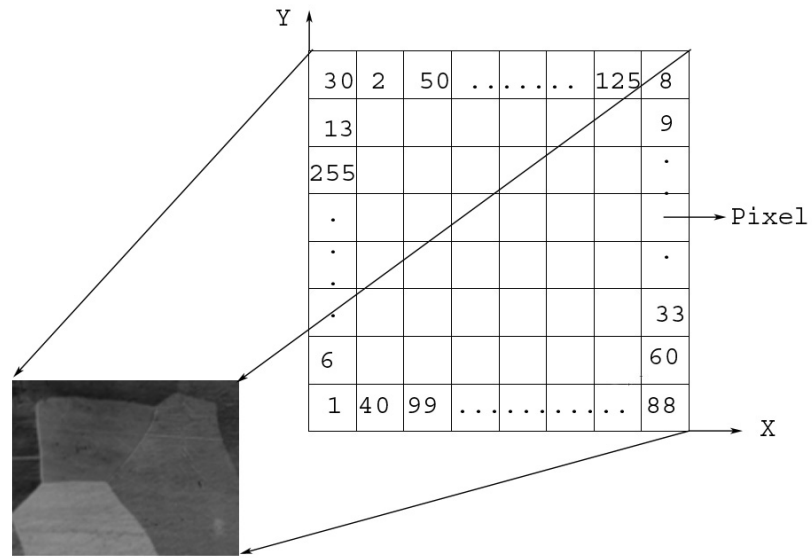


Figura 2.16: Representación de una imagen digital

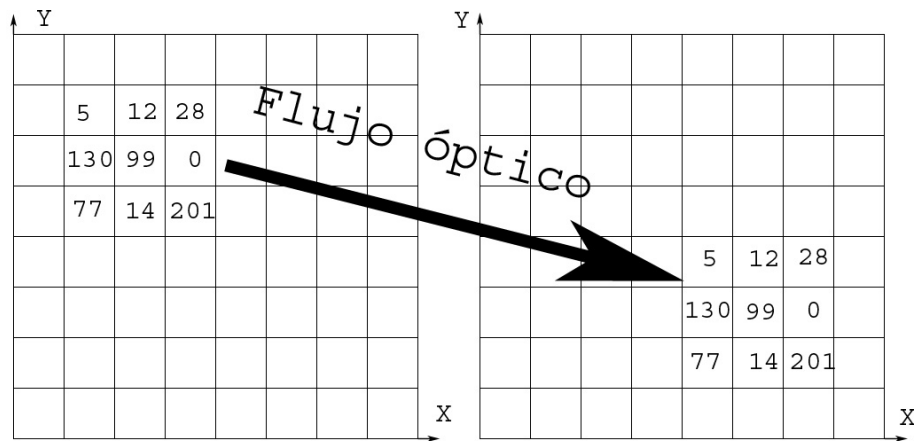


Figura 2.17: Descripción del flujo óptico

La correlación de imágenes digitales es una técnica empleada en mecánica de sólidos para la estimación de los parámetros elásticos de los materiales [61, 62, 63, 64, 65]. CID presenta las siguientes ventajas: a) no es una técnica de contacto. b) es una técnica de campo y c) es multi-escala.

Las imágenes obtenidas durante la prueba de tensión se analizan mediante un programa de correlación de imágenes digitales —FlowManager 4.60— empleando el algoritmo de Willert y Gharib [60]. Con lo anterior se obtiene el campo de desplazamientos entre imágenes y de ahí se calculan las deformaciones; además, si se conoce el campo de esfuerzos de manera independiente entonces se pueden calcular las propiedades elásticas promedio.

## 2.6. Medición de deformación y propiedades mecánicas

Las propiedades elásticas del material son aquellas que definen el comportamiento mecánico de un material y permiten definir criterios de diseño. Para determinar estas propiedades se realiza una prueba en tensión uniaxial donde se miden, por separado, parámetros como fuerza, desplazamiento o deformación.

Para medir la deformación se proponen los siguientes métodos que a continuación se enlistarán y posteriormente se describirán:

- E Ele: Extensómetro eléctrico
- Lvdt: Sensor de desplazamiento
- C H: Campo hiperbólico
- E opt: Extensómetro óptico
- F opt: Flujo óptico
- MacMi: Método donde se utilizan las mediciones macro con las micro.

Dos de los métodos para medir deformación aquí mencionados corresponden a maneras convencionales de obtener dicha medición. El primero se trata de la extensometría eléctrica y el segundo se trata del sensor de desplazamiento o LVDT. A estas mediciones se nombrarán macroscópicas o simplemente mediciones macro.

En este trabajo se proponen métodos no convencionales para medir la deformación a nivel microscópico. Éstos dependen de los resultados obtenidos de correlación de imágenes; es decir, dependen de la estimación del flujo óptico calculado por CID. A continuación se describirán cada uno de los métodos para medir la deformación a un nivel microscópico.

### 2.6.1. Extensómetro eléctrico

La extensometría eléctrica es una de las técnicas más empleadas para medir la deformación, de manera directa, en elementos sujetos a cargas. Para ello se emplea un extensómetro

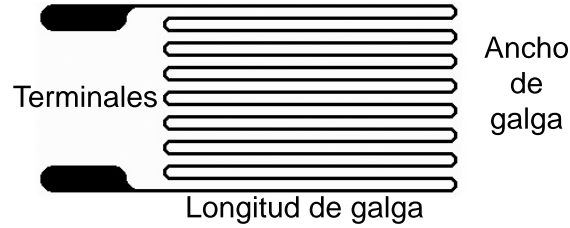


Figura 2.18: Esquema de un extensómetro eléctrico

de resistencia eléctrica que consiste en una malla con dos terminales en sus extremos, como se muestra en la figura 2.18.

El extensómetro es adherido al material a ensayar y cuando este último sufre deformación; el extensómetro adherido se deforma con el material. La malla del extensómetro, al ser deformada, cambia su longitud y sección transversal y con ello su resistencia eléctrica. En otras palabras la deformación se asocia a un cambio de resistencia eléctrica. Dicho cambio se mide con un puente de Wheatstone que puede tomar varios arreglos de conexión, como se reporta en la literatura [66]. En este caso se utilizó el arreglo 1/4 de puente que fue conectado a un acondicionador y amplificador de señal P3500 de Measurement group. Con este equipo se obtuvieron lecturas de deformación de manera directa.

### 2.6.2. Sensor de desplazamiento

El sensor de desplazamientos, como su nombre lo indica, se utiliza para medir desplazamientos. En la prueba de tensión uniaxial este sensor se encarga de registrar los incrementos de desplazamiento a los distintos niveles de fuerza que es sometida la probeta. La deformación se calcula con la forma tradicional que es la siguiente expresión:

$$\varepsilon_y = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.3)$$

Donde  $\Delta L$  son los incrementos de desplazamiento y  $L_0$  corresponde a la longitud inicial de la probeta. La longitud inicial de la probeta también es conocida como sección de prueba o sección entallada. La probeta tiene un cambio en su geometría que pasa de una región delgada a una más amplia a través de un radio cuya finalidad es concentrar los esfuerzos en la sección entallada. Este radio da lugar a las orejas de la probeta de tensión. Dichas orejas modifican la longitud efectiva de la probeta y para ellos se debe determinar una longitud llamada equivalente. En nuestro caso se determinó la longitud efectiva con un programa de elemento finito llamado FemLab. La longitud equivalente que se determinó para la geometría mostrada en la figura 2.12 fue de 25.88 mm, convirtiendo la ecuación 2.3 en la siguiente

$$\varepsilon_y = \frac{\Delta L}{25,88} \quad (2.4)$$

### 2.6.3. Campo hiperbólico

Las propiedades elásticas del material se calcularon de la siguiente forma: se supone un material continuo, homogéneo, isótropo, linealmente elástico en pequeños intervalos donde los esfuerzos y deformaciones se consideran constantes. También se sabe que  $\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i})$  y para tensión uniaxial, en notación cartesiana, tenemos lo siguiente:

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad \varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} \quad \varepsilon_{xy} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x}\right) \quad (2.5)$$

Dado que las deformaciones son consideradas constantes tenemos que  $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_0$ ,  $\varepsilon_{yy} = \varepsilon_1$  y  $\varepsilon_{xy} = \varepsilon_2$  y además, si  $u$  y  $v$  son funciones que dependen de  $x$  y  $y$ , se tiene  $u = u(x, y)$  y  $v = v(x, y)$  por lo que integrando tenemos el campo de desplazamiento para tensión uniaxial en las ecuaciones 2.6

$$u(x, y) = \varepsilon_{xx}x + \varepsilon_{xy}y - c_4x + c_3 \quad v(x, y) = \varepsilon_{xy}x - \varepsilon_{yy}y + c_4x + c_1 \quad (2.6)$$

donde  $c_1$ ,  $c_3$  y  $c_4$  son constantes resultado de la integración. Las ecuaciones 2.6 se pueden reescribir de la siguiente forma:

$$u(x, y) = \varepsilon_0x + \varepsilon_2y - \theta y + T_x \quad v(x, y) = \varepsilon_2x - \varepsilon_1y + \theta x + T_y \quad (2.7)$$

donde  $T_x$  y  $T_y$  representan el movimiento de traslación en  $x$  y  $y$  respectivamente, mientras que  $\theta$  representa el giro.  $\varepsilon_{xx}$  y  $\varepsilon_{yy}$  representan las deformaciones normales en las direcciones  $x$  y  $y$  mientras que  $\varepsilon_{xy}$  representa las deformaciones cortantes.

Como se puede observar en las ecuaciones 2.7 se tienen dos ecuaciones con seis incógnitas. El sistema anterior se puede hacer cuadrado si se toman tres parejas de puntos  $(x, y)$  con sus respectivos desplazamientos en  $u$  y  $v$  más la condición que no sean colineales (para que el determinante no sea cero). En este caso se tiene un sistema de seis ecuaciones con seis incógnitas; con esto, el sistema se puede resolver y así recuperar las tres deformaciones, el giro y las traslaciones. El sistema de seis ecuaciones con seis incógnitas se puede descomponer en dos sistemas de tres por tres ya que  $u$  y  $v$  se pueden expresar como dos funciones lineales (independientes) de  $x$  y  $y$ . Esto es,

$$u(x, y) = A_1x + B_1y + c_1 \quad v(x, y) = A_2x + B_2y + c_2 \quad (2.8)$$

Dichos sistemas se pueden resolver por separado y recuperar el valor de  $\varepsilon_{xx} = A_1$ ,  $\varepsilon_{yy} = B_2$ ,  $\varepsilon_{xy} = \frac{1}{2}(B_1 + A_2)$ ,  $\theta = \frac{1}{2}(B_1 - A_2)$ ,  $T_x = c_1$  y  $T_y = c_2$

Cuando se tienen más de tres puntos el sistema se sobredetermina y se tiene que realizar un ajuste lineal para recuperar los parámetros de deformación, giro y traslación. Para lograr un buen ajuste se utilizan métodos de minimización para que el error  $\delta$  sea lo mas pequeño posible. Ahora la ecuación 2.8 se puede expresar como:

$$u(x, y) = A_1x + B_1y + c_1 + \delta u \quad v(x, y) = A_2x + B_2y + c_2 + \delta v \quad (2.9)$$

Donde  $\delta u(x, y)$  y  $\delta v(x, y)$  ahora van a presentar pequeños errores. La minimización del error expresado por la función  $\chi^2$  esta dada en las ecuaciones 2.10

$$\chi_u^2 = \sum_{k=1}^n [u_k - (A_1x_k + B_1y_k + c_1)]^2 \quad \chi_v^2 = \sum_{k=1}^n [v_k - (A_2x_k + B_2y_k + c_2)]^2 \quad (2.10)$$



Donde  $n$  es el número de puntos que se utiliza para el ajuste; generando  $2n$  número de ecuaciones. De la ecuación 2.10 se determinan las constantes  $A_1$ ,  $B_1$  y  $C_1$  y  $A_2$ ,  $B_2$  y  $C_2$  de la siguiente manera:

$$\begin{pmatrix} A_1 \\ B_1 \\ C_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n x_k^2 & \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n x_k \\ \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n y_k^2 & \sum_{k=1}^n y_k \\ \sum_{k=1}^n x_k & \sum_{k=1}^n y_k & \sum_{k=1}^n 1 \end{pmatrix}^{-1} \cdot \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n u_k x_k \\ \sum_{k=1}^n u_k y_k \\ \sum_{k=1}^n u_k \end{pmatrix}$$

y de igual forma tenemos

$$\begin{pmatrix} A_2 \\ B_2 \\ C_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n x_k^2 & \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n x_k \\ \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n y_k^2 & \sum_{k=1}^n y_k \\ \sum_{k=1}^n x_k & \sum_{k=1}^n y_k & \sum_{k=1}^n 1 \end{pmatrix}^{-1} \cdot \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n v_k x_k \\ \sum_{k=1}^n v_k y_k \\ \sum_{k=1}^n v_k \end{pmatrix}$$

donde  $A_1 = \varepsilon_x$ ,  $C_1 =$  traslación en  $x$ .  $B_2 = \varepsilon_y$ ,  $C_2 =$  traslación en  $y$ . Mientras que la combinación de los parámetros  $\frac{A_1+B_1}{2} = \varepsilon_{xy}$  son la deformación de corte y  $\frac{A_1-B_1}{2} = \theta$  y la rotación en plano  $xy$  respectivamente;  $\delta u(x,y)$  y  $\delta v(x,y)$  representan errores pequeños a minimizar.

Una vez que se obtienen las constantes se pueden calcular las deformaciones y las propiedades elásticas ( $E$  y  $\nu$ ) de la región analizada, suponiendo un campo de esfuerzos homogéneos. De hecho, si el material no es isótropo, este es un procedimiento para encontrar las propiedades promedio en la región analizada.

#### 2.6.4. Extensómetro óptico

Este método para medir deformación parte del campo de desplazamientos obtenido por correlación de imágenes digitales. Este método consistió en programar una función en *Mathematica* que permite seleccionar vectores confinados en recuadros de tamaño y posición variables dentro del campo de desplazamiento, como se aprecia en la figura 2.19. Las variables de entrada son el punto  $(X_c, Y_c)$  que es el punto de partida del análisis,  $dx$  y  $dy$  que definen el tamaño del recuadro y  $\Delta y$  que marca la separación entre los recuadros y obviamente los datos  $x, y, u, v$  que dan lugar al campo de vectores. Con estos datos de entrada se obtienen los puntos  $(X_{ir}$  y  $X_{dr})$  que dan origen a cada uno de los recuadros que contienen a los vectores a estudiar. Una vez seleccionados los vectores se calculan los promedios de  $y$  y de  $v$  para cada recuadro. Los promedios de  $y$  dan origen a los centroides de los recuadros marcados con C2 y C4 que a su vez definen la distancia  $\Delta y$  mientras que los promedios  $v$  indican el desplazamiento en la dirección  $y$ . De lo anterior se puede calcular la deformación  $\varepsilon_y$  de la siguiente manera.

$$\varepsilon_y = \frac{v_4 - v_2}{\Delta y} \quad (2.11)$$

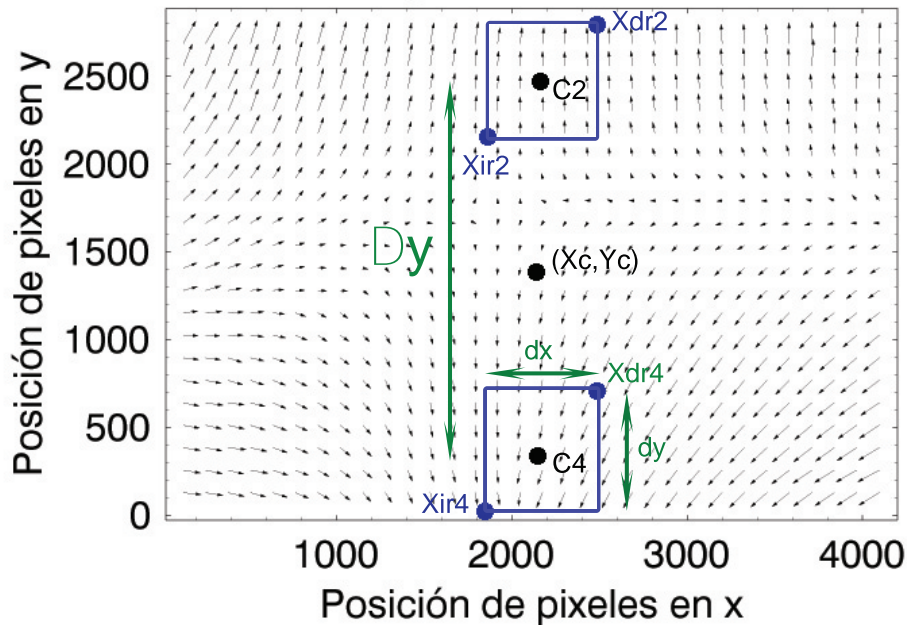


Figura 2.19: Extensómetro óptico

### 2.6.5. Flujo óptico

Este método consiste en determinar los desplazamientos promedio del flujo óptico entrante y del flujo óptico saliente entre dos imágenes consecutivamente adquiridas durante la prueba de tensión uniaxial. El flujo óptico entrante corresponde a la línea inferior de vectores y el flujo saliente corresponde a la línea superior de vectores, como se muestra en la figura 2.20. Dichas líneas ofrecen un arreglo de puntos  $(x, y, u, v)$  que indica la posición  $(x, y)$  y los desplazamientos  $u$  y  $v$  en la dirección  $x$  y  $y$  respectivamente.

El campo desplazamiento es un campo aparentemente de traslación; sin embargo, el desplazamiento promedio de los vectores en el flujo entrante debe ser menor al desplazamiento promedio del flujo saliente. Con lo anterior resulta conveniente calcular la diferencia entre los flujos y si además esa diferencia se divide entre una longitud inicial (separación entre líneas) entonces se obtendrá una medida de deformación.

### 2.6.6. Macro- micro

En este método de medición de deformación es una combinación de los métodos anteriores y se encarga de obtener los desplazamientos en tres regiones del campo: en la orilla inferior, orilla superior y en el centro, como se observa en la figura 2.21. De esta manera se tienen 3 puntos que indican una medición del desplazamiento en el mismo campo. A estos tres puntos de deformación se agrega uno más que fue obtenido mediante el sensor

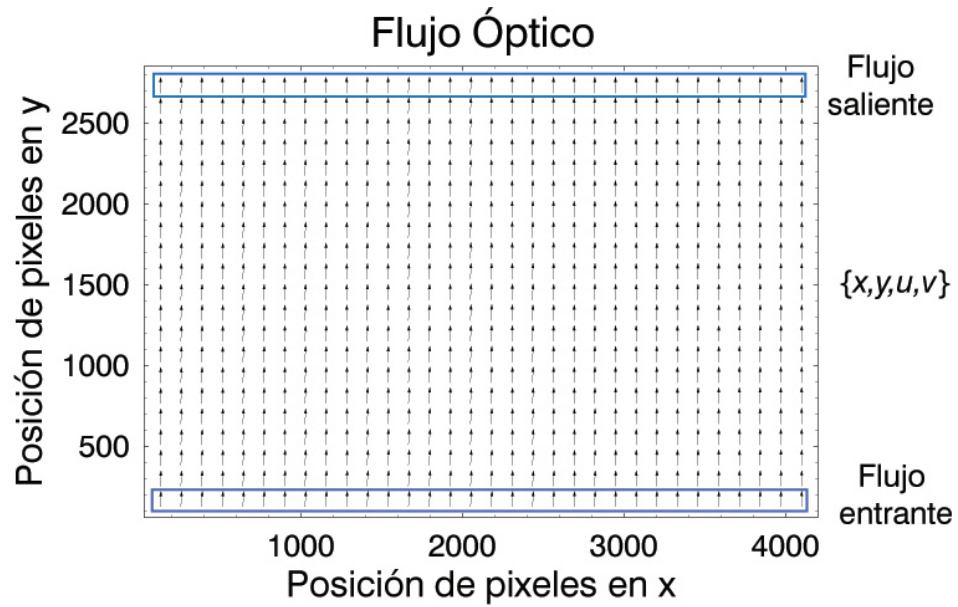


Figura 2.20: Flujo óptico

desplazamientos LVDT. Con lo anterior se combinan las mediciones macro con las micro. Con estos cuatro puntos se hace un ajuste que utiliza un modelo lineal que minimiza parámetros correspondientes la contribución de deformación en el eje de carga (mordazas, orejas y juntas) así como la posición del centro de la cámara sobre la superficie de la probeta.

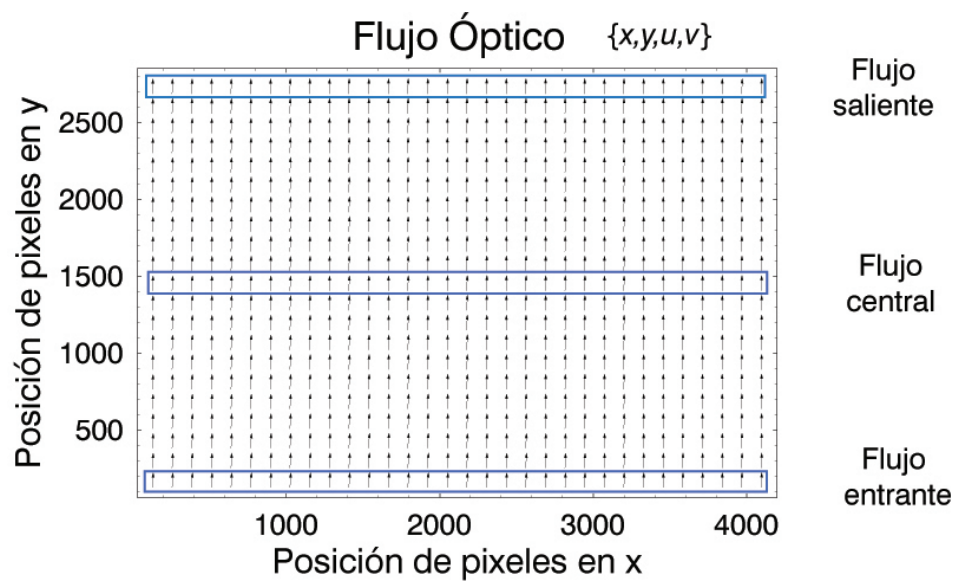


Figura 2.21: Integración del flujo óptico

## Capítulo 3

# Resultados

Los resultados que se presentan en este trabajo se dividen en tres partes. La primer parte corresponde a la fabricación, caracterización y procesos termomecánicos a los que estuvo sujeta la aleación. La segunda parte corresponde a las pruebas de tensión de las que se obtuvo curvas características  $\sigma - \varepsilon$ , para MMF, y se les asoció una imagen de la superficie de la probeta tensionada —a distintos niveles de esfuerzo—. La tercer parte corresponde al análisis de imágenes donde se recuperaron los parámetros de deformación, rotación y traslación. Con lo anterior y con el campo de esfuerzos se determinaron las propiedades elásticas del material.

### 3.1. Fabricación de la aleación

En esta sección se muestran los lingotes obtenidos por fundición y las láminas obtenidas del tratamiento termomecánico.

