



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

“COMPORTAMIENTO MACRO Y MICROMECAÁNICO DE ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA DEL TIPO Cu-Al-Ni CON MANGANESO Y NIOBIO BAJO TENSIÓN UNIAXIAL”

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS E INGENIERÍA EN MATERIALES

PRESENTA:

ING. Ricardo de Jesús Martínez Fuentes

Director de Tesis: Dr. Francisco Manuel Sánchez Arévalo

Instituto de Investigaciones en Materiales

México, D.F. Septiembre 2013



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado

Presidente: Dr. Gabriel Torres Villaseñor

Secretario: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

Primer Vocal: Dr. Adrian Espinoza Bautista

Segundo Vocal: Dr. Francisco Manuel Sánchez Arévalo

Tercer Vocal: Dr. Jacinto Cortés Pérez

Lugar donde se realizo la tesis:

Instituto de Investigaciones en Materiales

Director de Tesis

Dr. Francisco Manuel Sánchez Arévalo

A MIS PADRES

Imelda Fuentes Santoyo y Ricardo Martínez Gómez por todo el esfuerzo, cariño y apoyo que me han brindado a lo largo de estos años.

A mi hermano por su apoyo

Con mucho cariño, Ricardo

Reconocimientos

Al Dr. Francisco Manuel Sánchez Arévalo, director de esta tesis por la confianza y el apoyo a lo largo de estos años.

A los miembros de mi comité tutorial, Dr. Arturo Barba Pingarrón y Dr. Juan Hernández Cordero.

A los sinodales Dr. Gabriel Torres Villaseñor, Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, Dr. Adrian Espinoza Bautista, Dr. Jacinto Cortés Pérez por sus observaciones al presente trabajo, que fueron de gran ayuda para mejorar.

Agradecimientos

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

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por darme la oportunidad de superarme académicamente mediante un posgrado, además de facilitarme sus equipos e instalaciones para el desarrollo de mi proyecto.

A CONACyT por la beca otorgada durante la realización de mi maestría.

Al Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez por su ayuda en la fabricación de las aleaciones, además de transmitir sus conocimientos, Al Ing. Jesús Camacho 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 apoyaron a la realización de este proyecto.

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

A la M. en C. Adriana Tejeda Cruz, Dr. Omar Novelo Peralta, Q.F.B. Damaris Cabrero Palomino, M. en C. Esteban Fregoso, por su apoyo en las pruebas de DRX, SEM y DSC.

A mi novia la cual me ha apoyado durante este proceso con su cariño, comprensión y sus consejos.

A mis amigos que han estado durante este proceso Alberto Arredondo, Enrique Salgado, Carina Lugo, Lidia Escutia, Javier Cadena, Oscar Molina, Iván Moreno, Ramón Fonseca, Gabriel Lara, Alejandra Morales, Diana Robles, Francisco Vanegas, Miguel Suarez, Sergio Tapia, Alejandro Salas por acompañarme y apoyarme tanto académicamente como personalmente, me han hecho más ameno el tiempo, son para mi parte de mi familia.

Resumen

En la actualidad las denominadas aleaciones con memoria de forma han atraído la atención de varios campos de la ciencia; estos van desde la medicina hasta la ingeniería aeroespacial y automotriz. En dichas aéreas han surgido necesidades para desarrollar dispositivos que requieren de propiedades mecánicas poco comunes que sólo poseen las aleaciones con memoria de forma. Un sistema de gran interés para generar aplicaciones industriales es el sistema Cu-Al-Ni debido a sus buenas propiedades de memoria de forma y sobre todo su bajo costo; sin embargo, una de las limitantes que presenta dicho sistema es su baja ductilidad. Debido a lo anterior, la Ciencia e Ingeniería de Materiales está en busca de mejorar propiedades mecánicas de dicho sistema sin sacrificar las de memoria de forma. Es por ello que los objetivos de esta tesis son los siguientes:

Objetivo General:

Estudiar el comportamiento macro y micro-mecánico de aleaciones con memoria de forma del tipo Cu-Al-Ni aleadas con Manganeso y Niobio bajo tensión Uniaxial.

Objetivos Particulares:

- Estudiar el efecto del contenido de Níquel sobre propiedades estructurales y mecánicas en el sistema Cu-Al-Ni.
- Estudiar el efecto de elementos aleantes (Mn y Nb) sobre propiedades estructurales y mecánicas en los sistemas Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb, Cu-14%Al-5%Ni-1%Mn-0.1%Nb y Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn
- Caracterizar los sistemas arriba mencionados por microscopía óptica (MO), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), calorimetría diferencial de barrido (CDB) y pruebas mecánicas por medio de ensayos de tracción acopladas al análisis de correlación de imágenes.

Introducción

Desde el principio de los tiempos, el hombre ha creado herramientas para cubrir la mayoría de sus necesidades utilizando diferentes materiales. Ha empleado piedras, hueso, pieles, madera, metales, plásticos y hoy en día materiales más sofisticados que le han permitido satisfacer sus cambiantes necesidades a través de la historia. Con el descubrimiento de la metalurgia, dio inicio una tarea que hasta nuestros días sigue vigente. La tarea a la que nos referimos es a la elaboración de nuevos materiales metálicos por un lado cada vez más ligeros y resistentes; por el otro, se buscan materiales cuyo comportamiento se denomina inteligente; ya que tienen la capacidad de funcionar como sensores y actuadores a la vez. Es por ello que en la actualidad, la ciencia e ingeniería de materiales sigue contribuyendo en dicha tarea.