#### 3.1.1. Fundición

La composición teórica empleada en este trabajo tiene los siguientes porcentajes, en peso, de los siguientes elementos: Cu = 87.8, % Al = 11.5 % y Be = 0.7 %. Con estos porcentajes, en la composición y de acuerdo a la ecuación de Belkhala (2.1), la temperatura (teórica) de inicio de la transformación martensítica es de -196 °C. El lingote obtenido por fundición se muestra en la Figura 3.1.

#### 3.1.2. Tratamiento termomecánico: laminado y betatizado

De los lingotes obtenidos por fundición se cortaron porciones considerables para someterlas al laminado en caliente. Las porciones de aleación se mantuvieron unos minutos hasta que el horno (Lindberg 847) alcanzaba, de manera estable, la temperatura de 800°C; de forma inmediata las rebanadas fueron pasadas por los rodillos de la laminadora redu-

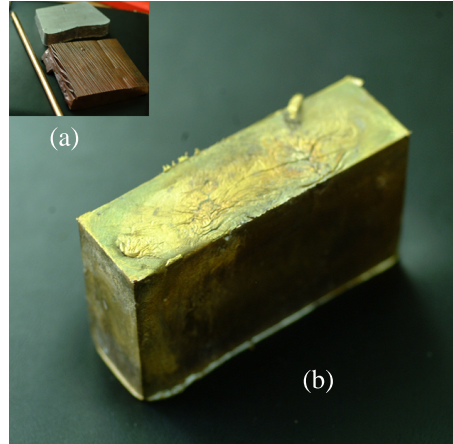


Figura 3.1: Lingote de Cu-Al-Be

Tabla 3.1: Composición química real

Elemento	% en peso
Cu	88.1
Al	11.3
Be	0.6

ciendo el espesor 0.5 milímetros en los primeros pasos a una velocidad de 10 m/min. El mínimo espesor alcanzado por esta máquina fue de 0.7 milímetros. Con ello se alcanzó un porcentaje de laminación alrededor de 90 % conservando la fase austenítica en su mayoría [67]. Las láminas obtenidas se muestran en la Figura 3.2.

A las láminas obtenidas se les dio un betatizado para mejorar sus propiedades de memoria de forma. Una vez que se observó el efecto memoria de forma en la aleación se procedió a una caracterización de la misma.

## 3.2. Caracterización de la aleación

La caracterización de la aleación se llevó a cabo usando las técnicas descritas en 2.2, a continuación se presentan los resultados.

### 3.2.1. Análisis químico

El análisis químico se realizó por absorción atómica. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 3.1. Se puede observar un cambio significativo en la composición de la aleación respecto a la composición teórica y la real; sin embargo, este cambio no alteró el propósito de esta investigación ya que se obtuvo una aleación en fase austenítica y se logró inducir la martensita por esfuerzo. Es importante continuar con un trabajo posterior



Figura 3.2: Láminas de Cu-Al-Be

Tabla 3.2: Temperaturas de transformación

Temperatura	°C
$M_s$	-95
$M_f$	-103
$A_s$	-91
$A_f$	-76

para tener mejor control sobre la la composición de la aleación. Si se recalcula la  $M_s$  con la composición actual se tiene que  $M_s$  tiene un valor de  $-93$  °C.

### 3.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La curva flujo de calor vs temperatura mostrada en la Figura 3.3 muestran las temperaturas críticas para la composición empleada en este trabajo. Los resultados de la calorimetría diferencial de barrido se muestran en la Tabla 3.2. Con lo composición teórica se esperaba una temperatura del inicio de la transformación martensítica de  $-196$  °C. La temperatura calculada respecto a la composición medida de la aleación fue de  $-93$ °C. Este corrimiento de la temperatura de transformación se debe al cambio de la composición durante el proceso de fundición. Es conveniente aclarar que el cambio en composición química y el respectivo corrimiento de las temperaturas de transformación no afectaron los objetivos de este trabajo.

La medición de la  $M_s$ , por DSC, fue de  $-95$  °C y esta temperatura se considerará como  $M_s$  real. Dado que la  $M_s$  es de  $-95$ °C se tiene que el valor aproximado del esfuerzo crítico de transformación, equivalente a la temperatura antes mencionada, es de  $\sigma_c=223$  MPa. Las temperaturas críticas de transformación son un buen indicativo de que el efecto memoria de forma se encuentra presente en la aleación y por lo tanto de que existe la fase austenita a temperatura ambiente y que al enfriar la muestra ésta transforma en martensita. Con la

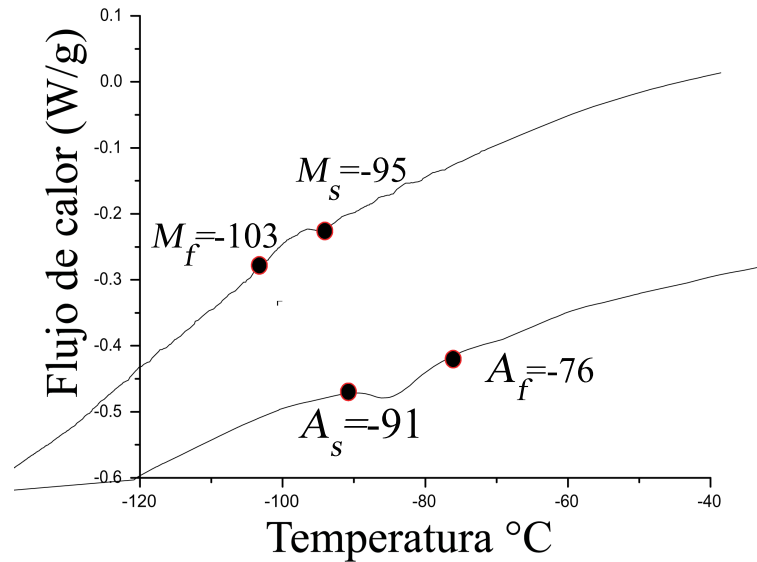


Figura 3.3: Temperaturas críticas determinadas por DSC

aleación obtenida y sus temperaturas críticas respectivas se realizó una inspección visual de las fases involucradas.

### 3.2.3. Metalografía

Con la metalografía se logró caracterizar, de manera visual, la fase presente en la aleación. Dicha fase es la austenita y se caracteriza por presentar una superficie lisa y homogénea. También se logró caracterizar el tamaño de grano que está al rededor de  $500 \mu\text{m}$ ; es decir, casi un grano en el espesor de la probeta. Lo anterior se puede observar en la Figura 3.4.

Esta imagen corresponde a las reportadas en la literatura para la fase austenítica en Cu-Al-Be [31, 35].

### 3.2.4. Difracción de rayos X

El resultado obtenido concuerda con el publicado por Jurado et. al [28, 68] para una composición similar a la empleada en este trabajo. Los picos en este difractómetro se indexaron con la ficha JCPDS 12-0073 para una aleación de Cu-Al-Be. En la Figura 3.5 se presentan los resultados obtenidos para el material empleado.

Estos resultados muestran los patrones de difracción para la composición empleada. Se puede observar en la figura 3.5 que en la aleación está presente la fase austenítica ( $\beta$ ) y



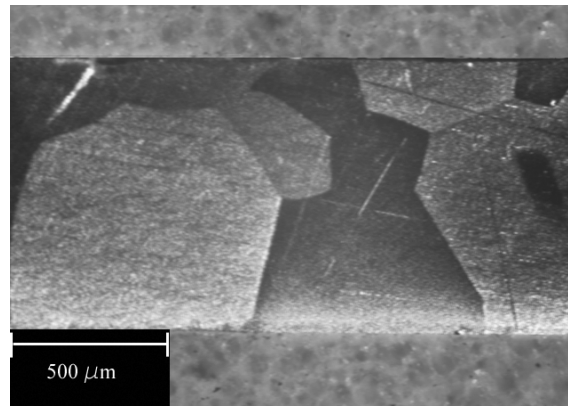


Figura 3.4: Metalografía de canto de una probeta de Cu-Al-Be

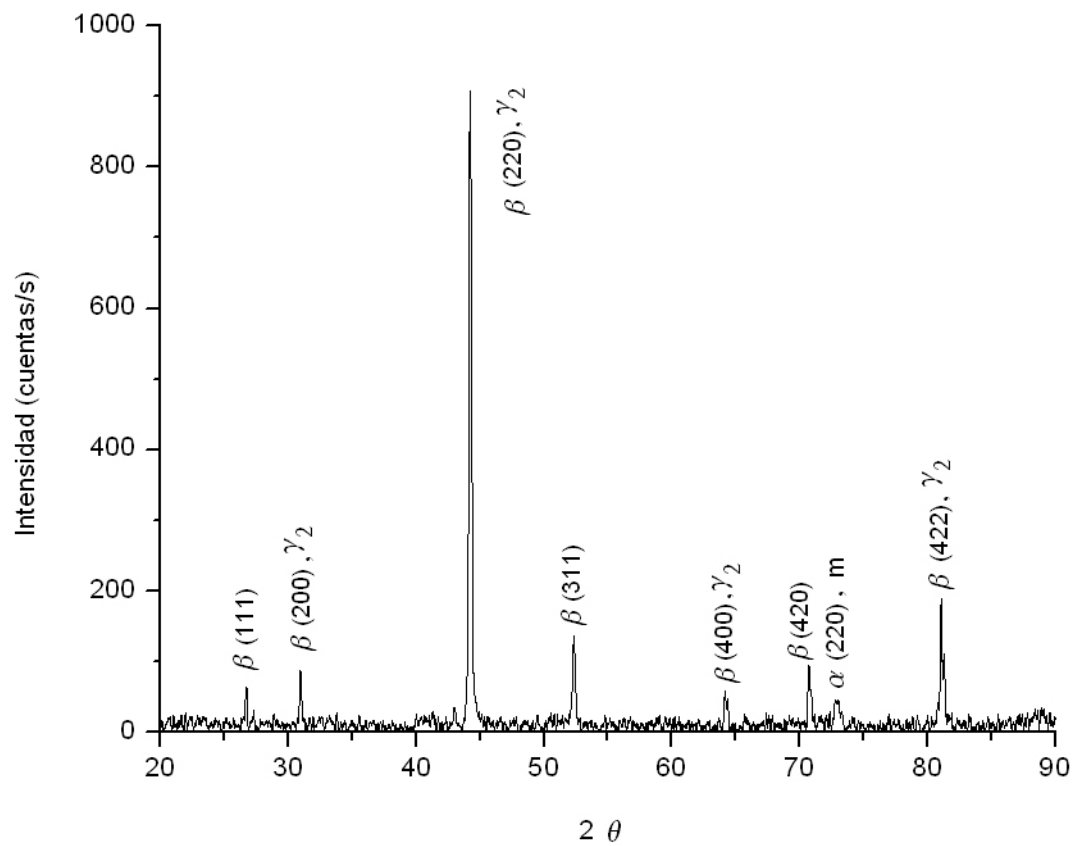


Figura 3.5: Difractograma para Cu-Al-Be

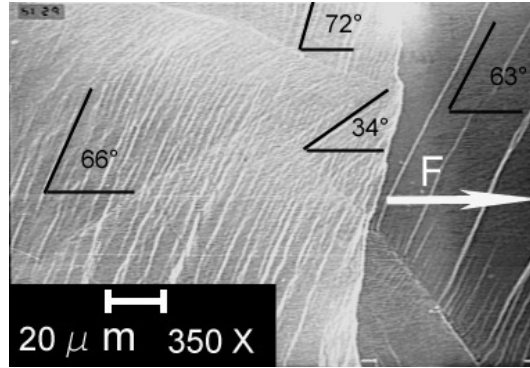


Figura 3.6: Variantes de martensita favorecidas con la dirección de aplicación de la carga

martensítica ( $m$ ). De lo anterior podemos concluir que no toda la muestra se encuentra en austenita y que la difracción de rayos  $X$  está midiendo una textura global de la muestra. Otro resultado importante que se obtuvo a partir de los difractogramas fue el tamaño de la celda. El análisis realizado reveló que el tamaño de la celda del Cu-Al-Be es de  $5.83 \text{ \AA} \pm 0.01$ . Con todo lo anterior se puede decir que la aleación a estudiar nos permitirá cubrir los objetivos de esta investigación. Adicionalmente se deseaba conocer la geometría de la fase martensítica y para ello se utilizaron técnicas como microscopía electrónica de barrido y microscopía de fuerza atómica.

### 3.2.5. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido permitió caracterizar los ángulos a los cuales aparecen las agujas de martensita bajo tensión uniaxial. Para llevar este experimento fue necesario pulir a espejo y atacar químicamente la superficie de la probeta con el fin de revelar la estructura cristalina de la superficie. Las probetas fueron montadas en un dispositivo especial para tensión uniaxial. Dentro de la cámara de vacío del microscopio se insertó el dispositivo de tensión y se generó vacío. Una vez montada en el dispositivo se encendió el microscopio y se enfocó la muestra. Se estableció la velocidad de deformación ( $0.01 \text{ mm/s}$ ) controlada por un motor eléctrico y un tornillo sinfín. Con las condiciones anteriores se encendió el motor y comenzó a aplicarse la carga en la probeta.

Al incrementar la magnitud de la carga se observó la aparición de la fase martensítica en forma de pequeñas agujas, como se puede apreciar en la Figura 3.6; las martensitas aparecen en ángulos que van desde los  $30^\circ$  a los  $75^\circ$  respecto a la dirección de aplicación de la carga. Así como también se puede observar que hay regiones en las que no aparece la nueva fase.

En esta misma prueba también se observó el canto de la probeta. En esta imagen se aprecia que la martensita, a través del espesor de la probeta, crece con un ángulo de  $60^\circ$  respecto a dirección de aplicación de la carga (Figura 3.4).

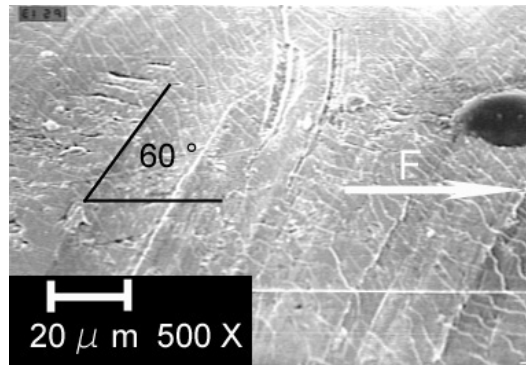


Figura 3.7: Variante de martensita, en el canto de la probeta, favorecida con la dirección de aplicación de la carga

### 3.3. Microscopía de fuerza atómica (MFA)

Las muestras utilizadas en microscopía de fuerza atómica fueron las mitades de las probetas ensayadas en tensión uniaxial; es decir, primero se esforzaron las probetas hasta inducir la fase martensítica y finalmente romperlas. Posteriormente, se metieron al microscopio de fuerza atómica para ver las características de la fase martensítica. La técnica utilizada en MFA fue la técnica de No-contacto en donde la muestra y la punta de microscopio interactúan por fuerzas electrostáticas. Éstas hacen que la punta, en voladizo, se comporte como un resorte elástico. La flexión de la punta es sensada con un láser y un fotodiodo. La interacción de estos elementos dan lugar a una imagen que es procesada en el software del microscopio obteniendo un análisis de perfilometría en una región determinada de la imagen. El equipo empleado en esta técnica nos limita a barrer regiones pequeñas del orden de 25 x 25 micras.

En la Figura 3.8 se muestra una imagen de una martensita ubicada entre los puntos azules. Las características que podemos observar es que cuenta con un tamaño de 10  $\mu\text{m}$  y una altura de 275 nm. Esta técnica nos confirma que las agujas salen del plano y sobre todo dicha técnica cuantifica esas características. En la Figura 3.9 podemos ver la martensita en 3 dimensiones y se hace más evidente como es que la aguja sale sobre la superficie.

Con la caracterización realizada en las secciones anteriores se procede a la prueba de tensión.

### 3.4. Pruebas de tensión

En esta sección se presentan los experimentos preliminares en CuAlBe los cuales son de carácter cualitativo. Uno de los propósitos principales de este trabajo es cuantificar esos resultados. Para lograr lo anterior se realizó una serie de experimentos de calibración en la sección 3.4.2 y de validación que se mostraran en la sección 3.5.

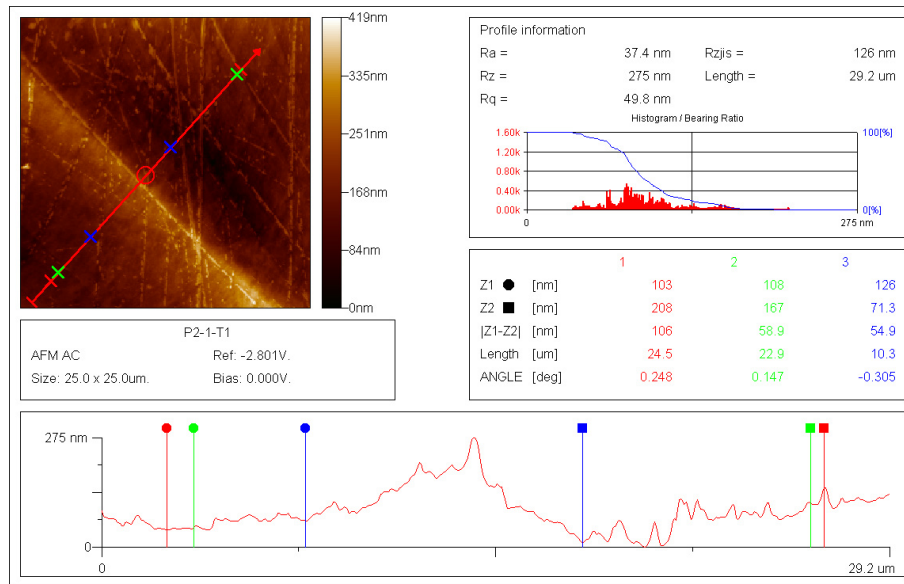


Figura 3.8: Aguja de martensita en MFA

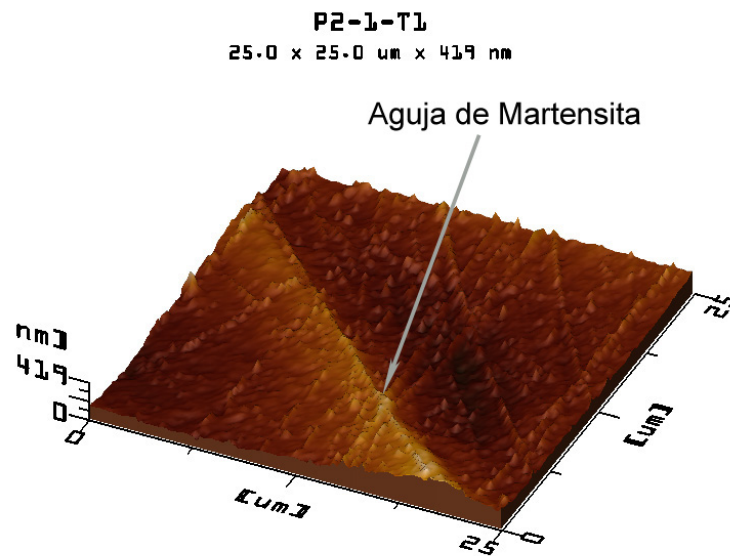


Figura 3.9: Aguja de martensita en 3D MFA

### 3.4.1. Experimentos preliminares en CuAlBe

Aquí se presenta los resultados preliminares en CuAlBe. Estos resultados son de carácter cualitativo; sin embargo, aquí se observa la primer evidencia de que la transformación martensítica aparece en la aleación y que es visible al microscopio óptico. En la Figura 3.10 se presenta la curva esfuerzo vs deformación en carga y descarga para una probeta de Cu-Al-Be. En ella se observa, claramente, el comportamiento superelástico. También se observa que el cambio de pendiente en la curva esfuerzo-deformación ocurre a un valor cercano a 100 MPa.

En la figura 3.11(c) se aprecia una campo de desplazamientos que corresponde al análisis de las imágenes c y d. En este campo se puede apreciar la no homogeneidad de la respuesta del material ocasionada por la aparición de las agujas de martensita. Los campos arriba muestran la presencia de traslación y es por ello que solo se observa la parte superior de la hipérbola. Dicha traslación se tiene que cuantificar y sustraer para aislar el campo de hiperbólico correspondiente a la elongación en una dirección y la contracción en una dirección perpendicular a la primera. Como se mencionó anteriormente se requiere de una calibración del equipo una validación del mismo. Por lo que a continuación se presentan las secciones respectivas.

### 3.4.2. Calibración del equipo

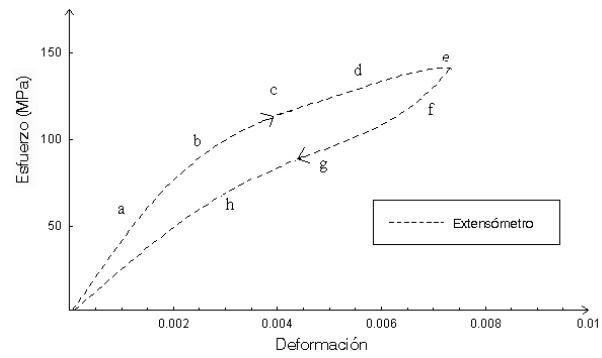
La calibración del equipo consiste en tres partes que son las siguientes: la calibración del LVDT, la calibración de la celda de carga y la calibración del sistema óptico. A continuación se presentan los resultados obtenidos.

#### Calibración del sensor de desplazamiento LVDT

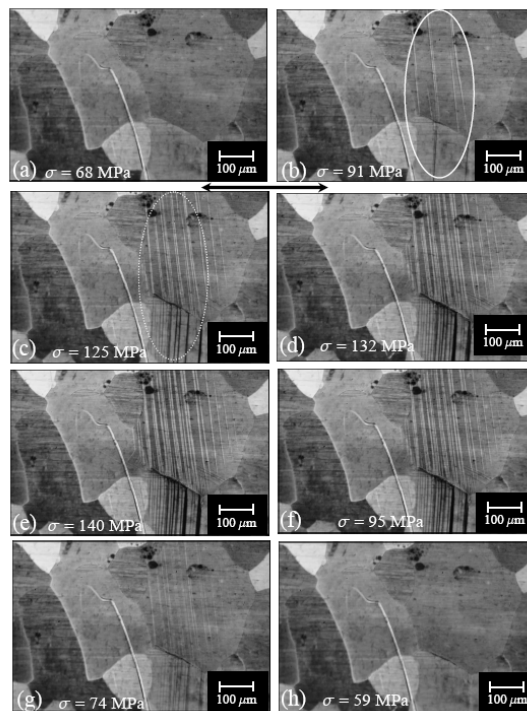
En este apartado se realizaron mediciones de traslación moviendo el cilindro hidráulico una distancia conocida. Dicha distancia fue comparada con el indicador digital Mitutoyo (modelo IFD150HE) y de esta forma se obtuvieron datos suficientes para ajustar la ganancia, el ajuste burdo y el ajuste fino en el controlador MTS 407. Con esta ganancia se logró obtener una nueva precisión en el experimento. Con las ganancias adecuadas, se realizaron varias lecturas y se hizo un ajuste por mínimos cuadrados lineales así también se calcularon los residuales correspondientes. Se tiene que resaltar que las lecturas de posición obtenidas por el sensor de desplazamiento "LVDT" tienen un error de  $\pm 0.75 \mu\text{m}$  como se muestra en la Figura 3.12(a).

#### Calibración del sensor de fuerza

La calibración de la celda de carga se realizó por el método de comparación. Para lo anterior se utilizó una celda de carga MTS de 25 kN, modelo 661-19F-04, con certificado de calibración F-CTT-01-POL-05. Se realizaron varias lecturas para ciclos de carga y descarga. De esta forma se lograron obtener los valores de la ganancia, el ajuste burdo



(a) Curva esfuerzo-deformación



(b) secuencia de imágenes asociadas a la curva esfuerzo-deformación

Figura 3.10: Curva esfuerzo deformación e imágenes asociadas

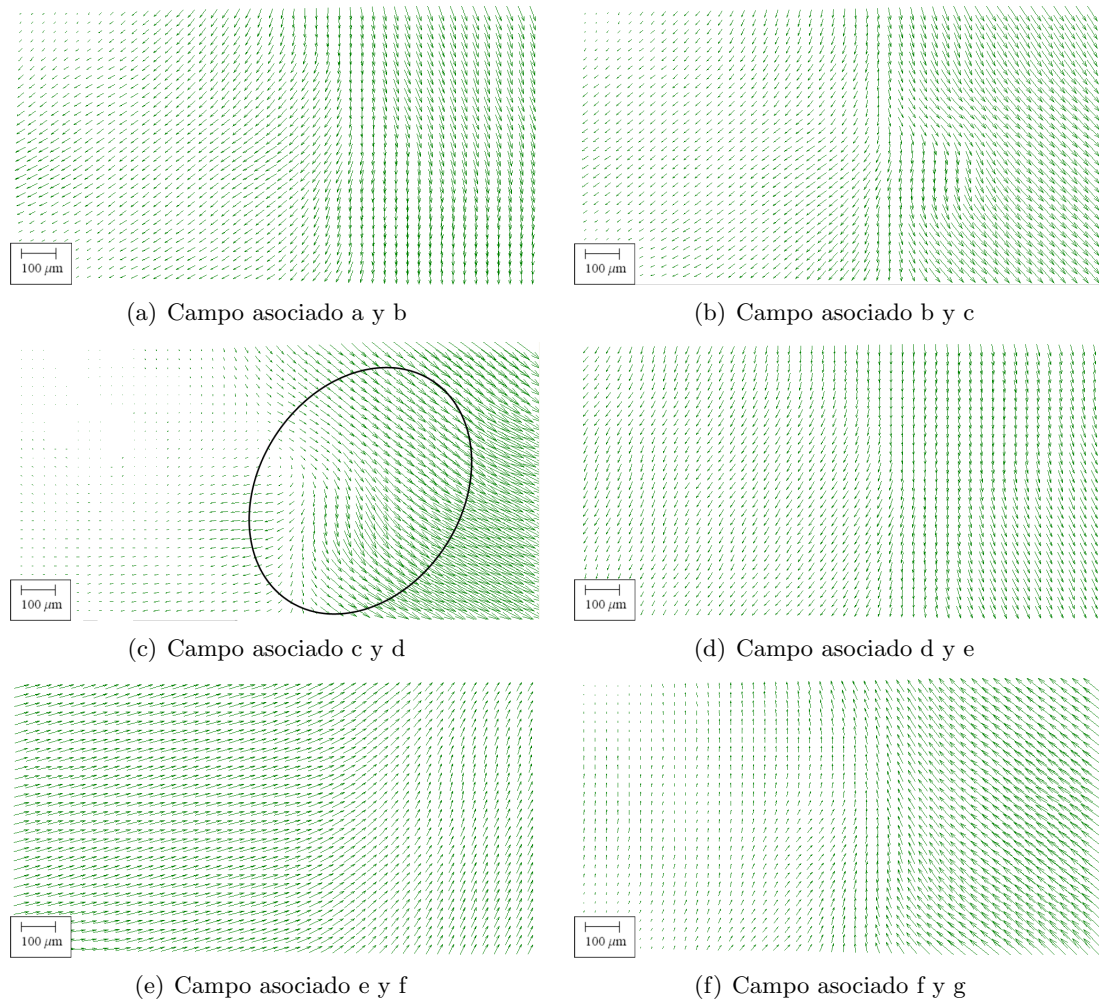


Figura 3.11: Campos de desplazamiento

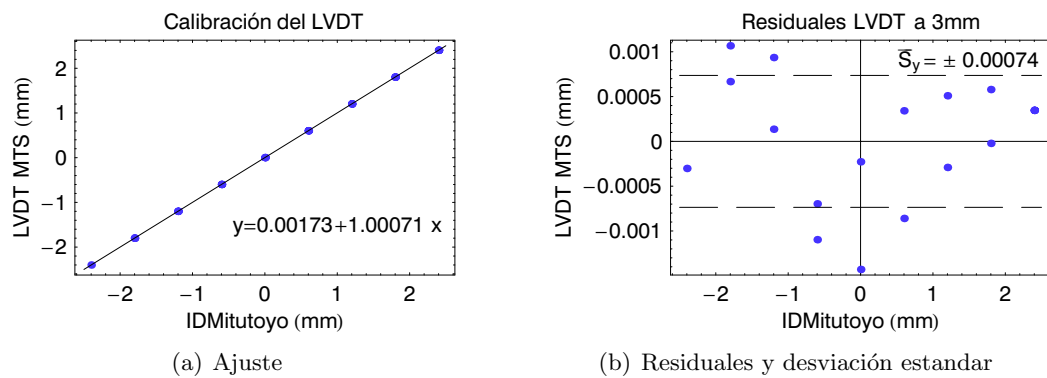


Figura 3.12: Calibración del LVDT

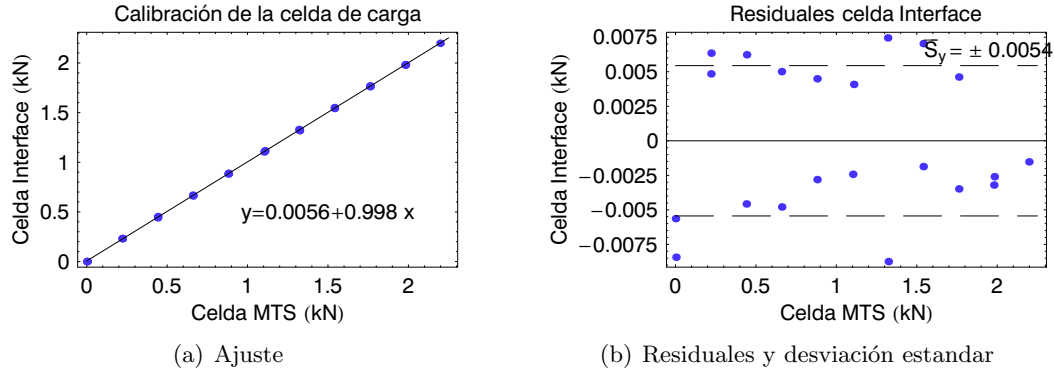


Figura 3.13: Calibración de la celda de carga

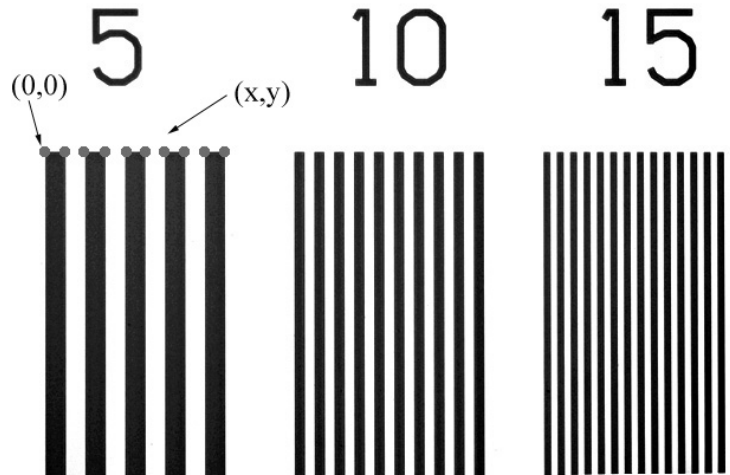


Figura 3.14: Rejilla de calibración

y el ajuste fino que son requeridos por el controlador MTS 407. En la Figura 3.13(a) se muestran las lecturas de carga y en la Figura 3.13(b) se muestran los residuales para las lecturas. De esta manera se tiene que para la celda de carga la incertidumbre es de  $\pm 5$  N.

### Calibración del sistema óptico

La calibración del sistema óptico consistió en determinar el tamaño de pixel en micras. El tamaño del pixel se determinó al medir la distancia entre líneas de una rejilla de calibración de la marca edmund optics. La rejilla presenta divisiones que van de 5 a 200 líneas por milímetro. Como se aprecia en la figura 3.14.

Se tomó una imagen digital de la rejilla y se realizaron mediciones en las esquinas de cada línea para obtener coordenadas  $(x,y)$  en cada posición. El origen se tomó en la primer



esquina. Con las posiciones de las esquinas se realizó un ajuste con mínimos cuadrados lineales obteniendo así el tamaño del pixel. Para una magnificación de  $10X$  el tamaño del pixel es de  $1.774 \frac{\text{pixeles}}{\mu\text{m}} \pm 0.001$  (ó  $0.564 \frac{\mu\text{m}}{\text{pixel}}$ ) y para  $5X$  es de  $0.887 \pm 0.001 \frac{\text{Pixeles}}{\mu\text{m}}$  (ó  $1.127 \frac{\mu\text{m}}{\text{pixel}}$ ), como se aprecia en la Figura 3.15.

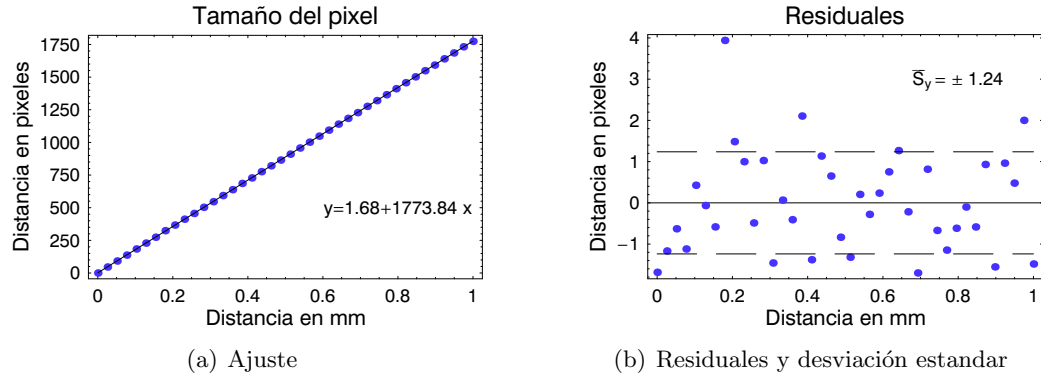


Figura 3.15: Tamaño del pixel

### 3.5. Validación del equipo y CID

Con el propósito de validar el equipo y la técnica de correlación de imágenes digitales (CID) se hicieron unas mediciones con distintos sensores. Estas mediciones consisten en comparar la técnica de CID contra sensores de desplazamiento y de deformación. Como se mencionó anteriormente el principio de correlación de imágenes digitales, para la medición de desplazamientos, se basa en calcular el flujo óptico dentro de un par o una secuencia de imágenes. El flujo óptico se define como el movimiento aparente de un patrón de brillo o intensidad dentro de la imagen. Este flujo, en el espacio de la imagen, se mide en pixeles; para poder darle una interpretación física se tiene que determinar el tamaño del pixel en el espacio del objeto. Es decir la equivalencia del pixel en unidades de longitud, como se obtuvo en la sección 3.4.2.

#### 3.5.1. Desplazamiento: LVDT vs CID

Los resultados de la traslación obtenidos por CID se comparan con los obtenidos con el LVDT en la figura 3.16. Dichos valores fueron calculados a partir del campo de desplazamientos obtenido por CID y minimizando la ecuación 2.10. En la tabla 3.3 se muestra un resumen de los parámetros de traslación recuperados. En la figura 3.16(a) se muestra la correlación entre las dos imágenes tomadas en la misma posición (sin desplazamiento entre sí). El análisis de la correlación muestra que existe un desplazamiento del orden de  $1.3 \pm 0.7$  Pixeles (ó  $0.7 \pm 0.4 \mu\text{m}$ ), es decir ruido. Este ruido se debe a pequeñas vibraciones que alteran las condiciones de iluminación al disparar la cámara y capturar las imágenes. Este cambio en iluminación o ruido resultó ser despreciable como ya se mencionó la

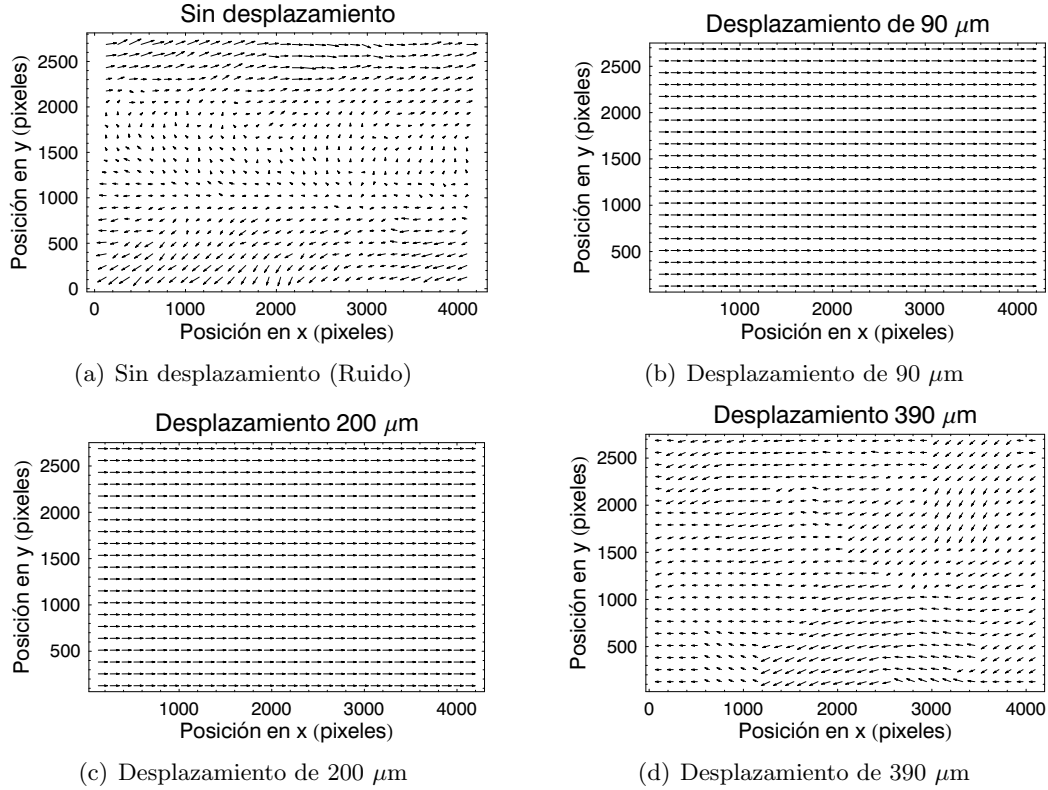


Figura 3.16: Campos de traslación

contribución éste es del orden de una micra.

En la figura 3.16(d) se muestra una traslación grande del orden de 400 micras. Esta traslación grande hace que la correlación de imágenes digitales muestre resultados no congruentes con los desplazamientos reales. Lo anterior se debe a que en el proceso de correlación se cae en un mínimo local y no el mínimo global que representaría al desplazamiento real. De lo anterior se entiende que será posible medir desplazamientos mayores a 10 micras y menores a 200 obteniendo mediciones aceptables. Los valores de traslación en  $x$  y en  $y$  mostrados en la tabla 3.3 son multiplicados por el valor del pixel en micras como se muestra en las columnas 4 y 5 de la tabla 3.3.

Los experimentos de traslación permiten observar que el movimiento rígido se puede

Tabla 3.3: Parámetros de traslación recuperados

Desplazamiento	$T_x(\text{Píxeles})$	$T_y(\text{Píxeles})$	$T_x(\mu\text{m})$	$T_y(\mu\text{m})$
0 $\mu\text{m}$	$-0.227 \pm 0.004$	$0.303 \pm 0.004$	$0.128 \pm 0.002$	$0.171 \pm 0.002$
90 $\mu\text{m}$	$175.65 \pm 0.02$	$0.88 \pm 0.02$	$99.06 \pm 0.01$	$0.49 \pm 0.01$
200 $\mu\text{m}$	$363.7 \pm 0.03$	$0.76 \pm 0.03$	$205.12 \pm 0.02$	$0.43 \pm 0.02$
390 $\mu\text{m}$	$-343 \pm 4$	$0.76 \pm 4$	$193.45 \pm 2$	$49 \pm 2$

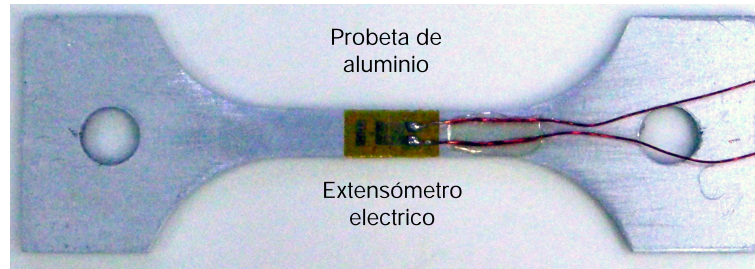


Figura 3.17: Probeta de aluminio con extensómetro eléctrico

recuperar sin ningún problema para valores entre 10 y 200 micras.

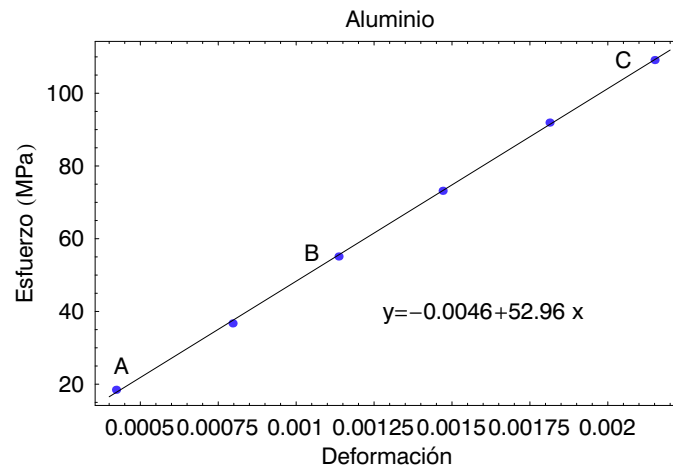
### 3.5.2. Deformación en un material convencional

En este apartado se presentan los resultados de la prueba de tensión realizada a un metal convencional como lo es el aluminio. También se compara el comportamiento macro y micromecánico del aluminio mediante las distintas técnicas empleadas para medir deformación. Todo lo anterior se realiza con el propósito de validar el equipo con un material conocido.

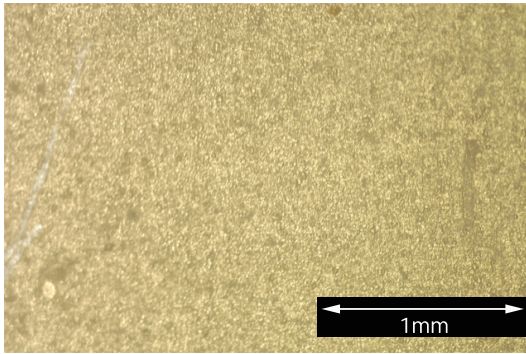
El aluminio utilizado en esta prueba es empleado comercialmente en la fabricación de perfiles tubulares para diversas aplicaciones. Las probetas de aluminio se obtuvieron del perfil mediante un maquinado en control numérico. Es importante mencionar que de este material se desconoce la historia térmica así como el tamaño de grano. Bajo la consideración anterior se procedió a instrumentar la probeta de aluminio con un extensómetro eléctrico; el cual fue colocado justo a la mitad de la sección de prueba de la probeta. Por el otro lado de la misma se cuenta con la textura natural del aluminio; es decir, la superficie no recibió pulido ni ataque químico, como se aprecia en la figura 3.17.

A continuación, en la figura 3.18(a) se puede observar la curva esfuerzo vs deformación del aluminio, bajo tensión uniaxial, que presenta un comportamiento lineal. En esta misma figura se presentan tres puntos, denotados con las letras A, B y C, a distintos niveles de esfuerzo y que se encuentran entre el 0.05% y 0.2% de deformación; es decir dentro del límite elástico del material. A éstos corresponden las imágenes presentadas en 3.18(b), 3.18(c) y 3.18(d) respectivamente; cabe mencionar que estas imágenes fueron tomadas a 10X. En dichas imágenes se aprecia que la textura natural del aluminio presenta un patrón aleatorio con pequeños puntos oscuros y brillantes que dan una textura óptica para este material, como se observa en las figuras arriba citadas.

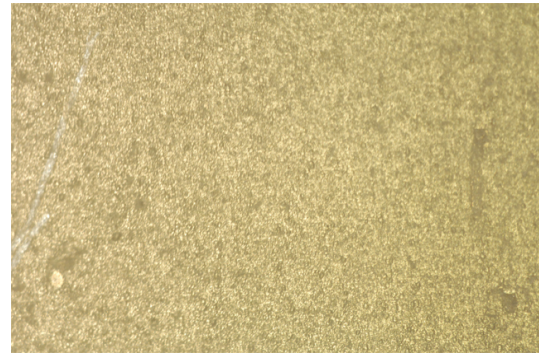
La correlación de imágenes digitales se aplicó a los siguientes pares de imágenes de A a C y de B a C. Los resultados de la correlación de imágenes digitales se muestran en los campos de desplazamiento de la figura 3.19. En dicha figura se observa una elongación en el eje vertical mientras que en el eje horizontal se presenta una contracción. De esta manera se observa el campo hiperbólico esperado. En este campo de desplazamiento se



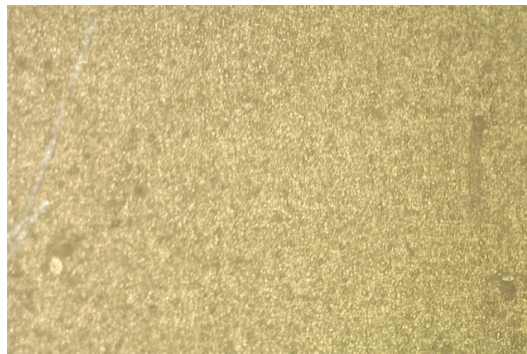
(a) Curva esfuerzo-deformación



(b) Imagen A (18.5 MPa)



(c) Imagen B (55 MPa)



(d) Imagen C (109 MPa)

Figura 3.18: Curva esfuerzo vs deformación e imágenes asociadas en el aluminio

puede apreciar que los vectores no cambian de dirección de manera abrupta; más bien éstos cambian de manera suave. Lo anterior indica la presencia de deformaciones homogéneas.