Hoy en día dentro de los materiales denominados inteligentes se encuentran a los materiales con memoria de forma (MMF). Los MMF se distinguen por tener un comportamiento mecánicamente distinto a los demás materiales; este comportamiento mecánico tan peculiar consiste en la recuperación de su forma original, después de haber sido deformado de una manera aparentemente plástica, a través de un simple calentamiento por encima de una temperatura crítica. Cabe mencionar que existen varios efectos asociados a los MMF dentro de los que destacan el doble efecto de memoria de forma, efecto súper elástico y el efecto cauchótico.

Actualmente los efectos asociados a la memoria de forma en aleaciones metálicas tiene diversas aplicaciones en diferentes campos; por ejemplo, como sensores y actuadores en válvulas empleadas en procesos industriales, en la odontología para la corrección de la posición de piezas dentales; en la medicina como stents para la rehabilitación del flujo sanguíneo en arterias y vasos sanguíneos, para conexiones herméticas para instalaciones hidráulicas y equipos neumáticos, sistemas de control mecánico, etc.

En las últimas 5 décadas se han acumulado un gran número de publicaciones respecto a los MMF; particularmente sobre aleaciones metálicas. Dentro de dichos trabajos se distinguen tres vertientes bien definidas; la primera engloba trabajos experimentales encargados de la elaboración y una vasta caracterización (micro-estructural y mecánica) de los MMF; dentro de la segunda vertiente tenemos el modelado del comportamiento de dichos materiales donde destacan teorías fenomenológicas que describen en buena medida el comportamiento de los MMF. La tercer y última vertiente es la simulación computacional de los MMF; en ella se han integrado el cúmulo de conocimiento generado por las dos anteriores logrando un mejor entendimiento de los MMF. De la interacción de estas tres vertientes se obtiene una retroalimentación importante que permite seguir avanzado en el desarrollo y aplicaciones de los MMF.

El presente trabajo se ubica en la primer vertiente; es decir en la elaboración y caracterización de una aleación con memoria de forma del tipo CuAlNi-x abarcando aspectos macro y micro-mecánicos de las aleaciones. En esta tesis se elaboraron tres aleaciones Cu-Al-Ni en donde se dejó constante el porcentaje en peso de Al, por otro lado se varió el porcentaje en peso del Ni en 3, 4 y 5%. El efecto que tuvo el níquel se localizó en las temperaturas críticas de transformación y desde

luego en las fases presentes en la aleación. Utilizando un 5% en peso de Ni se obtuvo una aleación en fase austénica. Por lo anterior, esta aleación fue la ideal para estudiar la transformación martensítica inducida por esfuerzo (TMIE). Una vez seleccionada la aleación arriba mencionada, se procedió a impurificarla con pequeñas cantidades de Mn y Nb. Posteriormente se les aplicaron los tratamientos térmicos de homogenización y betatizado para ser caracterizadas.

La caracterización de las aleaciones Cu-Al-Ni y sus variantes impurificadas, consistió en análisis de microscopía óptica, calorimetría diferencial de barrido, difracción de rayos x, microscopía electrónica de barrido y pruebas de tensión uniaxial. Con ayuda de la toma de fotografías durante las pruebas de tensión se pudo aplicar la técnica de correlación de imágenes para hacer una caracterización micro-mecánica de las aleaciones, por otro lado la parte macromecánica se consiguió con los datos adquiridos durante las pruebas de tensión. Con todos los datos adquiridos de la prueba fue posible determinar el comportamiento mecánico promedio en diversas regiones de la probeta bajo tensión. Al agregar los elementos aleantes (Nb y Mn), al sistema Cu-14%Al-5%Ni, en diferentes porcentajes de concentración, se modificaron temperaturas críticas de transformación, parámetros estructurales como tamaño de grano y la inhibición de la fase Y2; por lo tanto los nuevos sistemas Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn, Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb y Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-0.1%Nb presentaron mejores propiedades mecánicas.

Índice General

Reconocimientos	II
Agradecimientos	III
Resumen	IV
Introducción	V
1 Antecedentes	6
1.1 Materiales con Memoria de Forma y sus Características	6
1.2 Transformación Martensítica en Materiales con Memoria de Forma	6
1.2.1 Transformación Martensítica: Aspectos Termodinámicos	7
1.2.2 Transformación Martensítica Inducida por Temperatura.....	9
1.2.3 Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo (TMIE)	10
1.2.4 Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo y Temperatura	12
1.2.5 Cambios Estructurales en MMF	13
1.3 Efectos Asociados al Fenómeno Memoria de Forma.....	15
1.3.1 Efecto Memoria de Forma Simple.....	15
1.3.2 Doble Efecto de Memoria de Forma	16
1.3.3 Efecto Tipo Caucho.....	16
1.3.4 Pseudoelasticidad.....	17
1.4 Aleaciones Base Cobre	19
1.4.1 Diagrama de Fases Cu-Al	20
1.4.2 Efectos de los elementos Aleantes en el sistema Cu-Al.....	21
1.4.3 Aleación Cu-Al-Ni.....	22
1.5 Estado del Arte en el sistema Cu-Al-Ni.....	24
2 Metodología Experimental.....	27
2.1 Fabricación y Elaboración de la Aleación Base Cu–Al-Ni-x.....	27
2.1.1 Fabricación de Aleaciones base Cu-Al-Ni	27
2.1.2 Fabricación de Aleaciones Cu-Al-Ni-X	29
2.2 Fusión de las Aleaciones.....	29