Un experimento similar al arriba descrito fue realizado por Sutton et. al en 1986 [58]. En ese experimento emplearon correlación de imágenes digitales y extensometría eléctrica para medir deformaciones planas en grano de un acero de bajo carbon. Las mediciones del extensómetro eléctrico fueron comparadas con las obtenidas por correlación de imágenes como una mera validación de la técnica de correlación de imágenes. Los resultados mostrados por Sutton revelan que los deformaciones obtenidas por correlación de imágenes digitales no coinciden con las deformaciones globales y esto lo atribuyen a la no homogeneidad del grano y a la calidad de las imágenes. Cabe destacar que las imágenes empleadas por Sutton son 480 x 380 pixeles y utiliza conjuntos de subimágenes de 100 x 100 pixeles. Hoy en día el avance de la tecnología nos permite emplear cámaras de mayor resolución con las que se obtienen imágenes que permiten extraer 10 veces mas información durante el experimento.

A diferencia del experimento realizado por Sutton [58] en este apartado se empleó aluminio comercial. En este caso no se realizó una metalografía del material; sin embargo, se supone que el material presenta granos pequeños ya que se observan deformaciones homogéneas. Es decir la medición por CID se realizó en un conjunto de granos que representa el comportamiento promedio del material y que resulta en un material isótropo.

### **Deformación y módulo elástico del Aluminio**

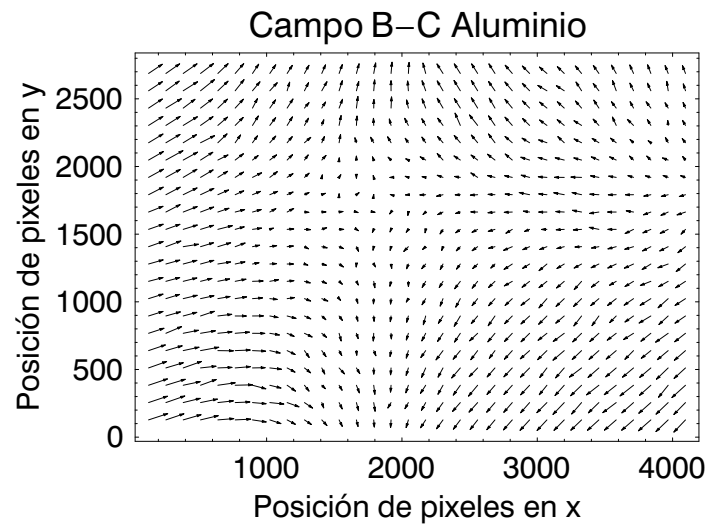
Ahora se presentará la comparación entre el comportamiento macro y micromecánico del aluminio. Con los datos obtenidos durante la prueba de tensión uniaxial y las técnicas empleadas como extensometría eléctrica y correlación de imágenes digitales se realizó un análisis detallado de los datos para posteriormente calcular el módulo elástico del material.

Dicha comparación consistió en obtener la deformación del material mediante cuatro formas que son las siguientes: LVDT, extensometría eléctrica, extensómetro óptico y flujo óptico.

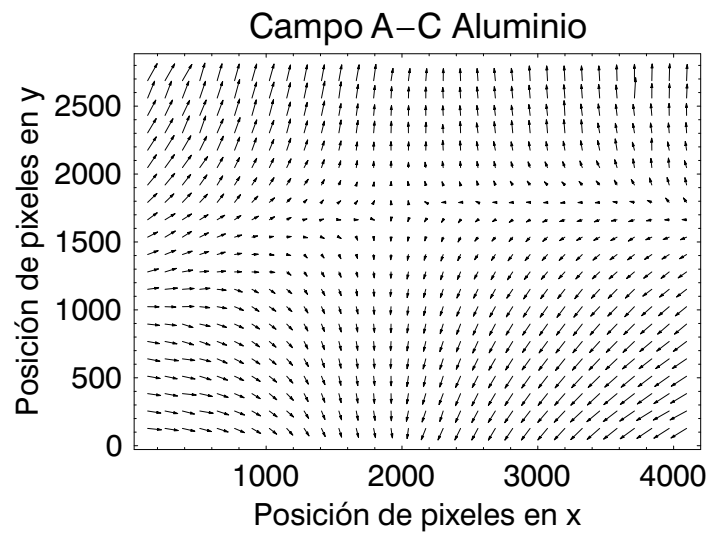
En la figura 3.20 se muestra la gráfica de deformación vs punto para los distintos métodos utilizados. En ella se observa que los distintos métodos de medición concuerdan en buena manera. Dado que estos valores de deformación están asociados a los puntos 1, 2 y 3; es decir, a A, B y C en 3.18(a) respectivamente. Con lo anterior es posible calcular el módulo elástico del material para cada punto.

En la figura 3.21 se muestra el módulo elástico del material para tres puntos (A, B y C mostrados en 3.18(a)) donde el punto uno corresponde al análisis por CID entre los puntos A y B, el punto dos corresponde entre los puntos B y C y el punto tres corresponde entre los puntos A y D.

En la figura se puede observar que las cuatro maneras de medir la deformación dan un resultado que se encuentra alrededor de los 60 GPa. Al realizar un promedio de las mediciones consideradas como macro (LVDT y extensómetro eléctrico) y un promedio de las mediciones micro obtenemos la gráfica 3.22.



(a) Campo de desplazamiento entre imagen A y C



(b) Campo de desplazamiento entre imagen B y C

Figura 3.19: Campos de desplazamiento obtenidos por CID

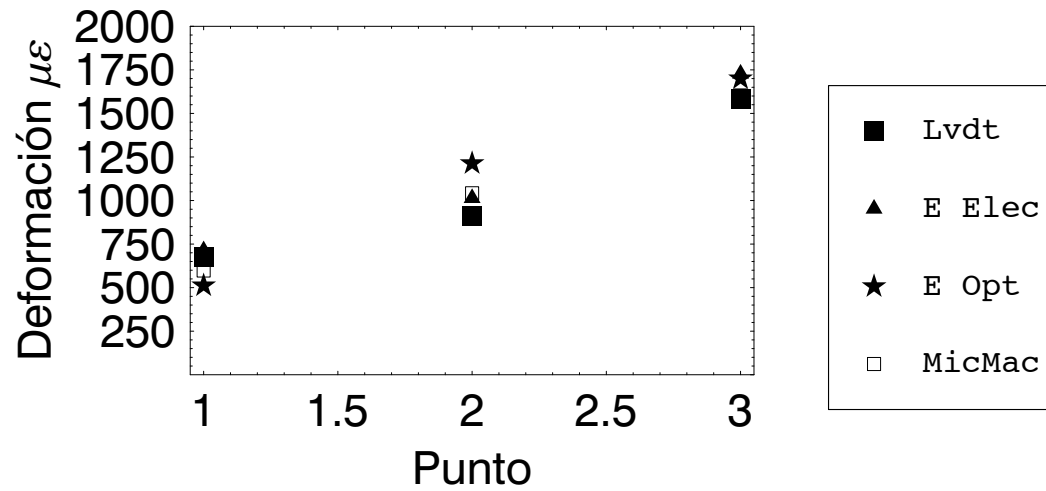


Figura 3.20: Deformaciones medidas por distintas técnicas en aluminio

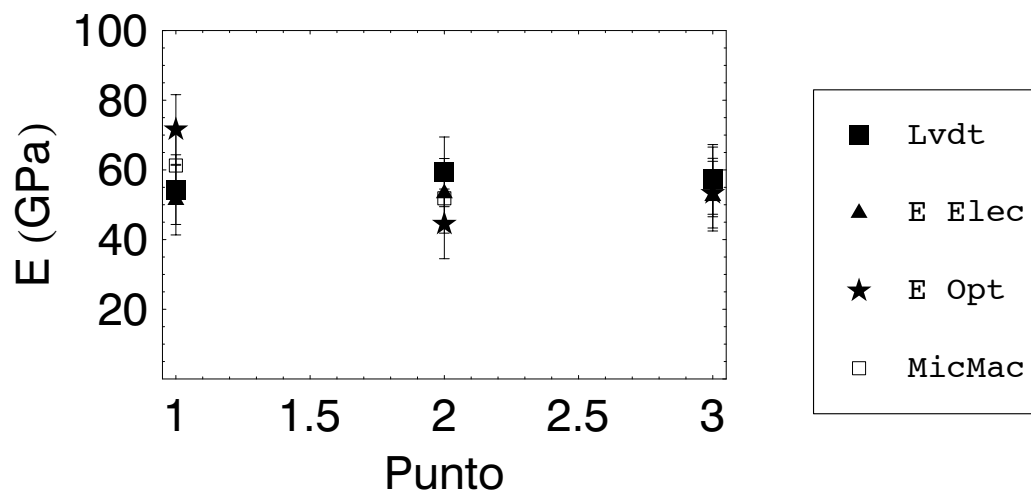


Figura 3.21: Módulo elástico del aluminio obtenido por distintas técnicas

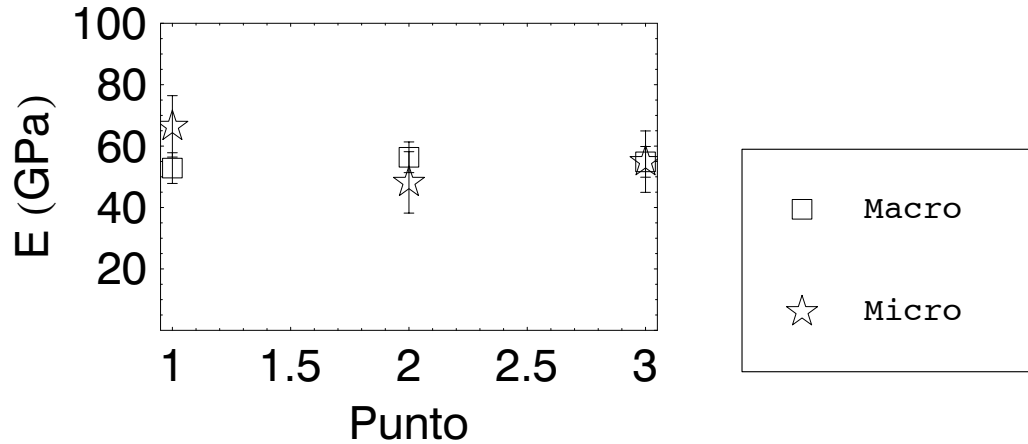


Figura 3.22: Módulo elástico del aluminio a nivel macro y micromecánico

En esta gráfica se representa, de igual forma, el módulo elástico del aluminio vs punto. Se observa que el módulo elástico del aluminio para perfiles comerciales está al rededor de los  $60 \text{ GPa} \pm 10 \text{ GPa}$ . Este valor obtenido es aceptable ya que el aluminio empleado para estos perfiles no es un aluminio de alta calidad por lo cual es razonable pensar que su módulo no sea de  $72 \text{ GPa}$  como se reporta en la literatura para un aluminio de alta calidad.

### 3.5.3. Deformación en un material biológico

Los materiales biológicos presentan complicaciones para medir sus propiedades elásticas ya que no es posible pegarles un extensómetro eléctrico o mecánico sin que sus propiedades mecánicas resulten afectadas.

Actualmente, en la prueba de tensión para estos materiales se emplea sensores desplazamiento (LVDT) que miden la elongación del material. El empleo de este tipo de sensores no es bien visto por las normas ASTM y es por ello que se buscan nuevas alternativas [69]. Una nueva alternativa son las técnicas de no contacto como lo es la correlación de imágenes digitales; dicha técnica fue empleada por Zhang et. al para medir el comportamiento mecánico bajo tensión uniaxial de una aorta bovina.

En ese trabajo realizan mediciones de deformación en un polímero con el propósito de medir la deformación con un extensómetro mecánico y compararlas con las deformaciones medidas con CID. Con lo anterior Zhang et. al validó sus resultados[70].

En el presente trabajo se empleó CID en un material biológico; concretamente se utilizó pericardio bovino.

El pericardio bovino es un tejido de fibras de colágeno que está siendo empleado en la fabricación de válvulas cardíacas. Este tipo de implantes han dado buenos resultados;



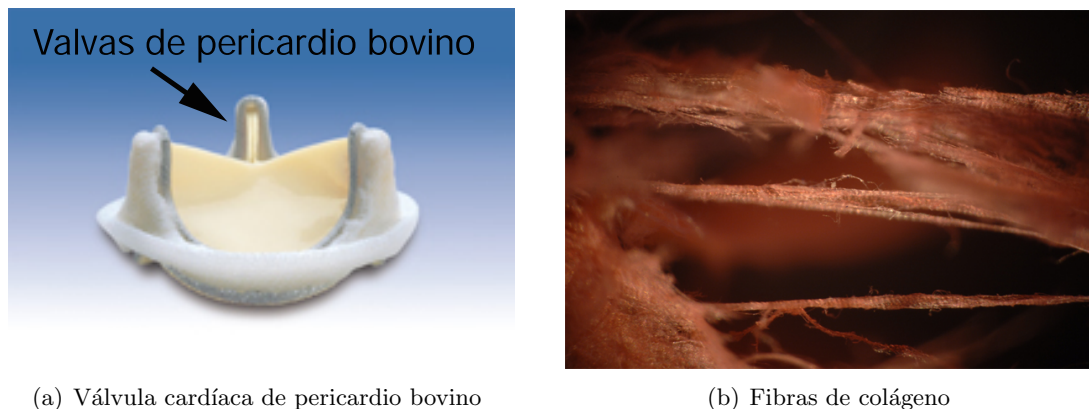


Figura 3.23: Válvulas cardíacas de pericardio bovino

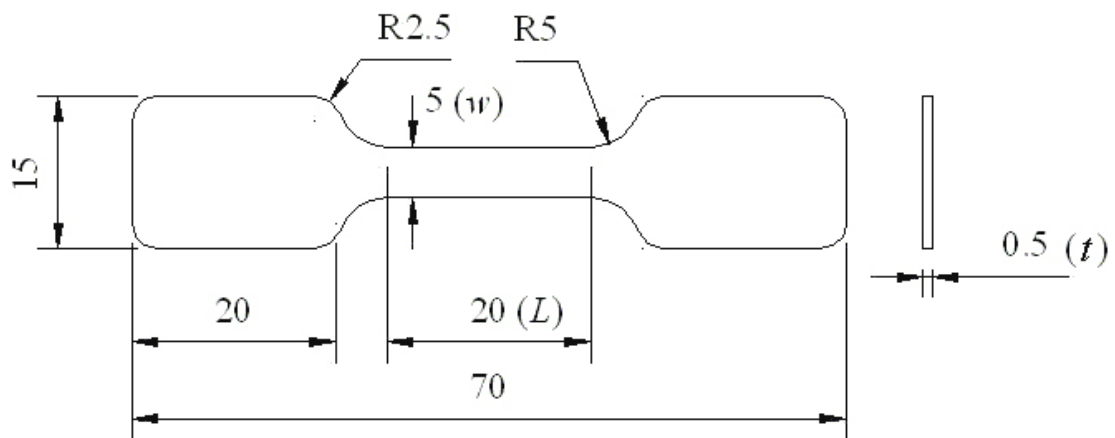
Sin embargo, actualmente se está tratando de hacer válvulas cardíacas de pericardio que tengan una vida útil más prolongada. Con el estudio del comportamiento mecánico del pericardio bovino se tendrán criterios de selección para fabricar válvulas cardíacas solo con los pericardios que presenten las propiedades mecánicas ideales.

El pericardio bovino utilizado fue liofilizado, rehidratado en solución salina y teñido con colorante azul para mejorar su textura óptica. En la figura 3.24 se muestran las dimensiones de la probeta y una probeta de pericardio bovino rehidratada antes de ser teñida.

Con las probetas rehidratadas y teñidas se realizaron las pruebas de tensión adquiriendo imágenes de la superficie de la probeta a distintos niveles de carga. Con los datos adquiridos y la geometría de la probeta se obtuvo la curva esfuerzo vs razón de elongación del material. En la figura 3.25(a) se muestra dicha curva y en ella se puede observar el comportamiento mecánico típico de un biomaterial que se caracteriza por ser no lineal y por presentar un pequeño pie en los primeros niveles de carga[70]. En esta misma figura se presentan 4 puntos marcados con las letras A, B, C y D que representan a las imágenes presentadas en 3.25(b), 3.25(c), 3.25(d) y 3.25(e). En ellas es evidente el colorante azul apreciando un mejor contraste en la imagen. Lo anterior facilita el enfoque de la cámara y la correlación de imágenes digitales.

Dicha correlación se llevó a cabo por pares de imágenes entre A y B, entre C y D y entre A y D. De esta forma se presentan los campos de desplazamiento correspondientes al pericardio bovino. Es claro en estos campos, que la dirección de elongación es horizontal mientras que la contracción es en la dirección vertical debido a la configuración del experimento. Los campos experimentales obtenidos para el pericardio son hiperbólicos y muy parecidos a un campo teórico de tensión uniaxial.

Este material biológico no presenta estructura cristalina, a diferencia de los metales, por lo que los efectos de la estructura cristalina quedan fuera de este experimento. Sin embargo, el pericardio bovino cuenta con fibras de colágeno que se encuentran entrelazadas de manera aleatoria. Debido a lo anterior se puede decir que la probeta de pericardio

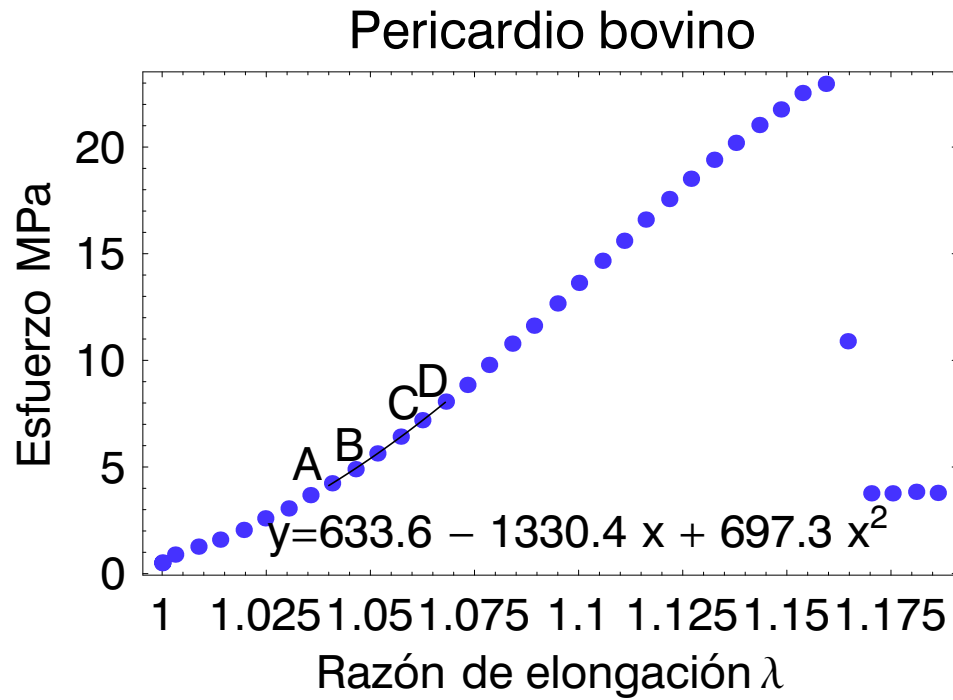


(a) Dimensiones en mm



(b) Probeta de pericardio bovino

Figura 3.24: Probeta de pericardio bovino



bovino presentará deformaciones homogéneas. En la figura 3.26 se observan los tres campos obtenidos y todos ellos presentan desplazamientos suaves y sin perturbaciones o cambios bruscos de dirección. Cabe mencionar que este material, al contar con fibras, tiene la capacidad de auto-alinearse por lo que los campos de desplazamiento ilustran un campo de tensión uniaxial.

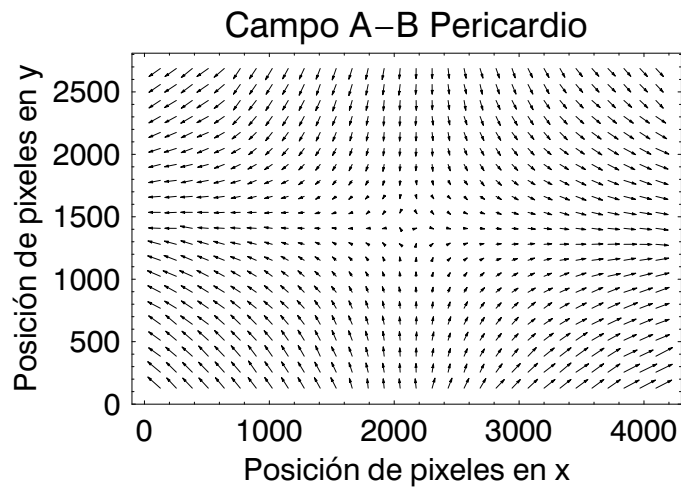
Al igual que Zhang et. al [70] y Sutton et. al [58], en este trabajo se utilizan materiales y técnicas de referencia para validar los resultados principales de este trabajo. Debido a lo anterior en este trabajo aparece el aluminio y el pericardio bovino. Sucede que un metal convencional se caracteriza por soportar deformaciones pequeñas mientras que un material con memoria de forma se caracteriza por soportar deformaciones hasta 100 veces mayores a las de un metal convencional. Debido a lo anterior se decidió ensayar materiales que presentara deformaciones por debajo y por encima de las de un material con memoria de forma y verificar que se puedan medir los desplazamientos entre las imágenes adquiridas de una manera satisfactoria. En la figura 3.27 se presenta las distintas medidas de deformación en el pericardio bovino. En ellas se observa que las medidas de deformación van de las 5000 a las 30000  $\mu\varepsilon$ . Todas ellas corresponde en buena manera entre sí. Con lo anterior se puede decir que CID permite medir deformaciones gran magnitud mostrando buenos resultados.

Las medidas de deformación están asociadas a un esfuerzo con el cual se puede calcular el módulo elástico del material en ese instante. A continuación se presentaran los resultados correspondientes a el módulo elástico medido para el pericardio. En la figura 3.28 se presentan los valores del módulo elástico del pericardio para los puntos uno, dos y tres que corresponden a los análisis entre los puntos A y B, entre C y D y entre A y D, marcados en la figura 3.25(a), respectivamente.

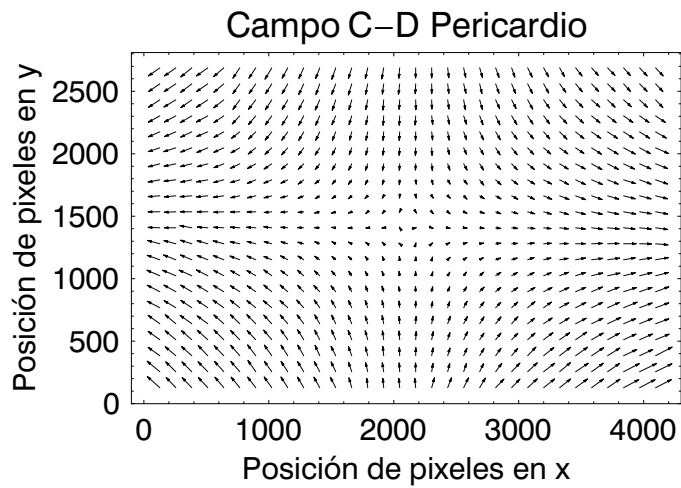
En la figura 3.28 puede observarse que el valor del módulo elástico de pericardio, en los puntos dos y tres, está alrededor de los 160 MPa. mientras que para el punto dos se encuentra alrededor de los 120 MPa. Esta diferencia posiblemente se deba a que las fibras de colágeno en el material ajusten su posición de acuerdo a la dirección de aplicación de la carga.

De la misma manera que en el aluminio se realizó un promedio de las distintas mediciones del módulo elástico. Con lo anterior se logró obtener un enfoque macro y micromecánico del comportamiento de este material. En la figura 3.29 se observan dos mediciones del módulo elástico del material. La primera corresponde al comportamiento macromecánico del material que corresponde al promedio de las mediciones macro obtenidas mediante el LVDT y las obtenidas a partir de los flojos ópticos entrantes/salientes más el LVDT integrando así el comportamiento macro y micro en una medida de deformación.

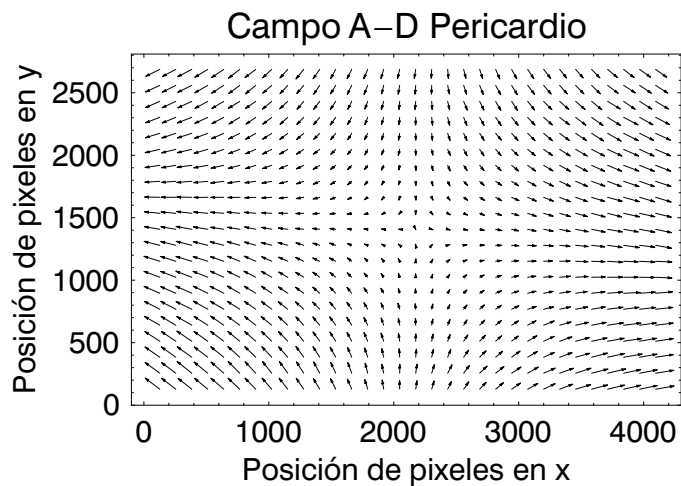
En este caso se puede observar que las mediciones macro y micro corresponden en buena manera para cada punto. Entonces se dice que el módulo elástico del pericardio bovino liofilizado y rehidratado es de 160 MPa. Es conveniente decir que se tiene que realizar un experimento donde sea posible verificar el acomodo o alineación de las fibras de colágeno bajo tensión uniaxial. De esta manera se podrá explicar las variaciones del módulo del material.



(a) Campo de desplazamiento entre imágenes A y B



(b) Campo de desplazamiento entre imágenes C y D



(c) Campo de desplazamiento entre imágenes A y D

Figura 3.26: Campos de desplazamiento en pericardio bovino asociados a la prueba de tensión uniaxial

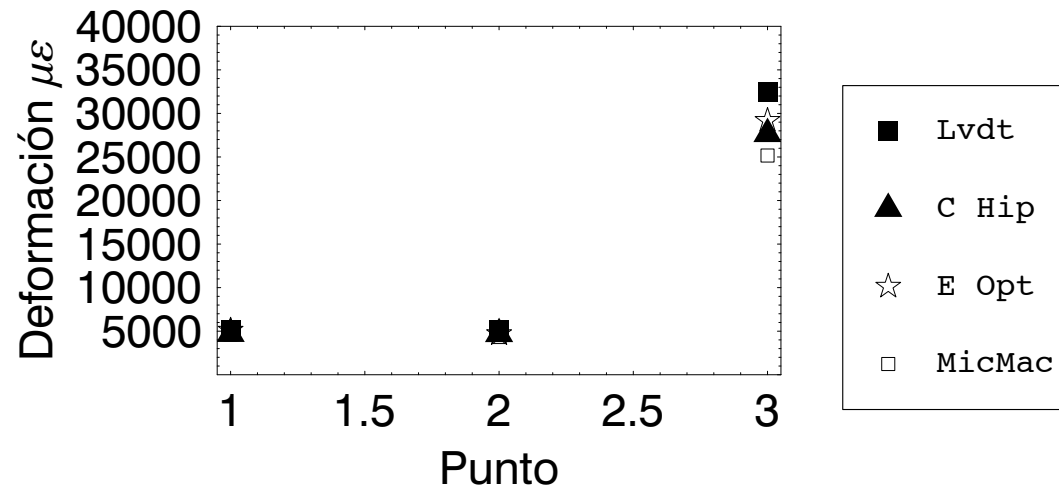


Figura 3.27: Deformaciones medidas por distintas técnicas en pericardio

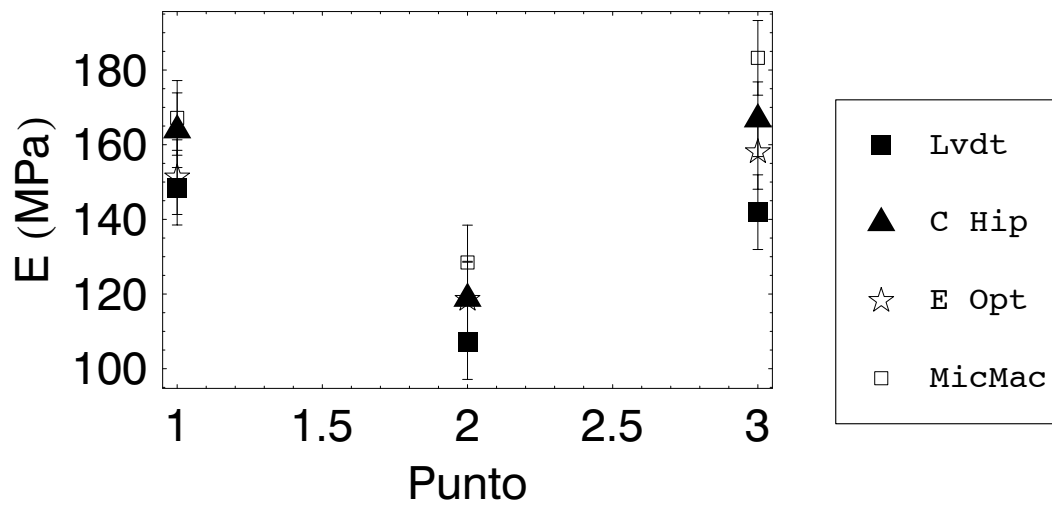


Figura 3.28: Módulo elástico del pericardio bovino medido por distintas técnicas

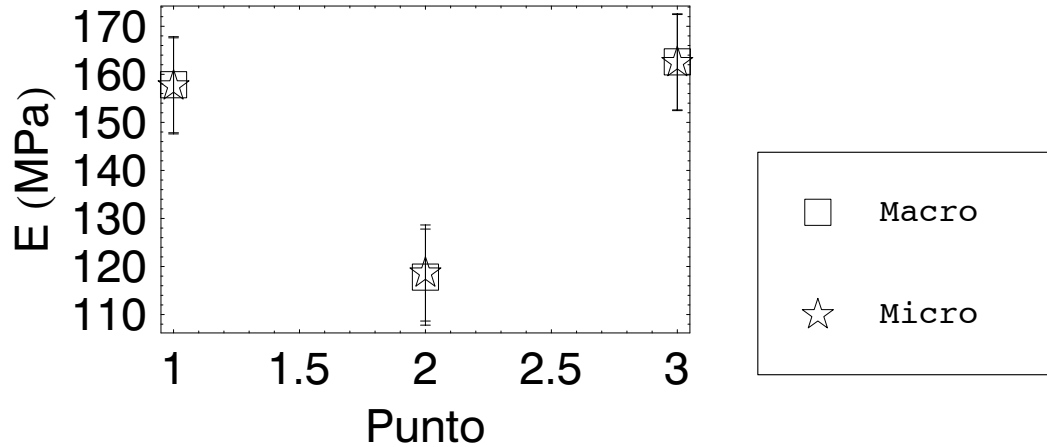


Figura 3.29: Módulo elástico del pericardio bovino a nivel macro y micromecánico

Una vez presentados los resultados de los materiales que se emplearon para validar los resultados principales de esta investigación se procederá a mostrar los resultados cuantitativos obtenidos para el CuAlBe en las secciones siguientes.

### 3.6. Deformación en un MMF: CuAlBe

Como se mencionó al principio de este trabajo, el objetivo del mismo es el estudio experimental del comportamiento mecánico de un material con memoria de forma. Como se ha visto en las dos primeras partes de este capítulo se muestran los resultados referentes a la fabricación, caracterización y procesos termomecánicos de la aleación. Así también se presentan resultados correspondientes a la calibración del equipo y validación de los resultados. Con lo anterior es posible presentar los resultados cuantitativos del comportamiento macro y micromecánico de la aleación CuAlBe que se presentarán en las siguientes secciones.

Los experimentos realizados para la aleación con memoria de forma son prácticamente los mismos que se realizaron para el aluminio y para el pericardio bovino. En el caso de CuAlBe las probetas fueron pulidas y atacadas químicamente para revelar la microestructura del material. El reactivo que se utilizó fue cloruro férrico. Por lo que ahora se utiliza la textura óptica que brinda la metalografía realizada a la superficie de la probeta.

#### 3.6.1. Comportamiento macromecánico del CuAlBe

Los resultados del comportamiento macromecánico del CuAlBe se refieren a las curvas de esfuerzo vs razón de elongación obtenidas mediante la prueba de tensión uniaxial convencional. Para medir la deformación se empleó un extensómetro eléctrico cuya deno-

Tabla 3.4: Pendientes de las fases

Ciclo	Austenita (GPa)	Austenita-Martensita (GPa)
C6	112	26
C7	111	27
C8	111	28
C9	111	29
C10	108	26
C11	108	26
Promedio	$110 \pm 2$	$27 \pm 2$

minación es EA-09-062AQ-350.

La figura 3.30 presenta las curvas esfuerzo vs razón de elongación del material. En cada una de ellas se observa un lazo superelástico, en carga y descarga, característico de la transformación martensítica inducida por esfuerzo. Así mismo se observa que el valor del esfuerzo crítico esta al rededor de los 230 MPa. Este valor es cercano al valor del esfuerzo crítico calculado, 223 MPa, de acuerdo a la temperatura crítica de transformación.

El esfuerzo crítico indica el inicio de la transformación martensítica inducida por esfuerzo; en las curvas se aprecia un cambio de pendientes. La primer pendiente que va de 1 a 1.003, es decir 0.3% de deformación, corresponde a un comportamiento lineal de la austenita; la segunda pendiente corresponde a una mezcla de fases Austenita-Martensita que va de 1.003 al 1.007 en la razón de elongación. Con lo anterior es claro que el material esta soportando una deformación de 0.7% y que es completamente recuperable al retirar la carga. Este material esta soportando deformaciones pseudo-elásticas 3.5 veces mayores a las de un material convencional.

Así mismo se realizaron ajustes lineales de los datos, uno para cada pendiente. El ajuste para la primer pendiente, austenita, se presenta con la línea recta en azul; mientras que para la segunda pendiente, mezcla de fases, se presenta en rojo. Las pendientes obtenidas de los ciclos 6 al 11 se presentan en la tabla 3.4.

Al sacar el promedio de las pendientes se tiene que el módulo elástico de la austenita es de  $110 \pm 2$  GPa, mientras que para la segunda pendiente donde ambas fases coexisten, tenemos una pendiente de  $27 \pm 2$  GPa. Este último valor no es el módulo de la martensita; este valor es el comportamiento mecánico reflejado por el material debido a la transformación martensítica. Cuando aparecen las agujas de martensita se generan desplazamientos mayores provocando también deformaciones de mayor orden y una disminución de la pendiente en la curva esfuerzo vs razón de elongación.

Para obtener el módulo elástico de la martensita es necesario alcanzar un nivel de deformación mayor al empleado en este trabajo y que posiblemente involucre deformaciones plásticas. Las deformaciones plásticas quedan fuera del objetivo de este trabajo y es por ello que no se reporta el módulo elástico de la martensita. Existe algunos datos preliminares que el módulo de la martensita es menor que el de la austenita; sin embargo, la diferencia no es mucha y en un trabajo posterior se obtendrá dicho valor.



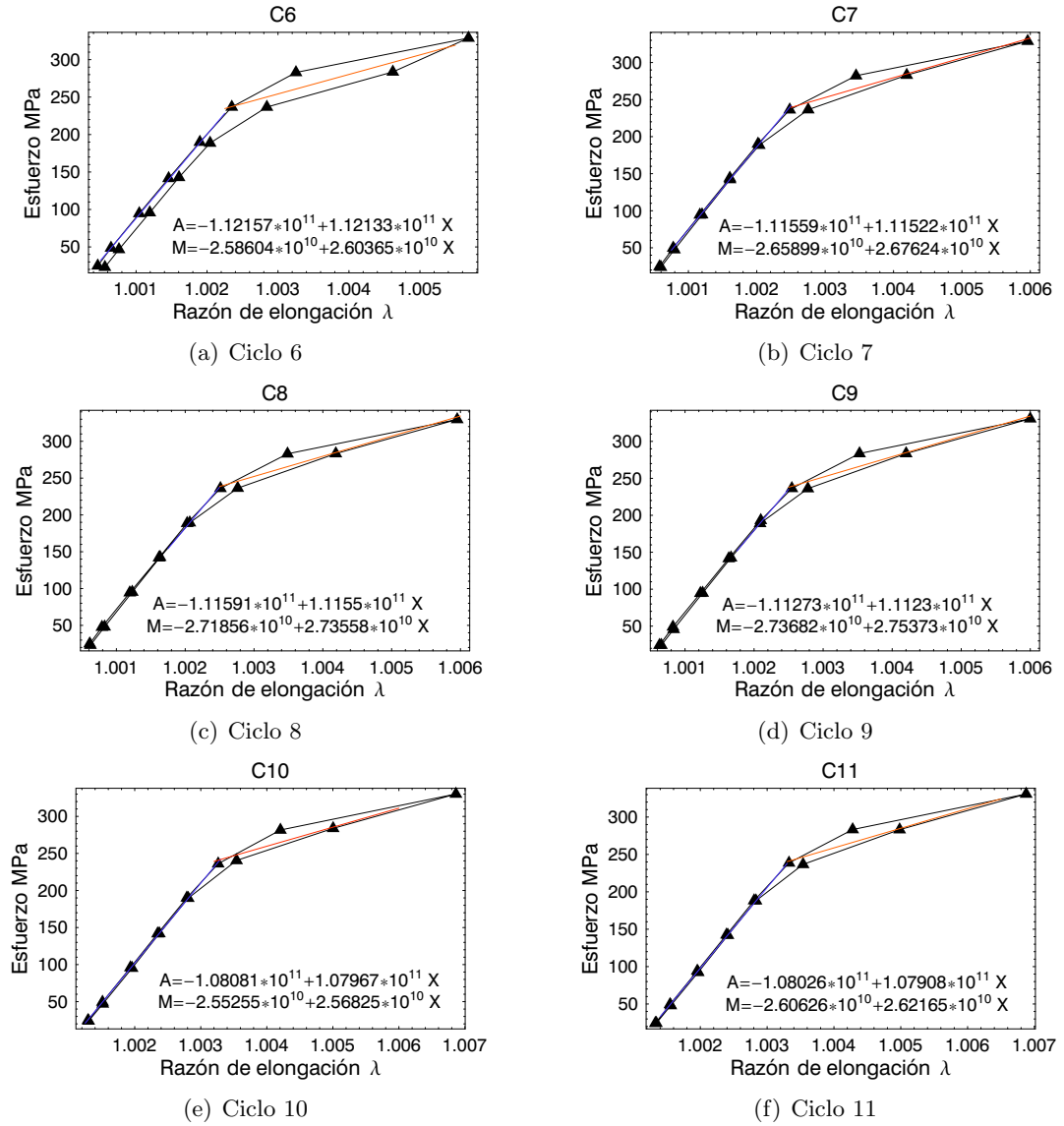


Figura 3.30: Curva esfuerzo deformación del CuAlBe

### 3.6.2. Comportamiento micromecánico del CuAlBe

Las curvas esfuerzo vs razón de elongación corresponden a distintos ciclos. En cada uno de ellos se adquirieron imágenes de la superficie de la probeta de CuAlBe — previamente pulida y atacada químicamente para revelar la estructura cristalina del material —. Las imágenes adquiridas por cada ciclo dan lugar a un mosaico que cubre parte de la sección central entallada de la probeta, como se aprecia en la figura 3.31(a). Dichas imágenes se tomaron a 10 X y posteriormente fueron ensambladas para generar el mosaico de la figura 3.31(b).

El sexto ciclo, C6, corresponde al centro de la probeta, es decir al eje simétrico que corta horizontalmente a la misma; los ciclos restantes se encuentran por debajo del centro (C7 y C8) y por encima del mismo (C9, C10 y C11).

En la figura 3.31(b) se puede apreciar la estructura cristalina del material. Son granos que cuentan con un tamaño alrededor de 500 micras en promedio. Por lo que se tiene, en promedio, un grano a través de la sección transversal de la probeta. Lo anterior resulta en un confinamiento granular de dos dimensiones.

La estructura cristalina que se observa en la figura 3.31(b) es la de la austenita que se caracteriza por tener una textura óptica lisa. Por el contrario la martensita presenta una textura óptica con franjas que crecen dentro de los granos en distintas direcciones y que dependen de varios factores. Entre dichos factores tenemos el nivel de esfuerzo al que esté sujeto el material, la temperatura de prueba, orientación cristalina, tamaño de grano, confinamiento e interacción granular.

A continuación se presentan los mosaicos que corresponden a distintos niveles de esfuerzo que van desde 23 hasta 330 MPa. En la figura 3.32(a) tenemos el mosaico correspondiente a 50 N en donde se puede observar a la austenita en prácticamente todo el mosaico; sin embargo, en la figura 3.32(d) se puede observar a las primeras agujas de martensita en la parte superior de mosaico. En la figura 3.32(e) se puede observar con mayor claridad la aparición de agujas en la parte superior del mosaico, las cuales se denotan con una letra M; mientras que en la parte central del mismo mosaico se mantiene la Austenita —marcada con una letra A—. En la parte inferior de la misma figura se aprecia que una coexistencia de la austenita y de la martensita.

Al incrementar el esfuerzo tenemos que en la figura 3.32(f) se observa la fase martensítica en mayor proporción la cual está distribuida en la parte superior e inferior; mientras tanto la parte central permanece en austenita. Como se mencionó, la martensita se acumula en regiones bien localizadas formando bandas de martensita que se caracterizan por estar paralelas y con ángulos al rededor de los  $45^\circ$  respecto a la horizontal. Al seguir incrementando el esfuerzo la martensita continúa con su crecimiento, como se aprecia en la figura 3.32(g). En esta figura se observa que la martensita ha crecido de forma ordenada, en forma de bandas, de abajo hacia arriba.

Finalmente en la figura 3.32(h), que representa al nivel máximo de esfuerzo, se observa que solo existe una pequeña región que cuenta con ambas fases y que se encuentra hacia el extremo superior.

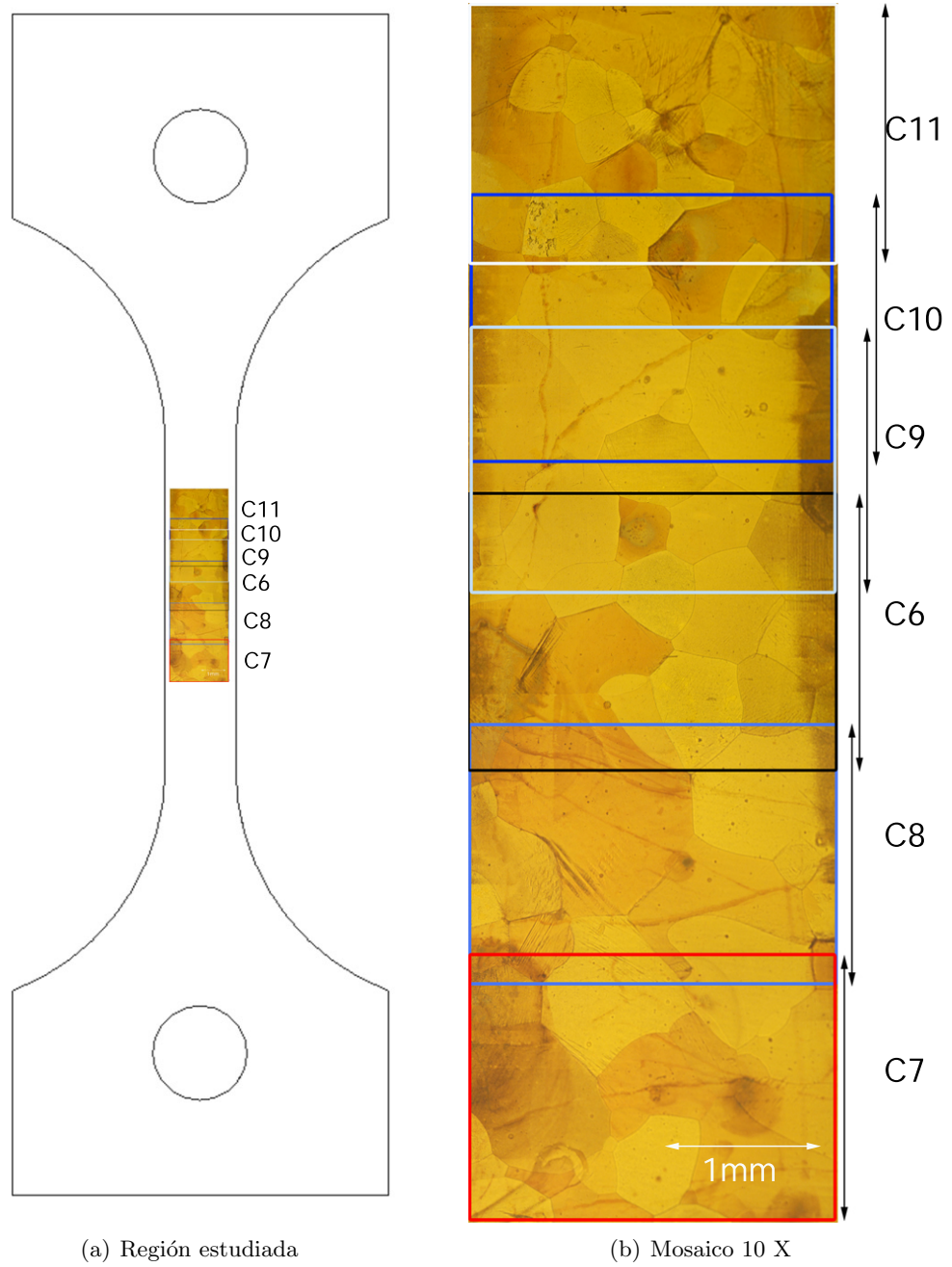
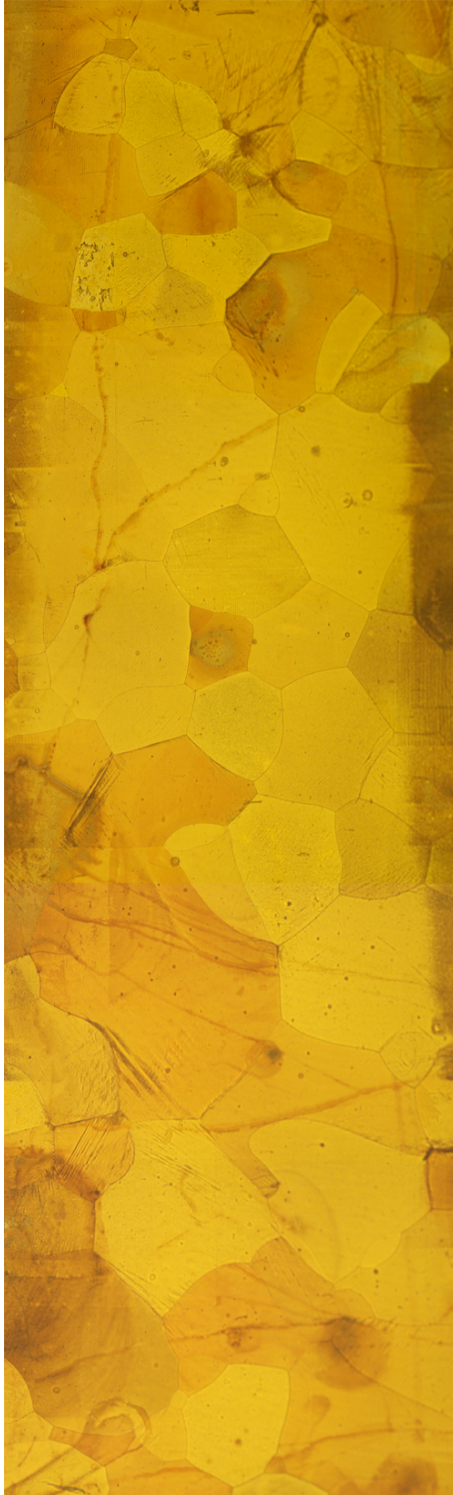
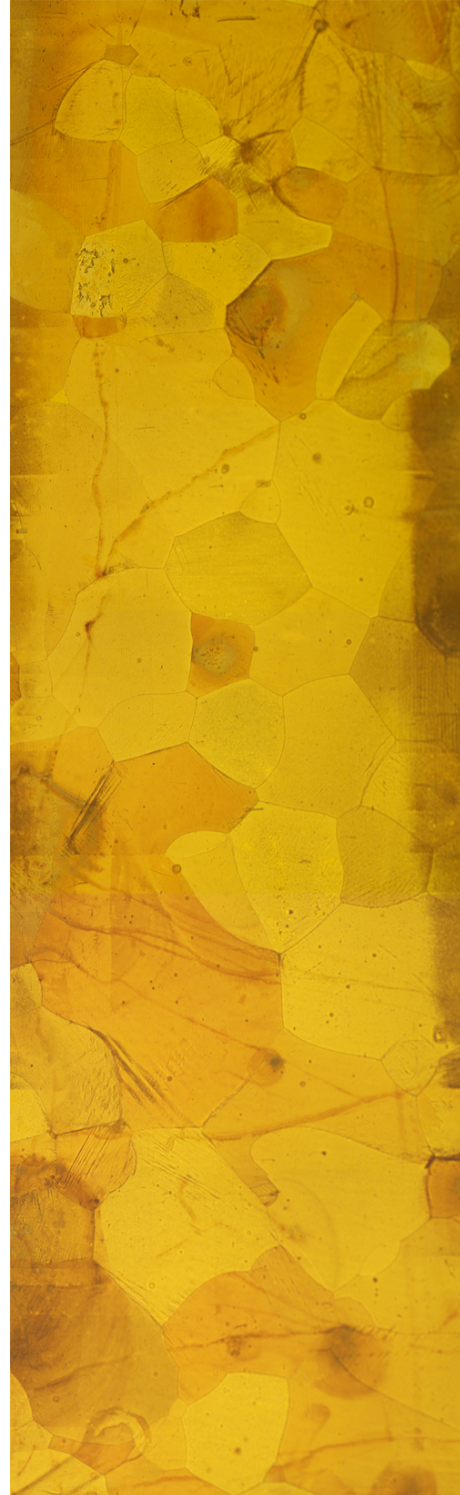