2.2.1	Sistema Cu-Al-Ni.....	30
2.2.2.	Cu-Al-Ni-X	30
2.3	Tratamientos Termomecánicos	31
2.3.1	Homogenizado	32
2.3.2	Laminado en caliente	32
2.3.3	Templado.....	33
2.4	Caracterización Microestructural y Térmica	34
2.4.1	Microscopia Óptica.....	34
2.4.2	Difracción de Rayos X	35
2.4.3	Microscopia Electrónica de Barrido	35
2.4.4	Calorimetría Diferencial de Barrido.....	36
2.5	Caracterización Mecánica	37
2.5.1	Pruebas mecánicas.....	37
2.5.2	Campo Hiperbólico.....	41
3	Resultados	43
3.1	Fabricación de la aleación	43
3.1.1	CuAlNi	43
3.1.2	3.1.2 Cu-Al-Ni-X	43
3.2	Laminación en Caliente	45
3.3	Microscopia Óptica.....	46
3.4	Difracción de Rayos X	50
3.5	Microscopia Electrónica de Barrido	52
3.6	Análisis Térmico	56
3.7	Pruebas Mecánicas.....	65
4	Conclusiones.....	83
5	Referencias.....	84

Índice de Figuras

Figura 1.1 (2) Esquema de la energía libre para fase primitiva y martensita.....	8
Figura 1.2. Temperaturas críticas de la transformación martensítica [3].....	9
Figura 1.3. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación.....	11
Figura 1.4 arreglos de las celdas (a) Arreglo típico de una celda cubica centrado en el cuerpo, (b) Distribución de átomos para una celda cristalina del tipo B2 y (c) arreglo de átomos en una supercelda $L2_1$ [8].....	13
Figura 1.5 La estructura cambia de B2 y varios tipos de martensitas[4].	14
Figura 1.6. (a) Cambio de forma en la transformación martensítica;(b) Formación de la martensita mediante deslizamiento, (c) Formación de la martensita a través de maclado [4].....	14
Figura 1.7 Efecto de Memoria de forma simple.....	15
Figura 1.8 Doble efecto de memoria de forma	16
Figura 1.9 Efecto cauchótico de los MMF [11].....	17
Figura 1.10.Efecto pseudoelástico [3].....	18
Figura 1.11 Clasificación general de las aleaciones con memoria de forma [11].	19
Figura 1.12 Diagrama de Fases Cu-Al	21
Figura 1.13 Difractogramas de Cu-Al-Ni a diferentes temperaturas [26].	24
Figura 2.1 Grafica de Temperaturas criticas M_s como función del contenido de Níquel.....	28
Figura 2.2 Diagrama experimental.....	31
Figura 2.3 Tratamiento de Homogenizado	32
Figura 2.4 Tratamiento de Betatizado para el CuAlNi [33]	33
Figura 2.5 Esquema de Difracción de rayos x.....	35
Figura 2.6 Microscopio Electrónico de Barrido	36
Figura 2.7 Calorímetro Diferencial de Barrido	37
Figura 2.8 CDB tipo.....	37
Figura 2.9 Geometría de la Probeta (medidas en [mm]) y Banco de Pruebas Mecánicas.....	38
Figura 2.10 Galga extensométrica.....	38
Figura 2.11 Representación de imagen digital.....	40
Figura 2.12 Descripción gráfica de flujo óptico.....	40
Figura 3.1 Lingotes de aleaciones base, (a) C3, (b) C4 y (c) C5	43
Figura 3.2 Botones de las Aleaciones CNb y CNb01.....	44
Figura 3.3 Lingotes aleados.....	44
Figura 3.4 (a) Lingote antes del laminado en caliente y (b) lamina después del laminado en caliente	45
Figura 3.5 Gráfica del porcentaje de deformaciones vs. Número de pasos	46
Figura 3.6. Influencia del % de Ni en la aleación Cu-Al-Ni (a) se puede observar la mezcla de fases (Cu-14%Al-3%Ni), mientras (b) se observa la existencia de β_3 y martensita del tipo γ'_3 (Cu-14%Al-4%Ni), en (c) solo hay la existencia de la fase β_3 (Cu-14%Al-5%Ni), en (d) se puede observar la fase β_3 (Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn).....	47

Figura 3.7. (a) Muestra el refinamiento logrado con los elementos aleantes(Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb), mientras que (b) se observa la mezcla de fases β_3 – <i>martensita</i> (Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb).	48
Figura 3.8 Método de tamaño de grano	49
Figura 3.9 (4) Difractograma de las de las aleaciones base Cu-Al-Ni en donde el color amarillo representa la muestra con 5%masa de Ni, el naranja 4% masa Ni y el rojo el 3% masa Ni.	50
Figura 3.10 Difractogramas de las aleaciones microaleadas con Mn y Nb.....	51
Figura 3.11. Presencia de la fase γ_2 en la muestra C5, esta fase se caracteriza por fragilizar al material y tiende a ubicarse en los límites de grano.	52
Figura 3.12 Presencia de la fase β_3 de C2Mn, así como los límites de grano del mismo.....	53
Figura 3.13 EDS de los precipitados presentados en las muestras CNb y CNb01.....	54
Figura 3.14. (a) y (b) Muestran los precipitados y el tipo de los mismos encontrados en CNb01 y en CNb. Mientras que muestra formación de precipitados en la aleación CU-Al-Ni-Mn con Nb (c) y (d) muestran los precipitados globulares encontrados en CNb.	55
Figura 3.15. Calorimetría diferencial de barrido; (a)Cu-14%Al-3%Ni, (b) Cu-14%Al-4%Ni.....	58
Figura 3.16. Calorimetría diferencial de barrido para la aleación Cu-14%Al-5%Ni.....	59
Figura 3.17 (a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra C2Mn.....	60
Figura 3.18 (a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra CNb01.....	621
Figura 3.19(a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra CNb.....	642
Figura 3.20 Comportamiento de la entalpia y de la histéresis en función de la composición de las aleaciones.....	65
Figura 3.21 Pruebas mecánicas de las aleaciones base Cu-Al-Ni con 3,4,5% en masa de Ni.....	656
Figura 3.22. Fractura inter-granular de la muestra C4.....	667
Figura 3.23 Pruebas mecánicas de la aleación aleada con 1% masa Mn, .1% masa Nb (β_3 – <i>martensita</i>)	678
Figura 3.24 Pruebas mecánicas de la aleación aleada por 2% masa Mn y 1% masa Nb (β_3 – <i>martensita</i>)	689
Figura 3.25 Pruebas mecánicas de la aleación aleada con 2% masa Mn (β_3)	70
Figura 3.26 Fractura de una probeta aleada (Cu-Al-Ni-2%Mn-1%Nb).....	701
Figura 3.27 Comparación de graficas de esfuerzo vs deformación para la aleación C5 y aleadas.	712
Figura 3.28 Modulo de Young y % de Deformación máxima como funciones de la composición.	723
Figura 3.29 Curva esfuerzo crítico y esfuerzo máximo como funciones de la composición.....	734
Figura 3.30 Localización de las imágenes empleadas en la correlación de imágenes digitales para las aleaciones base.....	74
Figura 3.31 Imágenes captadas en el momento en que se aumentaba la carga en el material, (a) 1, (b) 2.	745
Figura 3.32 Campo de desplazamientos de C3	75
Figura 3.33 Imágenes de los ensayos de tracción, (a) 3 y (b) 4.....	756
Figura 3.34 Campo de desplazamientos de C4	76
Figura 3.35 Imágenes obtenidas durante el ensayo de tracción de C5, (a) 5 y (b) 6	767
Figura 3.36 Campo de desplazamientos de C5	77

Figura 3.37 Localización de las imágenes empleadas en la correlación de imágenes digitales para las aleaciones aleadas.	778
Figura 3.38 Imágenes durante el ensayo de tracción de CNb01, (a) 7 y (b) 8	78
Figura 3.39 Campo de desplazamientos de la aleación CNb01	789
Figura 3.40 Imágenes obtenidas durante el ensayo de tracción de CNb, (a) 9 y (b) 10	79
Figura 3.41 Campo de desplazamientos de la aleación CNb.....	80
Figura 3.42 Imágenes durante el ensayo de tracción de C2Mn, (a) 11 y (b) 12.....	80
Figura 3.43 Campo de desplazamientos de la aleación C2Mn.....	801
Figura 3.44 Módulos de Young micro y macro como función de la composición.	81

1 Antecedentes

1.1 Materiales con Memoria de Forma y sus Características

Los materiales con memoria de forma (MMF) o llamados materiales inteligentes son aquellos materiales, que tienen la capacidad de regresar a su forma original incrementando su temperatura por encima de un rango crítico, después de haber sido deformados aparentemente de manera plástica.

Estos materiales presentan efectos asociados, a la memoria de forma; que son: efecto de memoria de forma simple, el doble efecto de memoria de forma, el efecto pseudo-elástico, entre otros [1,2,3].

Las aleaciones con memoria de forma se destacan por tener un comportamiento distinto al de los materiales convencionales. Mientras que la mayoría de los materiales comienzan a deformarse de manera plástica al sufrir una elongación mayor 0.2% cuando son sometidos a un ensayo de tracción. Los MMF pueden soportar deformaciones mayores, hasta 200 veces más que los convencionales, sin llegar a la deformación plástica [1,2].

Para hablar de los materiales con memoria de forma es necesario dar la definición del fenómeno memoria de forma que se define como la capacidad de un material para recuperar su forma inicial, después de haber sido deformado de manera aparentemente plástica, mediante un estímulo externo [1]. Este fenómeno tiene lugar gracias a un cambio de fase en estado sólido conocido como transformación martensítica.

1.2 Transformación Martensítica en Materiales con Memoria de Forma

La transformación martensítica (TM) en los materiales con memoria de forma (MMF) es un cambio de fase en estado sólido por desplazamiento, en la cual los átomos se mueven cooperativamente una distancia menor al parámetro de red ocasionado, principalmente, por una deformación cortante [2]. Usualmente, la fase de la que se parte es llamada fase madre o primitiva. La cual generalmente es una supercelda del tipo cúbico DO_3 (o $L2_1$), al disminuir la temperatura, por debajo de un rango crítico, se promueve el cambio de fase provocando una transformación directa de una fase primitiva a martensita [3,4]. Es importante resaltar que este tipo de transformación es reversible; por lo tanto, es posible inducir una transformación inversa de martensita a austenita simplemente aplicando un calentamiento. Cuando la TM se lleva a cabo únicamente por temperatura se dice que se pueden obtener 24 tipos de variantes de martensita; a este fenómeno

se le conoce como “variantes auto-acomodantes”. En este último es evidente un cambio de fase pero no un cambio de forma.

1.2.1 Transformación Martensítica: Aspectos Termodinámicos

Para poder describir los aspectos termodinámicos de TM es necesario primero definir las temperaturas críticas:

- M_s comienzo del cambio a martensita
- M_f termino del cambio a martensita
- A_s comienzo del cambio a la fase primitiva yendo de menor a mayor temperatura
- A_f termino del cambio a la fase primitiva yendo de menor a mayor temperatura

Las temperaturas de transformación se pueden determinar mediante la medición de las mismas y son algunas propiedades físicas del material [4].