Figura 3.31: Regiones estudiadas por ciclos

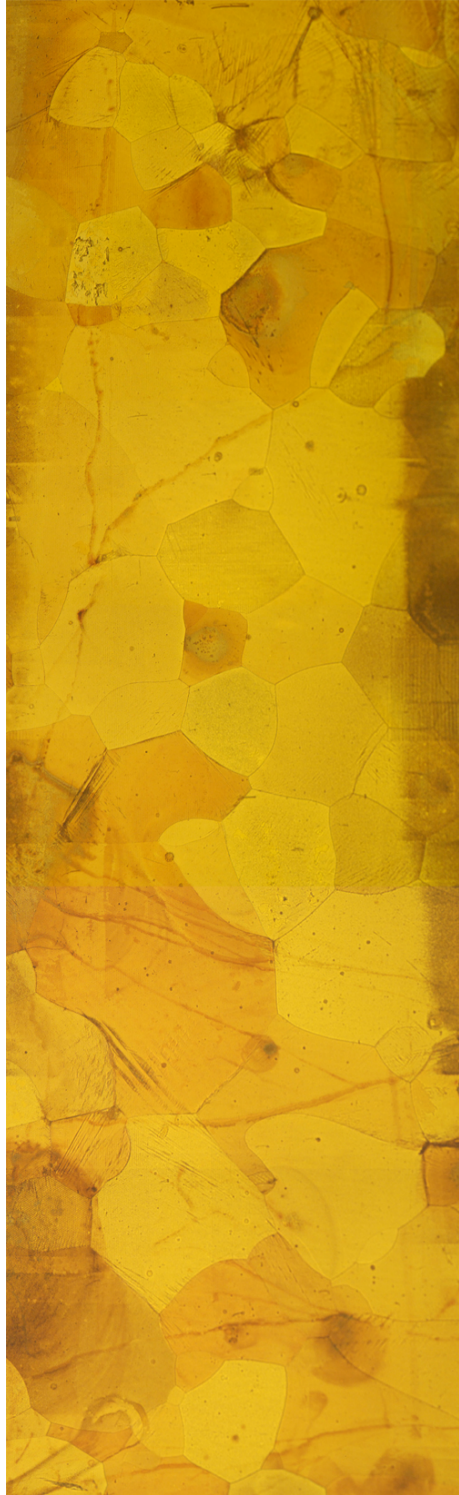


(a) 23 MPa

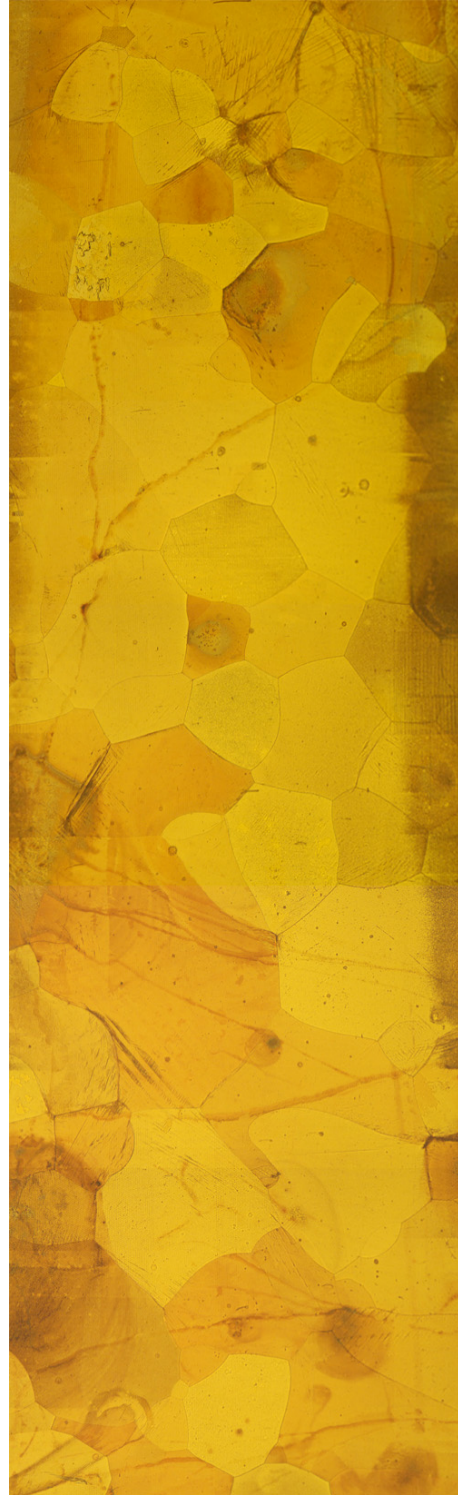


(b) 47 MPa

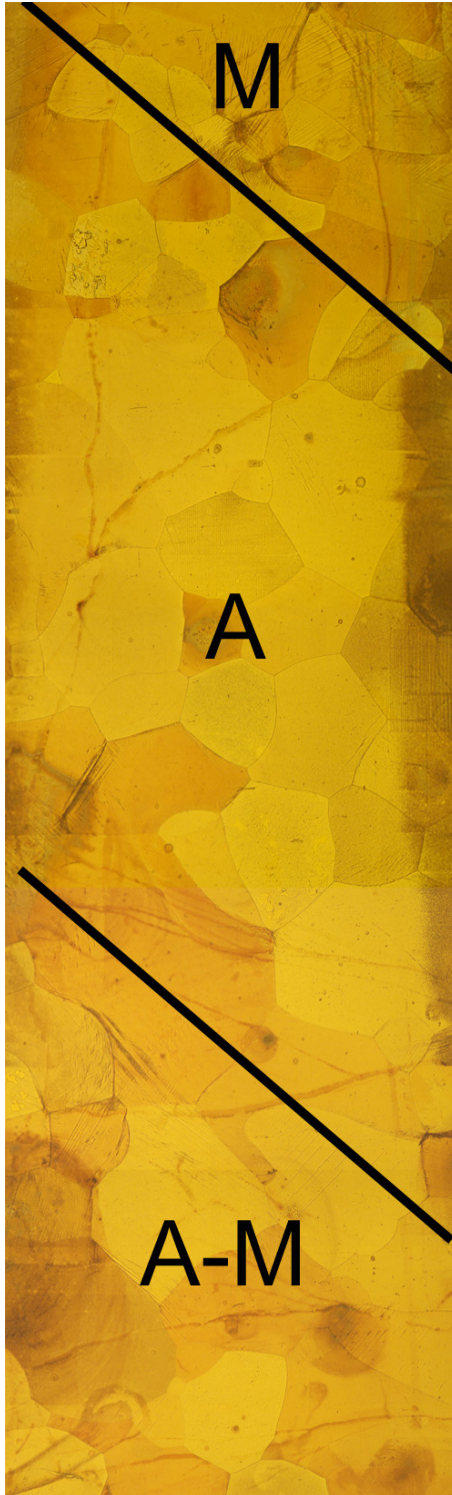




(c) 94 MPa



(d) 141 MPa



(e) 188 MPa



(f) 235 MPa



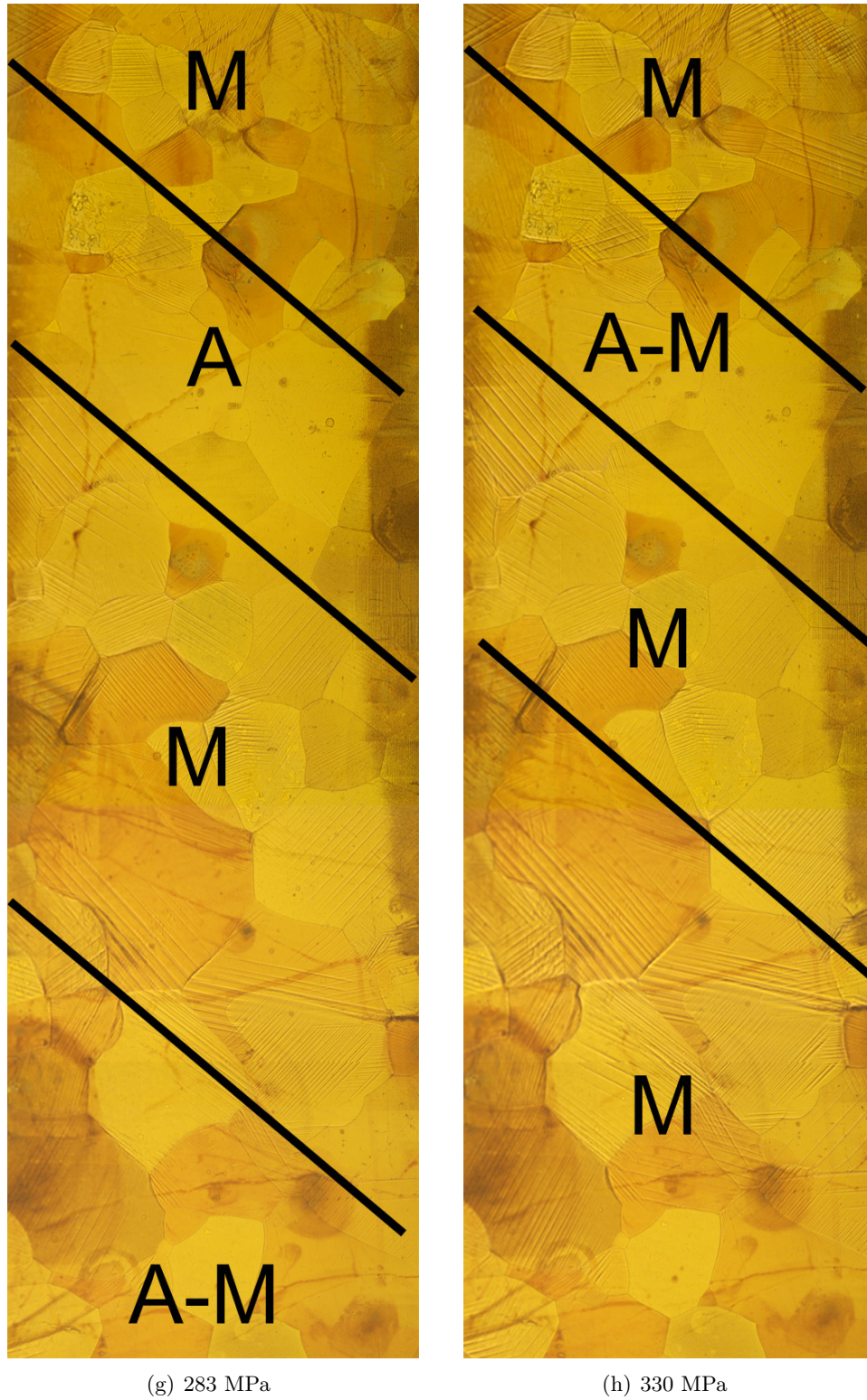


Figura 3.32: Mosaicos a distintos niveles de carga

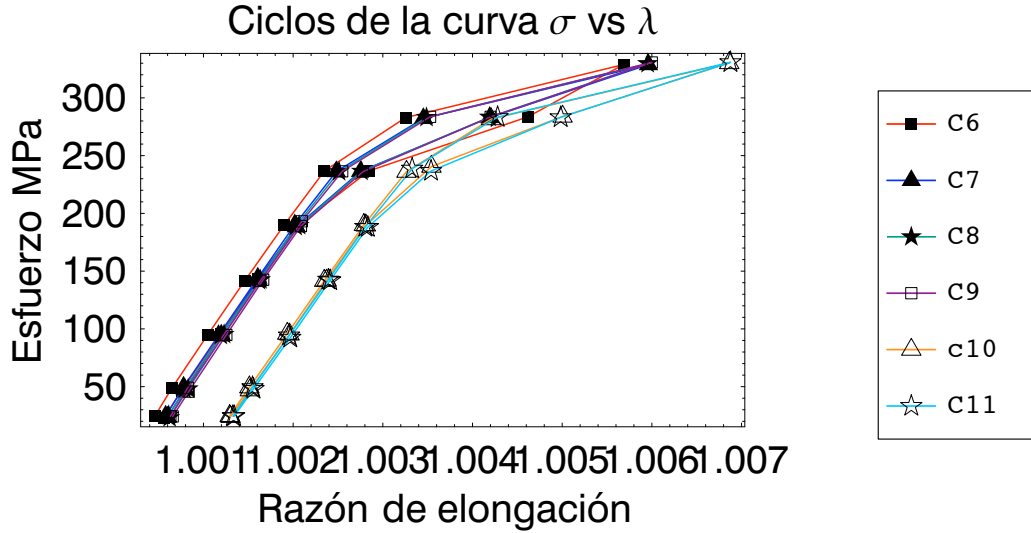


Figura 3.33: Curvas esfuerzo vs razón de elongación para distintos ciclos

A continuación se presenta, en la figura 3.33, las curvas esfuerzo vs razón de elongación en una sola gráfica. En ella se observa que los ciclos C6, C7, C8 y C9 prácticamente siguen el mismo camino y regresan al mismo lugar. Para los ciclos C10 y C11 se observa un corrimiento del 0.15% en la razón de elongación que se debe a que algunos granos ya no están regresando a la fase madre o austenita.

Lo anterior indica que los granos que no están regresando a la fase madre están contribuyendo en forma de desplazamiento o cambio de forma de manera "permanente". Esto quiere decir que la longitud inicial de la probeta, y por lo tanto de la sección de prueba, ya no es la inicial. De lo anterior se concluye que al incrementar el número de ciclos en el material, carga y descarga en tensión uniaxial, se observará que las propiedades mecánicas del material empezarán a disminuir, como lo reportaron Brinson y Schmidt para otros materiales con memoria de forma [71, 72]. Para corroborar lo anterior se necesitarán experimentos de fatiga y con ellos se podrá explicar la dependencia de las propiedades mecánicas del material respecto a la fatiga.

De la misma manera que en el pericardio y que el aluminio se presentarán los resultados obtenidos al medir la deformación del material por los distintos métodos en el CuAlBe. A continuación se presentan, en la figura 3.34, las gráficas incremento de deformación vs punto donde se observan los distintos métodos empleados para medir la deformación en cada uno de los ciclos antes mencionados.

En estas gráficas se muestra un análisis de deformación más completo; en él se muestran los seis métodos para medir la deformación, descritos en 2.6. En la figura 3.34 se muestran las curvas deformación vs punto. En ellas se observan mediciones positivas y negativas que corresponde a la carga y descarga, respectivamente, durante la prueba de tensión uniaxial.



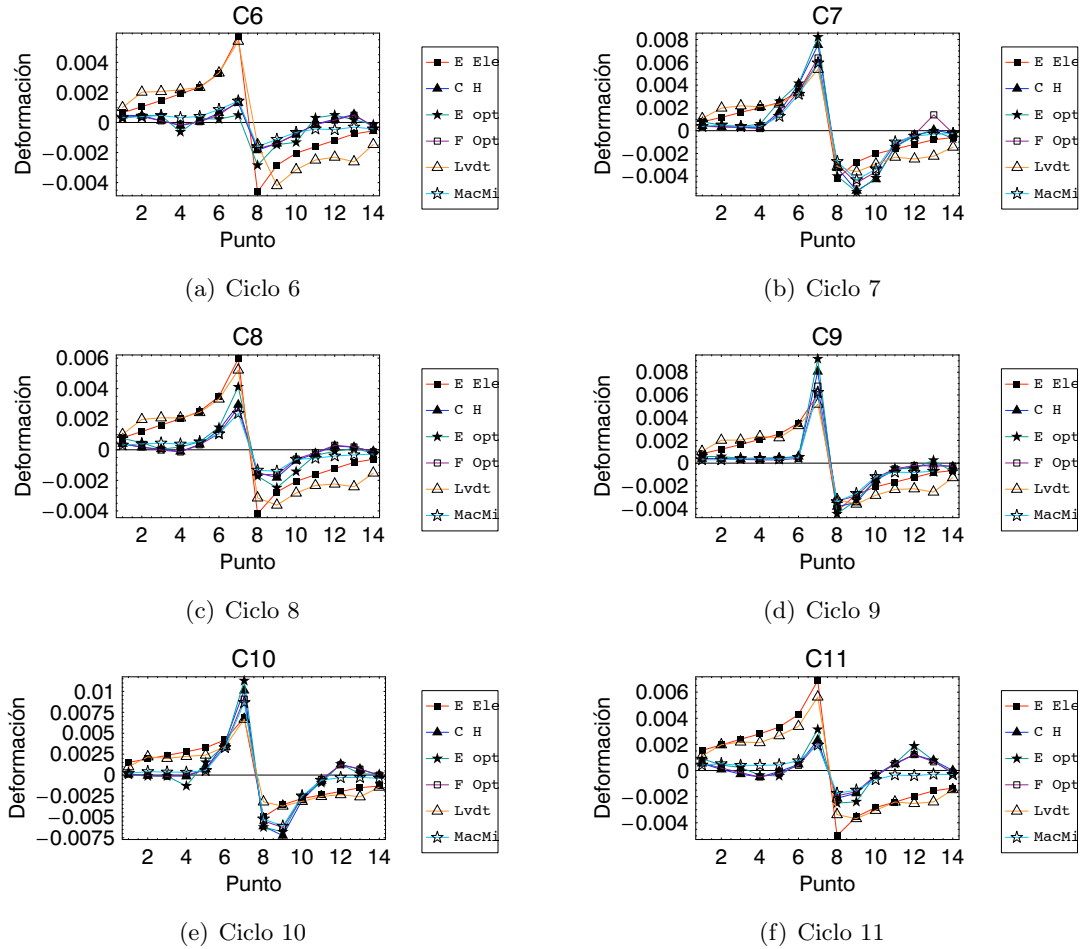


Figura 3.34: Curva de deformación del CuAlBe por diversos métodos

De ninguna manera se debe interpretar este cambio de signo como compresión; esto es, hay incrementos positivos de deformación durante la carga y negativos durante la descarga.

Ahora es necesario discutir los resultados por ciclo, como se observa en las figuras 3.34(a), 3.34(b), 3.34(c), 3.34(d), 3.34(e) y 3.34(f) las mediciones de deformación realizadas con el extensómetro eléctrico y con el LVDT corresponden en buena manera y prácticamente toman los mismos valores. Estas mediciones alcanzan valores máximos alrededor de las  $6000 \mu\epsilon$  las cuales son recuperables al retirar el esfuerzo. La deformación que soporta este material material con memoria de forma es tres veces mayor que la que soporta un material convencional como el aluminio que se estudió en 3.5.2.

Las deformaciones obtenidas mediante los criterios propuestos en este trabajo —campo hiperbólico, extensómetro óptico, flujo óptico y el criterio macro-micro— corresponden entre sí en todos y cada uno de los ciclos; sin embargo, las mediciones macroscópicas (extensómetro eléctrico y LVDT) corresponde con las microscópicas en buena manera en

los ciclos C7, C9 y C10. Dichos ciclos resultan de mayor interés por el momento y es por ello que los resultados siguientes se encargarán de mostrar el comportamiento del material en esas regiones.

Regresando a la figura 3.31(a) se observa que los ciclos C7, C9 y C10 se encuentran localizados por abajo y por encima del centro de la probeta. Analizando los mosaicos de la figura 3.32 se puede observar que el C7 corresponde a la parte inferior de los mosaicos. En dichos mosaicos se aprecia que en la región mencionada existe una evolución o crecimiento de la fase martensítica que cubre totalmente a la región al alcanzar los 700 N.