La transformación martensítica por desplazamientos no es asociada con el cambio de composiciones, sino que la energía libre de ambas fases (austenita y martensita) son función de la temperatura. En dicha transformación puede existir una temperatura T_0 que representa el equilibrio termodinámico que hay entre las dos fases, y $\Delta G^{a-m}|_{M_s} = G^m - G^a$ representa el parámetro que da inicio a la nucleación de la martensita, donde G^m y G^a representan la energía libre de Gibbs de la martensita y de la austenita respectivamente. El argumento es similar para la transformación inversa. T_0 se puede aproximar mediante la siguiente expresión $\frac{1}{2(M_s+A_s)}$. Por lo tanto la energía libre de Gibbs queda representada como [4]:

$$\Delta G = \Delta G_c + \Delta G_s + \Delta G_e = \Delta G_c + \Delta G_{nc} \quad 1.1$$

En donde ΔG_c es la energía térmica originada por el cambio de fase de primitiva a martensita, ΔG_s es la energía de superficie entre la fase primitiva y la martensita, ΔG_e es la energía elástica de la martensita, y $\Delta G_{nc} = \Delta G_s + \Delta G_e$ es la energía de transformación [4]

En la mayoría de las transformaciones martensíticas, ΔG_{nc} es igual a ΔG_c . La diferencia de las temperaturas $T_0 - M_s = \Delta T_{cM}$ esto indica el decremento necesario en temperatura para la nucleación de la martensita; de la misma manera, la diferencia de temperaturas $A_s - T_0 = \Delta T_{cA}$ necesarias para la transformación inversa (martensita-primitiva) como se muestra en la Figura 1.1 [4].

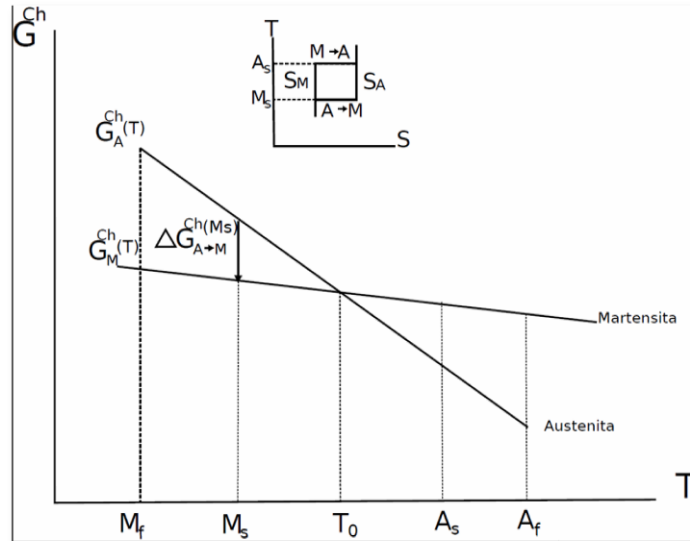


Figura 1.1 (2) Esquema de la energía libre para fase primitiva y martensita

Las TMs pueden ser clasificadas de dos formas: termoelásticas y no termoelásticas. Cuando la histéresis es pequeña, la interface entre la fase madre y martensita es muy móvil hacia temperaturas más altas o más bajas, y la transformación es cristalográficamente reversible en el sentido de la martensita pueda regresar a la fase de la que se parte (fase predecesora). A este proceso se le llama transformación termoelástica [1,4].

Por otro lado Olson y Cohen consideraban que el equilibrio termoelástico era más parecido al que se deriva de la siguiente ecuación:

$$\Delta g_c + 2\Delta g_e = 0 \quad 1.2$$

Donde $\Delta g_c (= g^m - g^a)$ es el cambio de energía química libre que hay entre la transición de fases (DO_3 o $L2_1$, martensita) por unidad de volumen, Δg_e es la energía del esfuerzo elástico alrededor de la formación de la martensita. Lo que significa que la ecuación, es la mitad del cambio de la energía química libre es almacenada como energía elástica en el material. Se observó que la temperatura A_s estaba por debajo de la T_0 . Esto es $T_0 = \frac{1}{2}(M_s + A_f)$ es la mejor aproximación termoelástica propuesta por Tong y Wayman [4].

El efecto del esfuerzo sobre la TM según el análisis de Patel y Cohen, se puede determinar haciendo el cálculo del trabajo realizado sobre el sistema por medio de la aplicación del esfuerzo [4].

El trabajo realizado sobre el sistema por medio de la aplicación de un esfuerzo el cual produce un estado de esfuerzos es:

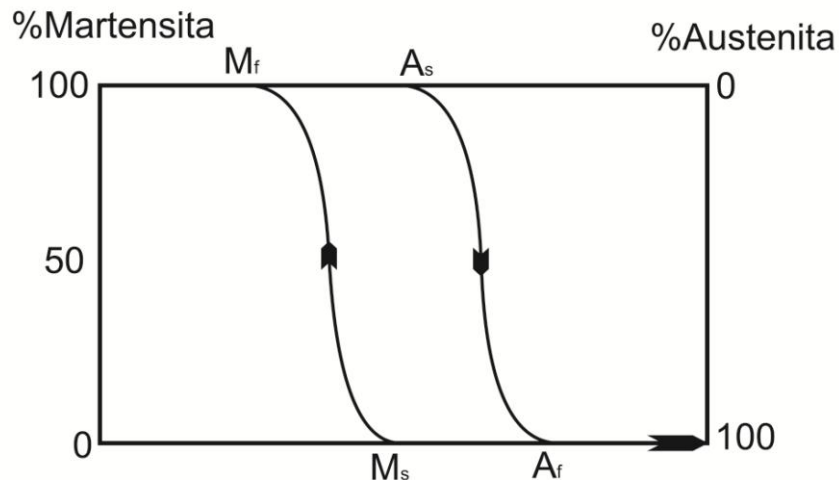
$$\Delta G^s = m_1^p \tau + m_1^n \sigma_n \quad 1.3$$

En donde τ es el esfuerzo que va a lo largo del plano de hábito¹ en la dirección d_1^p y σ_n es el esfuerzo normal perpendicular al plano de hábito. Por convención σ_n es positivo para el esfuerzo de tensión y negativo para el esfuerzo de compresión. El valor de la expresión $m_1^n = \Delta V/V$ es negativo en casi todas TMs, excepto para las martensitas férricas [4].