Mientras tanto la región C9 y C10, ubicada por encima del centro de la probeta, muestra un región en mezcla de fases austenita y martensita dando lugar a una banda en mezcla de fases, como se muestra en 3.32(h).

A continuación se presentarán los resultados para la región C9. En la figura 3.35 se muestran las imágenes de la superficie de la probeta. Estas imágenes corresponden a la carga y en ellas se puede observar la aparición y crecimiento de la martensita.

En la figura 3.35(f) se observa, en la región central de la imagen, la aparición de las primeras agujas de martensita inducidas por esfuerzo. Es imagen corresponde al punto donde cambian las pendientes en la curva esfuerzo vs razón de elongación presentada en 3.30(d).

Al seguir incrementando el esfuerzo, la pendiente de la curva esfuerzo vs razón de elongación empieza a decrecer debido a la aparición de la martensita. Al aparecer la martensita se originan desplazamientos mayores y con ello deformaciones mayores con incrementos de esfuerzo pequeños. Las imágenes asociadas a esta región de la curva esfuerzo vs razón de elongación se presenta en las figuras 3.35(g) y 3.36(a).

En ambas figuras es apreciable la martensita ya que de una textura lisa correspondiente a la austenita se observa una textura de placas o agujas en los granos. Estas agujas aparecen y crecen de acuerdo a la dirección de aplicación de la carga y a la orientación cristalina de cada uno de los granos. Es decir que solo aparecerán las variantes de martensita que se vean favorecidas por la dirección de aplicación de la carga. Con lo anterior se explica el motivo por el cual los granos estudiados en esta región no transforman totalmente; es decir, unos granos se ven mas favorecidos que otros al tener su plano de hábito mejor dispuesto a la dirección de aplicación de la carga.

Ahora corresponde al turno a la descarga y en la figura 3.36 se presenta la secuencia de imágenes correspondientes a la descarga. En la figura 3.35(h) se observa, con claridad, la mezcla de fases y también se observa que la martensita va desapareciendo paulatinamente hasta desaparecer y alcanzar la fase austenítica en su mayoría.

Con la secuencia de imágenes presentadas en 3.35 y 3.36 se obtuvieron los campos de desplazamiento para carga y descarga respectivamente.

En la figura 3.37 se presenta los campos de desplazamiento asociados al periodo de carga en la prueba de tensión uniaxial. En los dos primeros campos (figura 3.37(a) y figura 3.37(b)) se observan campos que poco se parecen a un campo hiperbólico. Lo anterior se debe a cambios de iluminación al alinearse la probeta conforme incrementa la carga.

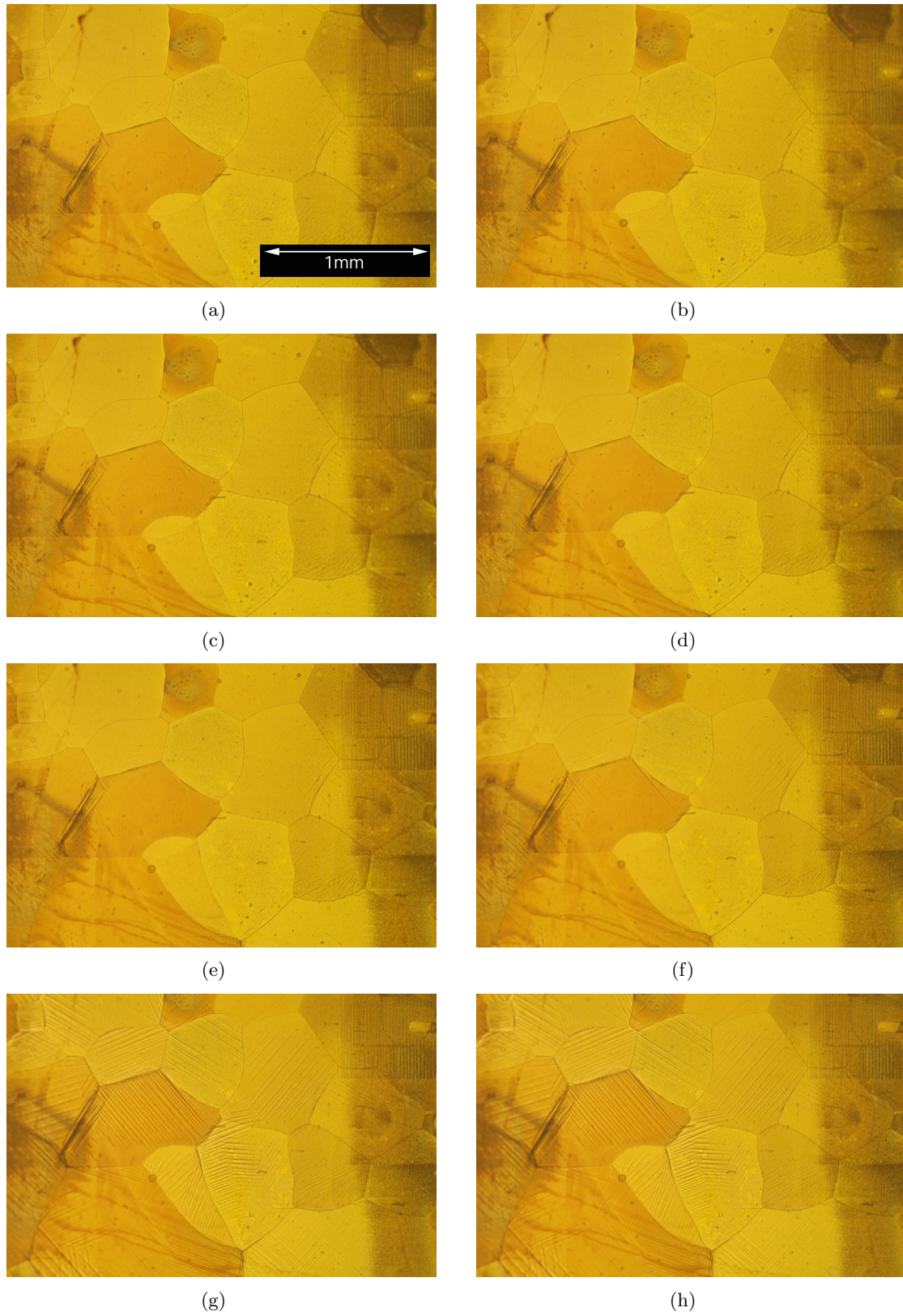


Figura 3.35: Imágenes de la superficie de la probeta durante la carga



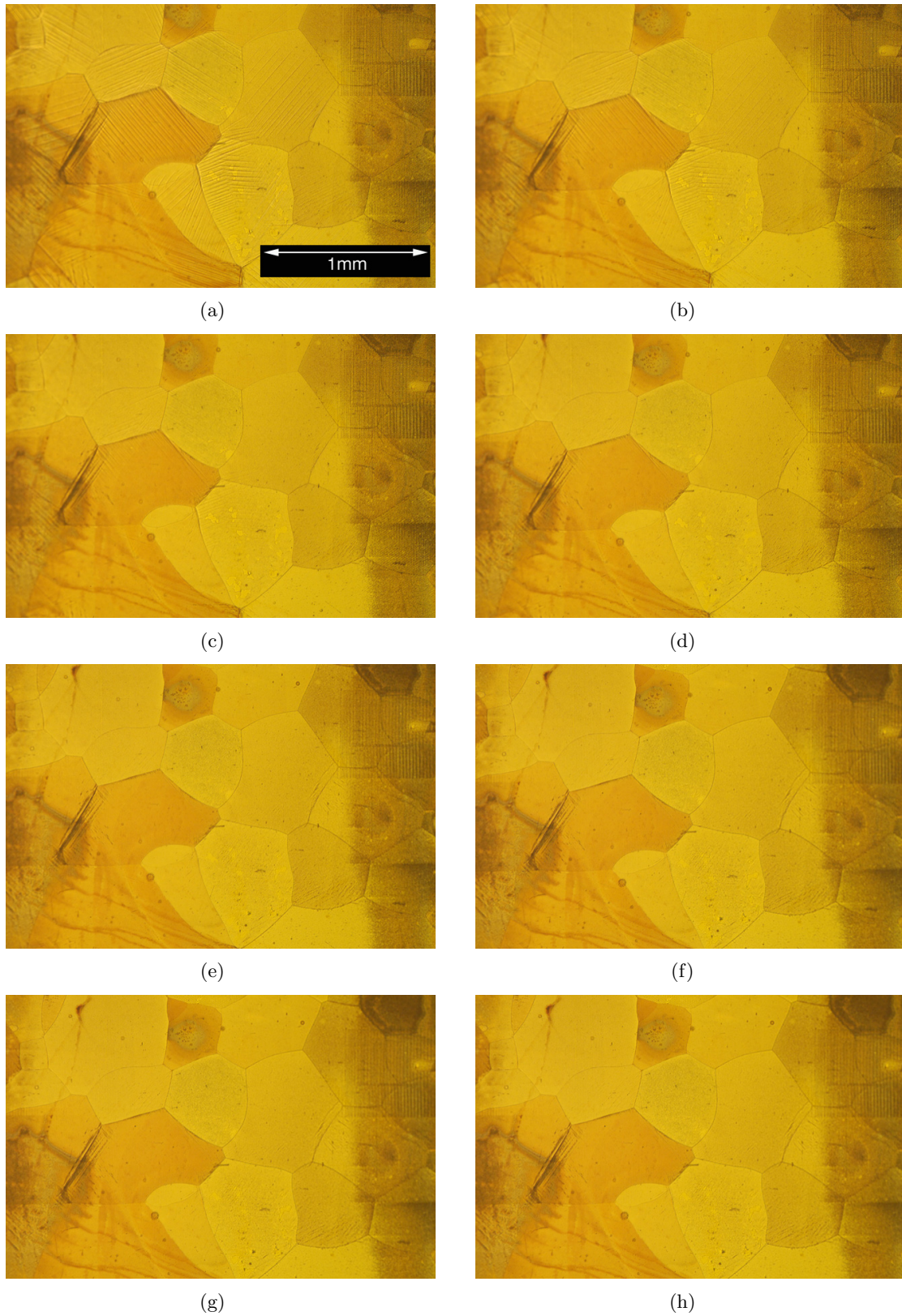


Figura 3.36: Imágenes de la superficie de la probeta durante la descarga

El campo mostrado en la figura 3.37(c) ahora si muestra un campo hiperbólico donde se aprecia una elongación en la dirección vertical y una contracción en la dirección vertical. Así mismo se observan desplazamientos menores en la parte superior derecha del campo. Así mismo el campo mostrado en la figura 3.37(d) deja ver un campo hiperbólico en donde se observan pequeñas perturbaciones en los vectores. Los vectores que muestran cambios bruscos de dirección respecto a sus vecinos no corresponden a desplazamientos reales; dichos vectores corresponden a un error ocurrido durante la correlación de imágenes. Sin embargo, cuando los vectores cambian de dirección de manera suave, como se aprecia en la figuras 3.37(e),3.37(f) y3.37(g). Entonces se puede decir que existe un campo no homogéneo.

Los campos correspondientes a la descarga se muestran en la figura3.38. Al representar la descarga los desplazamientos presentan un cambio en dirección. Lo anterior indica que ahora se apreciará una contracción en la dirección vertical mientras que en la horizontal se apreciará una elongación.

En la descarga se muestran campos con perturbaciones notables. Dichas perturbaciones posiblemente se deban al cambio de iluminación originado por la aparición o desaparición de martensitas en la secuencia de imágenes. De cualquier forma es necesario trabaja en un algoritmo de correlación de imágenes que se capaz de tomar en cuenta dichos cambios de iluminación y así obtener mejores resultados.

Ahora se presenta una gráfica de deformación para cada punto en carga y descarga, como se aprecia en la figura 3.39. En ella se presenta las distintas medidas de deformación descritas en 2.6. Se puede observar que en este ciclo las mediciones macro corresponden entre sí al igual que las mediciones micro. Con las mediciones macro se alcanzan niveles de deformación alrededor de la  $6000 \mu\epsilon$  mientras que con las mediciones micro esta medida es mayor por  $2000 \mu\epsilon$ . Lo anterior se puede explicar de la siguiente manera: la región estudiada por imágenes cuenta con un número de granos que esta por encima de los 120 en una área de  $26.75 \text{ mm}^2$ . Lo anterior representa el 16 % de la superficie de la probeta que se encuentra entre mordaza y mordaza ( $164.7 \text{ mm}^2$ ). Esto quiere decir que la medición local en la región C9 sólo toma en cuenta alrededor del 2.33 % de la superficie entre mordazas. En los mosaicos presentados en 3.32 se observó que existen zonas que se va a deformar más que otras y ello va a depender de la fracción volumétrica, en austenita/martensita, en la que se encuentre el material debido al estado particular de esfuerzo. Hay que recordar que la región estudiada con el extensómetro no es exactamente la misma que la región C9 estudiada con imágenes; sin embargo, los resultados son congruentes ya que en la región en la que se encontraba el extensómetro, C6, la martensita aparece en menor cantidad por lo tanto deformación presente es menor.

Ya que cada imagen corresponde a un valor de esfuerzo es posible calcular el módulo elástico para cada punto. En la figura 3.40 se presenta la gráfica del modulo elástico en cada punto con las distintas mediciones de deformación. Es claro que la medición realizada con el sensor de desplazamiento LVDT no coincide con las demás mediciones. Esto se atribuye a que el LVDT mide la deformación total de la probeta incluyendo orejas y parte de las cabezas de la probeta. Además el LVDT también mide las pequeñas contribuciones elásticas del eje de carga que esta compuesto por dos juntas universales, dos mordazas y

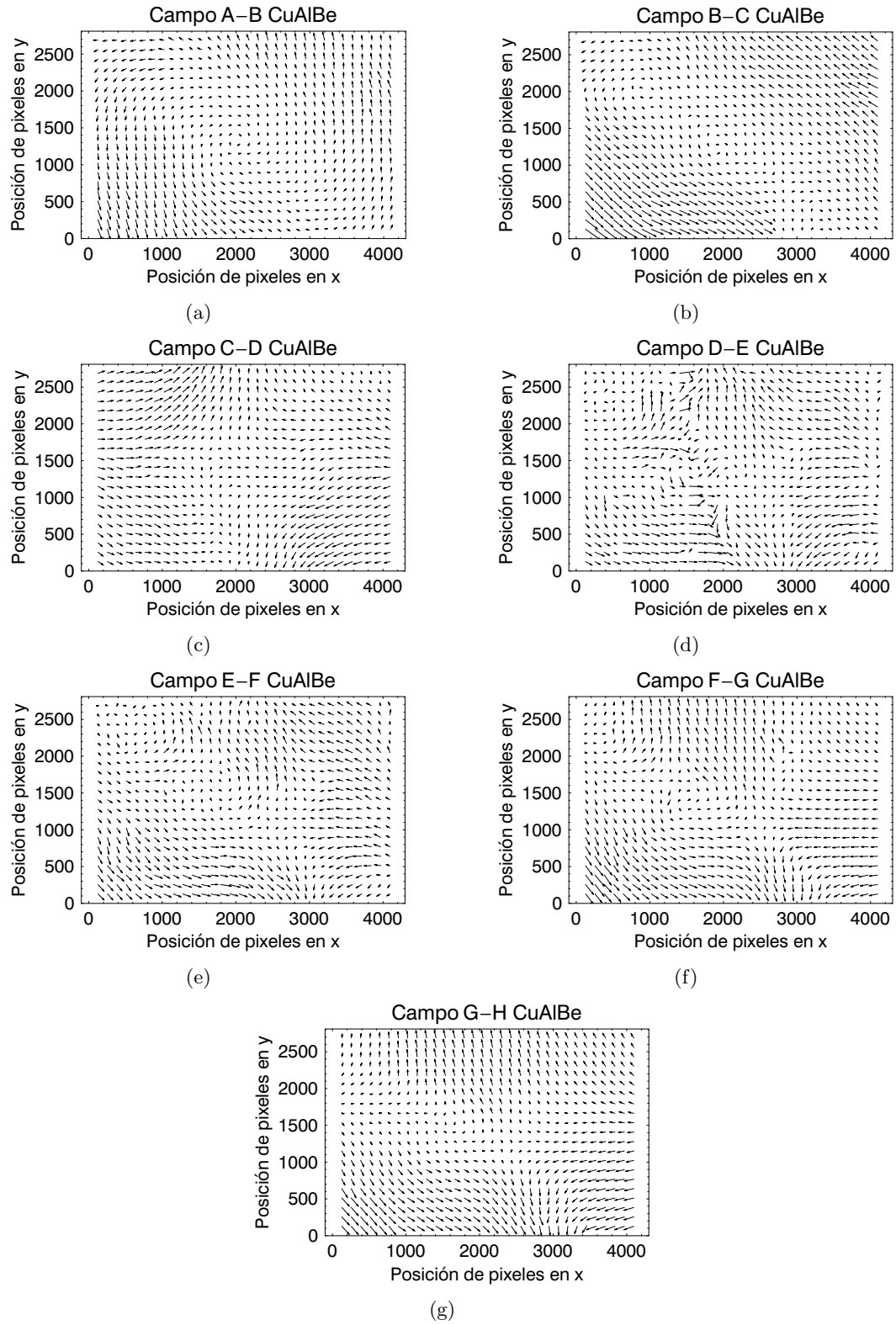


Figura 3.37: Campos de desplazamiento durante la carga

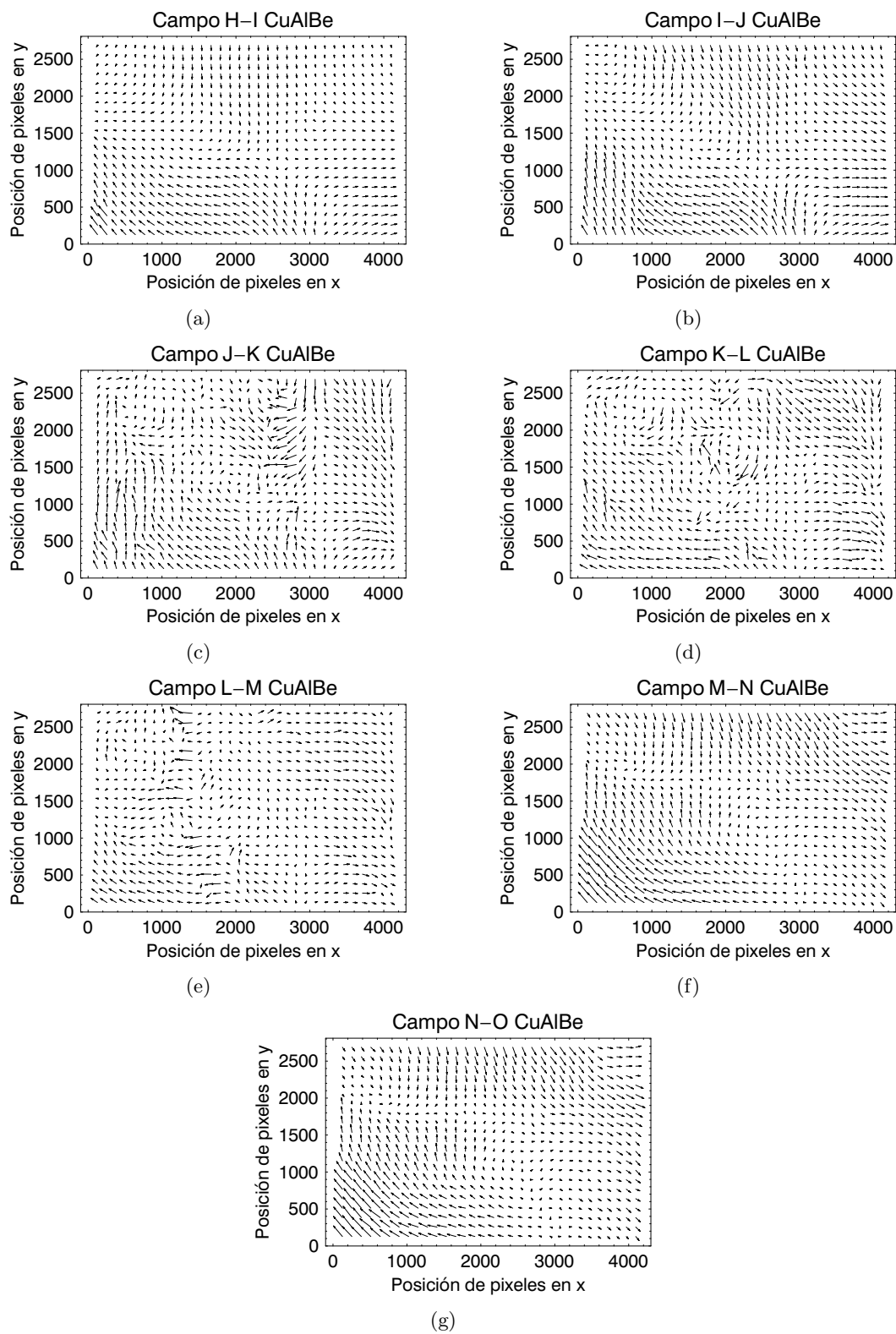


Figura 3.38: Campos de desplazamiento durante la descarga

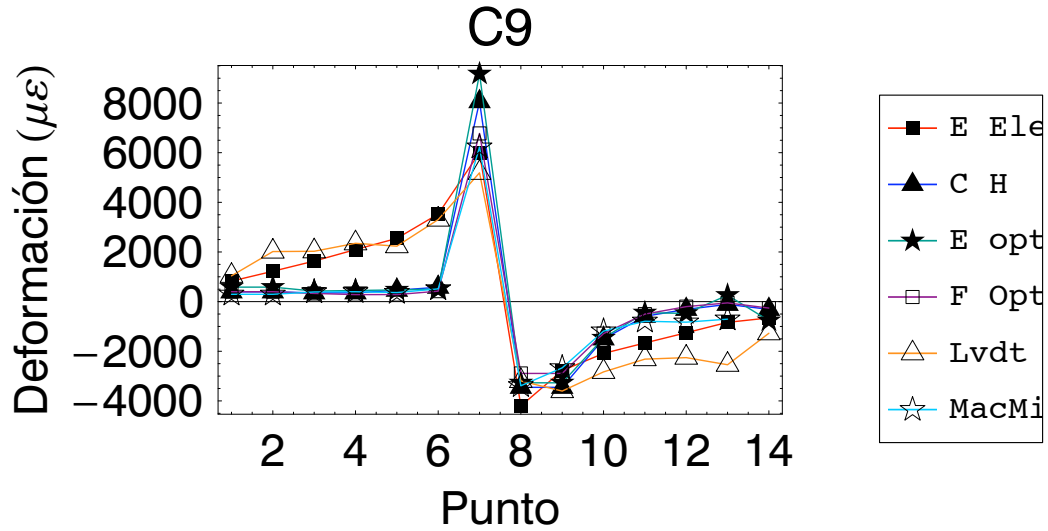


Figura 3.39: Curvas deformación vs punto para el ciclo 9

dos pernos de sujeción. Para determinar esas pequeñas contribuciones se planea realizar mediciones específicas que implican el diseño de un nuevo experimento. Debido a lo anterior los resultados de ese experimento se presentarán en un trabajo futuro.