Un método alternativo para el análisis del efecto del esfuerzo en la TM es el uso de la relación de Clausius-Clapeyron. Esta ecuación se retomará más adelante.

1.2.2 Transformación Martensítica Inducida por Temperatura

La TM puede ser inducida por enfriamiento; alcanzando una temperatura crítica llamada M_s , la cual define al cambio de fase en el material, pasando de DO₃ o L2₁ a martensita. Las temperaturas críticas (M_s , M_f), que se definen el inicio y fin de la transformación directa, se muestran en la Figura 1.2 [3]. En este diagrama se muestra la transformación martensítica por temperatura de un MMF. El diagrama indica las cuatro temperaturas críticas que definen la transformación directa e indirecta en un MMF. Las temperaturas M_s y M_f corresponden al principio y al final de la transformación martensita a su fase primitiva, A_s y A_f que corresponden al proceso inverso [3,4,5].



¹ El plano de hábito puede definirse como la frontera del plano de transformación. En donde se da el crecimiento de la martensita en dirección transversal.

² En donde cada micro-deformación corresponde a 0.0001% de deformación.

³ En donde la fase β_3 tiene una estructura del tipo $L2_1$, β'_3 es una estructura del tipo 18R y γ'_3 es

Figura 1.2. Temperaturas críticas de la transformación martensítica [3].

En las aleaciones metálicas estos cuatro puntos de transformación dependen esencialmente de la estequiometría (composición química) y del historial térmico de las aleaciones. Lo anterior quiere decir que dependiendo de los tratamientos térmicos o termo-mecánicos a los que sea expuesto el MMF, las temperaturas críticas se verán afectadas, como se ha reportado en la literatura [6,7].

1.2.3 Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo (TMIE)

La TMIE tiene lugar cuando el material se encuentra a una temperatura $T > M_s$; y es sometido a un esfuerzo; es decir, que el material se encuentra en la fase madre y solamente se formaran aquellas variantes de martensita que se vean favorecidas por la dirección de aplicación de la carga. Bajo estas condiciones el material transformará, exhibiendo un cambio en su forma. Esto ocurre una vez que el esfuerzo aplicado alcanza un valor crítico llamado σ_c . Es aquí donde se inicia el proceso de transformación inducida por esfuerzo también conocido como “twinning” o maclado; este proceso termina cuando el esfuerzo aplicado alcanza un valor denominado σ_f .

Es conveniente mencionar que existe la posibilidad de inducir la transformación martensítica empleando una combinación de los dos estímulos externos mencionados anteriormente. Así mismo también se debe comentar que existen otros estímulos externos para inducir la TM tales como los campos magnéticos; sin embargo, para la aleación empleada en este trabajo no aplica ya que se trata de un material no ferroso. A continuación se presenta un esquema de la transformación martensítica inducida por ambos parámetros, como se puede ver en la Figura 1.3 [3,5].

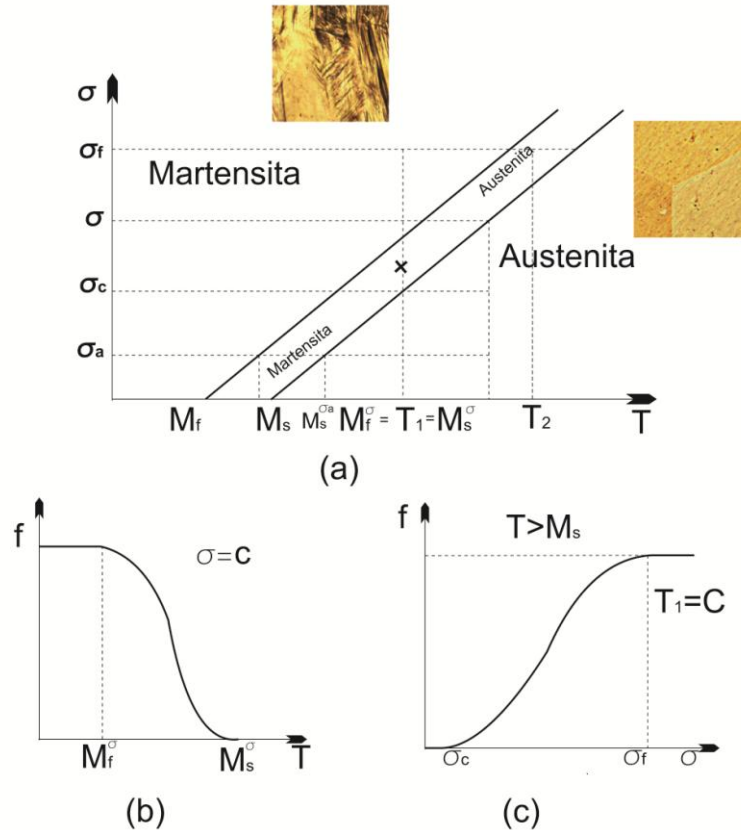


Figura 1.3. Diagrama esfuerzo-temperatura-transformación.

La Figura 1.3 se presenta un diagrama genérico de esfuerzo-temperatura-transformación donde se muestran los casos de transformación por temperatura, esfuerzo o mezcla de ambos para un MMF. En la Figura 1.3 (a) se muestra un gráfica de esfuerzo vs. Temperatura; en ella es posible apreciar tres regiones bien definidas para las fases involucradas. En el extremo izquierdo de dicha gráfica se encuentra la región correspondiente a la fase martensítica para temperaturas menores a M_f . En la región de la extrema derecha se observa la fase austenítica a temperaturas mayores a M_s . La tercer zona se localiza entre las dos anteriores y es allí donde coexisten la fase primitiva y martensita generando una mezcla de fases en el material; esta zona está delimitado por dos rectas paralelas con pendientes iguales distintas de cero que cortan al eje de la temperatura en M_s y M_f .

Cuando la TM es inducida únicamente por temperatura ocurre lo siguiente: Se tiene un MMF a una temperatura $T_1 > M_s$ el cual es enfriado de manera controlada hasta cumplir la condición $T_1 = M_s$; es aquí donde inicia el crecimiento de las agujas de martensita. Si se continua con el enfriamiento del material se tendrá que $T \leq M_f$; por lo tanto, la transformación martensítica habrá llegado a su fin y el material presentará el 100% de martensita como se parecía en la Figura 1.3 (b).

Por otro lado cuando la transformación martensítica es inducida únicamente por esfuerzo (TMIE) es necesario tener una temperatura constante $T_1 > M_s$; en otras palabras el material debe estar completamente en su fase primitiva. Cuando el valor del esfuerzo se incrementa paulatinamente desde cero hasta alcanzar un valor crítico conocido como σ_c , es posible observar el crecimiento de agujas de martensita únicamente en aquellos granos que se vieron favorecidos. Si el esfuerzo continúa incrementando se llegará a un límite de transformación por esfuerzo conocido como σ_f ; sin embargo, no se alcanzará el 100% de la transformación (Figura 1.3 c).

1.2.4 Transformación Martensítica Inducida por Esfuerzo y Temperatura

Existe una tercera posibilidad de alcanzar la TM en los MMF no ferrosos; esta es la combinación de temperatura y esfuerzo. Para explicar este caso nos ubicaremos en la Figura 1.3(a) cuando $T > M_s$; en donde el material se encuentra sometido a un esfuerzo σ_a , el cual es menor al esfuerzo crítico que provocaría la aparición de agujas de martensita en el material. El esfuerzo σ_a tendrá una contribución para la transformación inducida por ambos parámetros; cabe mencionar la contribución por esfuerzo no de ser suficiente para alcanzar la TM. Lo anterior da como resultado que el intervalo de temperaturas para alcanzar la TM sea disminuido; lo cual se puede observar en la Figura 1.3 (a). Tomando como referencia la temperatura T_1 y llevándola hasta la temperatura que llamaremos $M_s^{\sigma_a}$, este rango de temperaturas que va de T_1 a $M_s^{\sigma_a}$ es menor al rango original que va desde T_1 hasta M_s . Con esto se puede observar la tercera posibilidad para alcanzar la TM mediante las contribuciones de esfuerzo y temperatura [3,4].

Es importante destacar que la TM que se presenta en este tipo de materiales es “*por desplazamientos*”. En ella los átomos se mueven cooperativamente desplazándose distancias menores al parámetro de red para formar una nueva fase. De esta manera los átomos forman una estructura cristalina más estable y sin cambiar la composición estequiometría del material; debido a que no es necesaria una migración atómica, la transformación “*por desplazamientos*” es reversible y generalmente progresa en una forma en la que el tiempo no es un parámetro de transformación como lo es la temperatura o esfuerzo [2,3].

Actualmente la definición más aceptada para la TM es la publicada por Olson, Cohen y Clapp [2]. “Es una transformación por desplazamientos, de primer orden, con una deformación homogénea de red constituida principalmente por una deformación cortante”. La transformación es de primer orden ya que se acompañan de una discontinuidad en propiedades como el volumen, la presión, etc., que son primeras derivadas de los potenciales termodinámicos. También se considera de primer orden por la existencia de una histéresis y por el hecho de asociarse a una entalpía de transformación además las dos fases involucradas se diferencian claramente. Una vez aclarado el punto de que la TM es por desplazamiento se vuelve importante describir los cambios estructurales que se presentan en este tipo de materiales [2,3].

1.2.5 Cambios Estructurales en MMF

Los MMF experimentan transformaciones martensíticas; para estos materiales es muy importante la fase primitiva la cual en la mayoría de los diagramas de fase está expresada con la letra griega β , tales como Au-Cd, Ag-Cd, Cu-Al-(Ni), Cu-Zn-(Al), etc. Estos sistemas se caracterizan por tener una relación atómica del electrón/ radio del átomo $c/a \approx 1.5$, teniendo un arreglo de la forma CI (cubica centrada en el interior) (1). Las estructuras cristalinas con un ordenamiento del tipo CI usualmente son del tipo $B2$ o $L2_1$. El arreglo del tipo $B2$ se caracteriza por tener un átomo del tipo II en el centro de la celda mientras (Figura 1.4 (b)) que en sus vértices se encuentran átomos del tipo I [8].

El arreglo del tipo $L2_1$ es un arreglo presentado como una celda que está compuesta por ocho celdas del tipo CI en donde los átomos a los cuales les denominaremos del tipo I se encuentran en los vértices de cada CI , mientras que los átomos del centro de cada CI denominados del tipo II y III son de diferente elemento entre sí y se intercambian de tal manera que nunca quedan juntas dos celdas con el mismo tipo de átomo en el centro como se puede ver en la Figura 1.4(c).

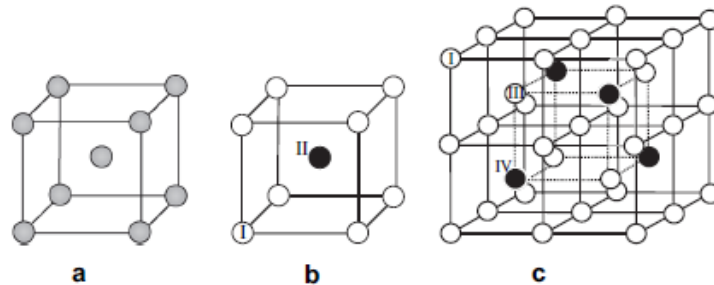


Figura 1.4 arreglos de las celdas (a) Arreglo típico de una celda cubica centrado en el cuerpo, (b) Distribución de átomos para una celda cristalina del tipo $B2$ y (c) arreglo de átomos en una supercelda $L2_1$ [8].