Al realizar un promedio de las mediciones macro — dejando fuera al LVDT— y las micro se obtienen dos curvas que representan el comportamiento del módulo elástico del material. En la figura 3.41 se presentan dichas curvas y se puede observar que los dos primeros y los dos últimos puntos no corresponden a los valores esperados. Lo anterior posiblemente se debe a cambios en la iluminación originados por la autoalineación del eje de carga.

Dejando fuera a esos puntos se tiene que el módulo elástico de la austenita, a nivel micro, es de  $130 \text{ GPa} \pm 15 \text{ GPa}$ . mientras que el módulo a nivel macro, para la misma fase es de  $110 \text{ GPa} \pm 2 \text{ GPa}$ . Además se observa que el comportamiento del material en mezcla de fases presenta un módulo que varía, debido a la cantidad de martensita inducida por esfuerzo, entre los 75 y los 25 GPa.



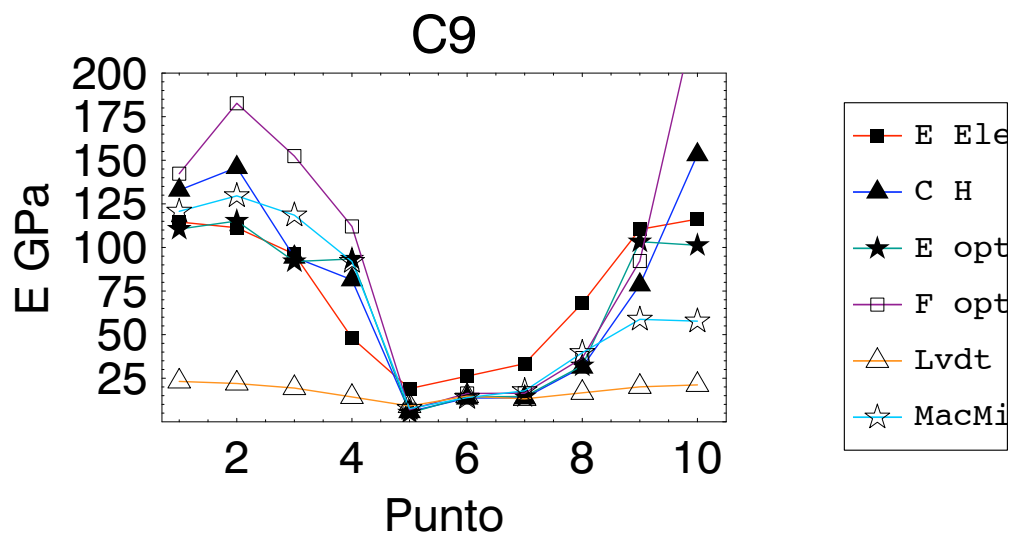


Figura 3.40: Módulo elástico durante la carga y descarga eliminando los dos primeros y los últimos puntos de la curva en el ciclo C9

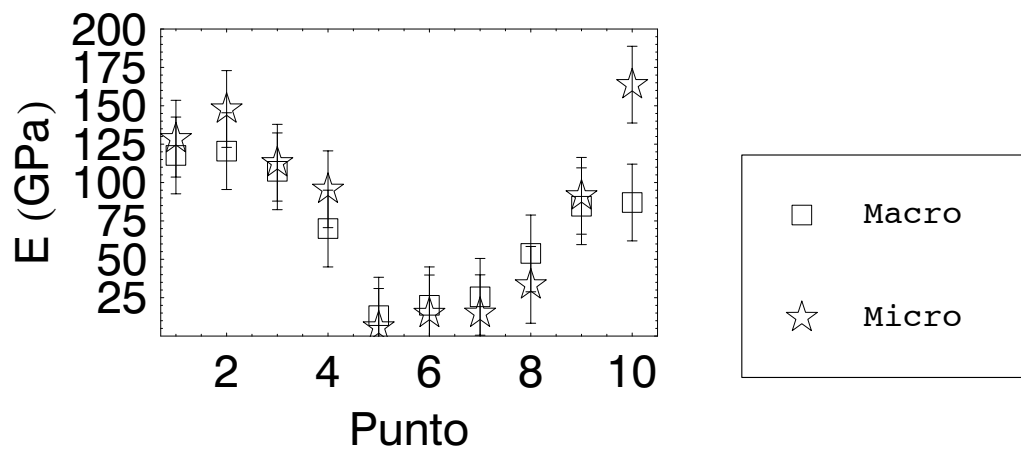


Figura 3.41: Módulo elástico durante la carga en el ciclo C9



## Capítulo 4

# Conclusiones

Las conclusiones de esta investigación se presentan a continuación

Se obtuvo una aleación con memoria de forma del tipo Cu-Al-Be, en fase austenítica, la cual presenta una transformación martensítica inducida por esfuerzo. El valor del esfuerzo crítico o esfuerzo de transformación fue de 230 MPa. Mientras que al realizar la calorimetría diferencial de barrido se obtuvo una temperatura de  $-95^{\circ}\text{C}$  que se traduce en un esfuerzo crítico de 223 MPa por lo que se puede decir que ambos valores coinciden en buena manera.

Las técnicas de caracterización empleadas como lo fueron calorimetría diferencial de barrido, metalografía, difracción de rayos  $x$ , microscopía electrónica de barrido y microscopía de fuerza atómica fueron útiles para entender el fenómeno de la transformación martensítica y determinar algunas de sus condiciones geométricas. Con lo anterior se llegó a las pruebas de tensión con mejor idea de lo que ocurre durante la transformación martensítica.

Se implementó un experimento de tensión uniaxial que permite obtener datos de fuerza, desplazamiento, deformación, e imágenes de manera simultánea. Con estos datos es posible medir o calcular la deformación, que soporta el material, de distintas maneras.

La calibración y la validación del equipo permitieron obtener resultados cuantitativos sobre el comportamiento micro y macromecánico de los materiales.

Se obtuvo un mosaico de imágenes durante la prueba de tensión uniaxial de un material con memoria de forma. En este mosaico se observa la aparición de agujas de martensita en zonas bien definidas en forma de bandas con ángulos entre  $40^{\circ}$  y  $45^{\circ}$  respecto a la vertical.

Con las imágenes adquiridas se obtuvieron campos de desplazamiento mediante correlación de imágenes para los tres materiales. El pericardio bovino, el aluminio y el CuAlBe presenta campos hiperbólicos debidos a la tensión uniaxial. Presentado mayor suavidad el primero a tal grado que parece ser teórico.

Los campos de desplazamiento del CuAlBe presentan pequeñas perturbaciones lo cual indica que la correlación de imágenes digitales es capaz de detectar las deformaciones no homogéneas del material; sin embargo, se debe tener cuidado ya que este método es sensible a los cambios de iluminación que pueden ocurrir al aparecer la nueva fase en el

material.

Con los métodos propuestos en este trabajo para medir la deformación y conociendo los incrementos de esfuerzo para cada una de las imágenes fue posible calcular el módulo a nivel macro y micro del material para la fase austenítica. Dichos valores son 110 GPa y 130 GPa respectivamente. Aunque para la martensita no se pueda hablar de un módulo elástico; se puede hablar de un módulo elástico para la mezcla de fases austenita-martensita. Este módulo varía entre los 75 y los 25 GPa dependiendo básicamente de la fracción volumétrica en la que se encuentra el material.

## 4.1. Trabajo a Futuro

Durante el desarrollo de este trabajo surgieron algunas preguntas y queda claro que aún hay más trabajo por realizar. algunos de los puntos son los siguientes:

- Aleación: respecto a la fabricación de la aleación es necesario tener un mejor control de los elementos y tomar en cuenta o reducir la pérdida de los mismos durante el proceso de fundición. Para ello se planea elaborar una aleación cuyos elementos tengan un grado de pureza del 99.99% y aumentar el porcentaje de aluminio.
- Experimentos de fatiga: al realizar varios ciclos de carga-descarga bajo tensión uniaxial el material empieza a presentar cambios en su comportamiento mecánico. Para determinar dichos cambios se propone realizar experimentos de fatiga asociando los efectos de la microestructura a las curvas de fatiga.
- Módulo de la martensita: en este trabajo se reporta el módulo elástico de la austenita sin ningún problema; sin embargo, el módulo de la martensita no es posible reportarlo en este trabajo. Para ello se propone un experimento, de tensión uniaxial, donde la muestra este completamente en martensita.
- Correlación de imágenes digitales: es necesario trabajar en un algoritmo de correlación de imágenes que se capaz de tomar en cuenta dichos cambios de iluminación y así obtener mejores resultados.
- Orientación Cristalina: para redondear los resultados presentados en este trabajo se propone utilizar una técnica llamada microscopía por orientación de imágenes. Esta técnica nos brinda información sobre la orientación cristalina, fracción volumétrica e incluso se pueden determinar propiedades elásticas del material. En este apartado existe una gran cantidad de trabajo ya que para la martensita presente en el CuAlBe no existen parámetros cristalográficos reportados.

# Bibliografía

- [1] Czichos, H., 1989, “Adolf Martens and the research of martensite”. Proceedings of the european conference on martensitic transformation in science and technology. Bochum, Alemania, pp. 3-14.
- [2] Wayman C. M., Duerig T.M., 1990, “An introduction to martensite and shape memory”. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys. pp. 3-20.
- [3] Yang J. H. and Wayman C.M., 1992. “Self-Accommodation and shape memory mechanism of  $\varepsilon$  – *Martensite* I. Experimental observations”. Materials Characterization. Vol. 28, pp. 23-35.
- [4] Yang J. H. and Wayman C.M., 1992. “Self-Accommodation and shape memory mechanism of  $\varepsilon$  – *Martensite* II. Theoretical Considerations”. Materials Characterization. Vol. 28, pp. 37-47.
- [5] Olson M., Cohen G.B., Clapp P.C., 1979, “On the classification of displacive phase transformations”. Proceedings of the international conference on martensitic transformation. ICOMAT 79, pp. 1-11.
- [6] Guenin G., 1979, “Contribution a l’étude de la nucléation des transformations martensitiques thermoelastiques, cas de lá alliage ternaire Cu-Zn-Al”. Thése: Sci: Inst. Nat. Sc. Appl. Lyon, 155p.
- [7] Otsuka K., Sakamoto H., Shimizu K., 1978. “Successive stress-induced martensitic transformations and associated transformation pseudoelasticity in Cu-Al-Ni alloys”. Acta Metallurgica Vol. 27. pp 585-601.
- [8] Otsuka K., Wayman C. M., Nakai K., Sakamoto H., Shimizu K., 1976. “Superelasticity effects and stress-induced martensitic transformations in Cu-Al-Ni alloys”. Acta Metallurgica Vol. 24. pp 207-226.
- [9] Patoor E. and Berveiller M., 1990. “Les Alliages à memoire de forme”. Hermes, Paris.
- [10] Nakamura H., Yokohama M., Nakagiri A., Maeda H., 1990. “Influence of elastic anisotropy and grain size on stress distribution in  $\beta$  phase shape memory alloys”. Journal of the Japan Institute of Metals. Vol. 54. pp. 237-243.

- [11] Novak V., Sittner P., Zarubova N., 1997. "Anisotropy of transformation characteristics of Cu-based shape memory alloys". *Materials science and engineering*. Vol. A234-23. pp 414-417.
- [12] Novak V., Sittner P., Vokoun D., Zárubová. 1999. "On the anisotropy of martensitic transformations in Cu-based alloys". *Materials science and engineering*. A273-275. pp. 280-285.
- [13] Sittner P. and Novak V., 2000. "Anisotropy of martensitic transformations in modeling of shape memory alloy polycrystals". *Int. Journal of Plasticity*. V. 16 n.10. pp 1243-1268.
- [14] Bhattacharya K., Kohn R.V., 1996, "Symmetry, texture and the recoverable strain of shape-memory polycrystals". *Acta Mater.* Vol. 44 No. 2, pp.529-542.
- [15] Ugural A. C., Fenster S. K., 1995, "Advanced strength and applied elasticity". Prentice Hall PTR. USA.
- [16] Mase T., Mase G., 1999, "Continuum mechanics for engineers". CRC Press. London
- [17] Gurtin. M. E., 1981, "An introduction to continuum mechanics". Academic Press. London.
- [18] Rios D., Belkahla S., Canales A., Flores H., Guenin G., 1991, "Elastic constants measurements of  $\beta$  Cu-Al-Be alloys". *Scripta metallurgica et materialia*. vol 25, pp. 1351-1355.
- [19] Voigt W., 1910. "Lehrbuch der kristallphysik". Teubner, Berlin.
- [20] Reuss A., 1929. "Berechnung der fließgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingungen für einkristalle". *Z. Angew. Math. Mech.* 9, pp. 49-58.
- [21] Hill R., 1952. "The elastic behavior of a crystalline aggregate". *Proc. Phys. Soc.* A65, pp. 351-354.
- [22] Somerday M., Comstock JR. and Wert J. A., 1997. "Effect of grain size on the observed pseudoelastic behavior of Cu-Zn-Al shape memory alloy". *Metallurgical and materials transactions A*. Vol. 28. pp. 2335-2341.
- [23] Nygards M., 2003, "Number of grains necessary to homogenize elastic materials with cubic symmetry". *Mechanics of materials*, vol. 35, pp. 1049-1057.
- [24] Kahirloo B., Knauss W. G., 2003. *Comprehensive structural integrity. Volumen 2 "Shape memory alloys"*. Elsevier Pergamon. San Diego CA. USA.
- [25] Higuchi A., Suzuki K., Matsumoto Y., Sugimoto K., Komatsu S. and Nakamura N., 1982. "Shape memory effect in Cu-Al-Be ternary alloy". In: *Proceedings of the international conference on martensitic transformations, ICOMAT 1892*. Leuven, Belgica. pp. 767-772.

- [26] Higuchi A., Suzuki K., Sugimoto K., and Nakamura N., 1986. "Thermal stability of Cu-Al-Be shape memory alloy. In: Proceedings of the international conference on martensitic transformations, ICOMAT 1896. Nara, Japan. pp. 886-890.
- [27] Belkahla S., Flores H., Guenin G., 1993. "Elaboration and characterization of new low temperature shape memory Cu-Al-Be alloys". *Materials Science and Engineering*. A169. p. 119-124.
- [28] Jurado M., Castan T., Mañosa L., Planes A., Bassas J., Alcobé and Morin M., 1997, "Study of the order-desorder phase transitions in Cu-Al-Be shape memory alloys". *Philosophical Magazine A*. Vol. 5. pp. 1237-1250.
- [29] Hautcoeur A., Eberhardy A., Patoor, E. and Berveiller M., 1995. "Thermomechanical behavior of monocrystalline Cu-Al-Be shape memory alloys and determination of the metastable phase diagram." *Journal de physique IV. Colloque C2, supplément au Journal de Physique III*, Vol. 5. p. c2-459 a c2-464.
- [30] Siredey N. and Eberhardt A., 2000. "Fatigue behavior of Cu-Al-Be shape memory alloy single crystals". *Materials Science and Engineering A290*. pp. 171-179.
- [31] Balo N., Ceylan M., and Aksoy M., 2001. "Effects of detormation on the microstructure of Cu-Al-Be shape memory alloy" *Materials Science and Engineering*. A311. pp. 151-156.
- [32] Balo N., Ceylan M., 2002. "Effect of Be on some characteristics of Cu-Al-Be shape memory alloys". *Journal of Materials Processing and Technology*. Vol. 124. pp. 200-208.
- [33] Bouvet C., Calloch S., and Lexcellent C., 2002. "Mechanical behavior of Cu-Al-Be shape memory alloy under multiaxial proportional and nonproportional loadings". *Transactions of ASME*. Vol 124. pp. 112-124.
- [34] Chevalier L., Calloch S., Hild F., Marco Y., 2001. "Digital image correlation used to analyze the multiaxial behavior of rubber-like materils". *Eur. J. Mech. A/Solids* vol. 20. pp. 169-187.
- [35] Kaouache B., Berveiller S., Inal K., Eberhardt A., Patoor E., 2004. "Stress analysis of martensitic transformation in Cu-Al-Be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering*. A 378. pp. 232-237.
- [36] Kaouache B., Inal K., Berveiller S., Eberhardt A., Patoor E., 2006. "Martensitic transformation criteria in Cu-Al-Be shape memory alloy—In situ analysis. *Materials Science and Engineering*. A 438-4440. pp. 773-778.
- [37] Sánchez F., Pulos G., 2006. "Micro and Macromechanical Study of Stress-Induced Martensitic Transformation in a Cu-Al-Be Polycrystalline Shape Memory Alloy". *Materials science Forum*. V. 509. pp.87-92.

- [38] Siridey N., Patoor E., Berveiller M., Eberhardt A. 1999. "Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. Part I: Intergranular interaction and behavior of the grain". *International journal of solids and structures*. Vol. 36. pp. 4289-4315.
- [39] Patoor E., Lagoudas D. C., Entchev P. B., Brinson C. L., Gao X. 2006. "Shape memory alloys, Part I: Modeling of polycrystals crystals". *Mechanics of materials*. Vol. 38. pp. 430-462.
- [40] Lagoudas D. C., Entchev P. B., Popov P., Patoor E., Brinson C. L., Gao X. 2006. "Shape memory alloys, Part II: General properties and modeling of single crystals". *Mechanics of materials*. Vol. 38. pp. 391-429.
- [41] Cortés J., Jimenez J., Pérez O., Flores H, 1999. "Diseño de persianas inteligentes empleando un material con memoria de forma". *Memorias del 5° congreso de la sociedad mexicana de ingeniería mecánica AC*. pp. 147-153.
- [42] Belkahla S. 1990. "Elaboration et caracterisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu- Al-Be". *Tesis de Doctorado*. Inst. Nat. Sc. Appl., Lyon Francia.
- [43] Flores H. 1993. "Stabilite thermique de la phase  $\beta$  et de l'effet memoire double sens d'un alliage a memoire de forme du type Cu-Al-Be ". *Tesis de Doctorado*. Inst. Nat. Sc. Appl., Lyon Francia.
- [44] Lai M. O., Lu L., Lee W. H., 1996. "Influence of heat treatment on properties of copper-based shape memory alloy". *Journal of materials Science*. Vol. 31, no. 6, pp. 1537-1543.
- [45] Beaty R. D. and Kerber J. D., 1993. "Concepts, Instrumentation and techniques in atomic absorption spectrophotometry". The Perkin-Elmer corporation. USA.
- [46] Brown M. E., 1995. "Introduction to thermal analysis techniques and applications". Chapman Hall. Londres, UK.
- [47] Peiser H., Rooksby H., Wilson A. J. "X-ray diffraction by polycrystalline materials". Champan Hall. Londres, UK.
- [48] Bertin E., 1975. "Principles and practice of x-ray spectrometric analysis". Plenum Pess. New Yoyk, EUA
- [49] Goldstein J. 1992. "Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis : A text for biologist, materials scientists, and geologists". Plenum Pess, New York, EUA.
- [50] Prater C., Maivald P., Kjoller K., Heaton M. "Tapping mode imaging: Applications and technology". Digital Instruments.
- [51] Norma ASTM E345-93. 1998. "Standard test methods of tension testing of metallic foil".



- [52] MTS systems corporation. 1992. "Reference manual: 858 Mini Bionix system".
- [53] Lucas control systems, 1997, Desing guide of schaevitz sensors.
- [54] Fenneman C., Thompson W., 1979, "Velocity determination in scenes containing several moving objects", *Comput. Graph image process.* Vol. 9, pp. 301-315.
- [55] Nagel H. H., 1983, "Displacement vectors derived from second-order intensity variations in image sequences". *Comput. Graph image process.* Vol. 21. pp. 85-117.
- [56] Nagel H. H., 1987, "On the estimation of optical flow: Relations between different approaches and some new results". *Artificial Intelligence.* Vol. 33. pp. 299-324.
- [57] Barron J. L., Flett D. J., Beauchemin S.S, Burkitt T.A., 1992, "Performance of opticalflow techniques". *IEEE.* Vol. 0-81862855-3/92. pp. 236-242.
- [58] Sutton M.A., Cheng M., Peters W.H., Chao Y.J. McNeill S.R. 1986. "Aplication of optimized digital correlation method to planar deformation analysis". *Image and vision computing.* Vol 4. pp.143-150.
- [59] Hild F. 2002. "Correli: A software for displacement field measuremets by digital image correlation". Internal report no. 254. Universidad de Paris.
- [60] Willert C. E., Gharib M., 1991, "Digital Particle Image Velocimetry". *Experiments in fluids.* Vol. 10. pp. 181-193.
- [61] Chasiotis I. Knauss W. 2002. "A new microtensile tester for the study ofMEMS materials with the aid of atomic force microscopy". *Experimental mechanics.* Vol 42. No. 1. pp. 51-57.
- [62] Chasiotis I., Cho S.W., Friedmann T., Sullivan J. P. 2004. "Young´s modulus, poisson´s ratio, and nanosclae deformation fields of MEMS materials". *Materials research society.* Vol. 795. pp.461-466.
- [63] Cho S., Chasiotis I., Friedmann T., Sullivan P. 2005. "Young´s modulus, poisson´s ratio, and failure properties of tetrahedral amorphous diamomd-like carbon for MEMS devices". *J.Micromech.Microeng.* Vol. 15. pp.728-735.
- [64] Watrisse B., Chrysochoos A., Muracciole J. M., Némoz Guillard M. 2000. "Analysis of strain localization during tensil test by digital image correlation". *Eur. J. Mech. A/Solids* Vol. 20. pp 189-211.
- [65] Watrisse B., Chrysochoos A., Muracciole J. M., Némoz Guillard M. 2001. "Kinematic manifestation of localisation phenomena in steels by digital image correlation". *Eur. J. Mech. A/Solids* Vol. 20. pp 189-211.
- [66] Dally J. W., Rillely W. F., 1991, "Experimental stress analysis". Mc Graw Hill, USA.
- [67] Treppmann D. and Hornbogen E., 1997. "On the influence of thermomechanical treatments on shape memory alloys". *J. Phys. IV, Vol. 7. Colloque C5, supplément au Journal de physique III.* pp 211-220.

- [68] Moreau F., Tidu A., Barbe Ph., Eberhardt A., Heizmann J.J. 1995. "Study of CuAlBe shape memory alloy by x ray diffraction". Journal de physique IV. Colloque C2. Supplément au Journal de Physique III. V5. pp. 269-274.
- [69] Hayashi K., 1993, "Experimental approaches on measuring the mechanical properties and constitutive laws of arterial walls". ASME J. Biomech. Eng. 115, pp. 481-488.
- [70] Zhang D., Eggleton C. D., Arola D. D. 2002. "Evaluating the mechanical behavior of arterial tissue using digital image correlation". Experimental mechanics. Vol. 42. pp 409-416.
- [71] Brinson C. L., Schmidt I., Lammering R., 2001. "Micro and macromechanical investigations of CuAlNi single crystal and CuAlMnzn polycrystalline shape memory alloys". J. Intell. Mater. Syst. and Struct.
- [72] Schmidt I., Brinson C. L., Lammering R. 2003. "Micro and macromechanical observation of polycrystalline NiTi using in situ optical microscopy". J. Phys. IV France Vol. 112. pp 655-658.