Cuando las aleaciones con memoria de forma, con este tipo de celdas unitarias, disminuyen su temperatura pasando de una fase primitiva a martensítica su estructura cristalina $B2$ o $L2_1$ cambia a un acomodo del tipo ortorrómbico o monoclinico como se puede ver en la Figura 1.5 [4]. En la Figura 1.5(a), (b) y (c) se pueden ver arreglos del tipo $B2$ en donde lo que los diferencia son las vistas de la celda, es decir, se toman diferentes direcciones como el vector perpendicular y se ve la vista en dos dimensiones de la celda unitaria. En la Figura 1.5(d) se puede observar que el periodo entre las capas a lo largo de los ejes es de dos, además de tener una geometría hexagonal; se debe aclarar que el periodo se define como el tipo de apilamiento existente dentro de la celda unidad sobre la dirección c [8], (e) presenta un periodo de 9 y posee una geometría romboedral (9R), (f) el periodo que se presenta es de 3 (3R), (g) el periodo de la estructura es de siete (7R), pero la notación es errónea, ya que no es una simetría romboedral sin embargo el termino es común [4].

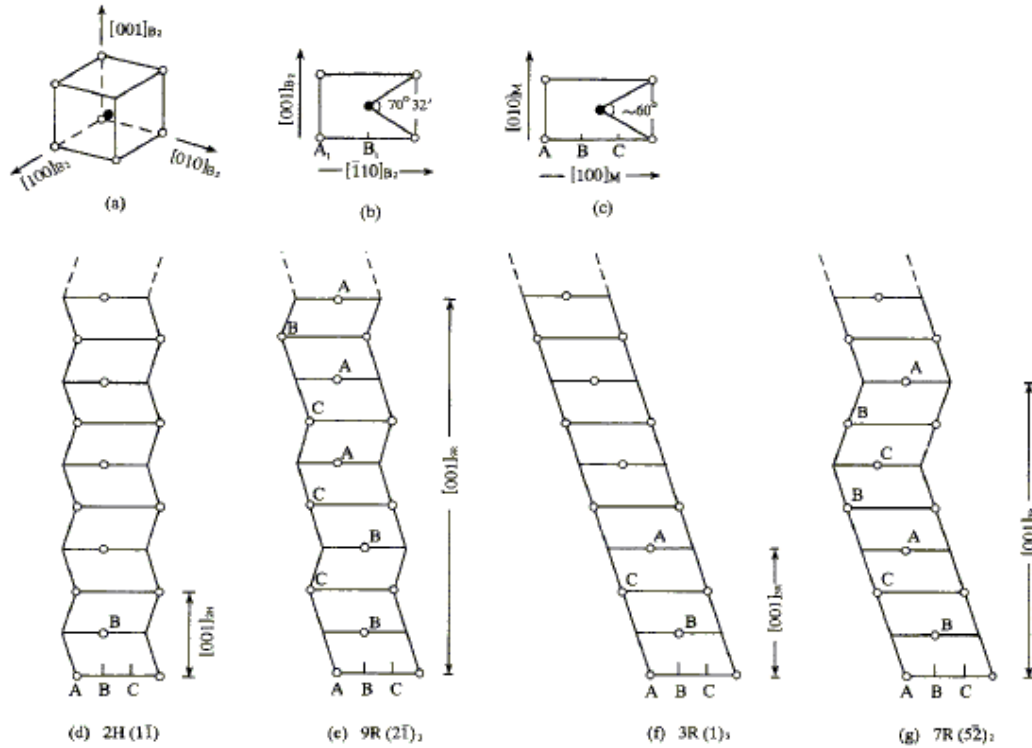


Figura 1.5 La estructura cambia de B2 y varios tipos de martensitas[4].

Como se mencionó anteriormente la TM para los MMF se caracteriza por ser de primer orden; en este proceso se lleva a cabo la nucleación y crecimiento de la fase martensítica, la cual está asociada a un cambio de forma. Cuando el material, en su fase primitiva, es sometido a un esfuerzo crítico (σ_c) surge la nucleación de la martensita en los granos favorecidos por la dirección de aplicación de la carga [4]. Cuando la TMIE ocurren tres casos como se ve en la Figura 1.6. (a) se produce un cambio de forma en el material a nivel macroscópico, (b) ocurre la nucleación de la martensita por deslizamiento (slip) y el tercer caso (c) corresponde a la formación de maclas o el fenómeno también conocido como (twinning) [4].

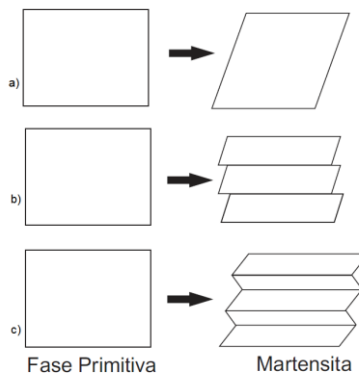


Figura 1.6. (a) Cambio de forma en la transformación martensítica;(b) Formación de la martensita mediante deslizamiento, (c) Formación de la martensita a través de maclado [4].

El proceso de formación de maclas en la martensita se describe como: una relación entre dos cristales iguales mediante una operación de simetría con respecto a un plano de espejo en un eje de rotación. En los MMF la formación de agujas de martensita son equivalentes a la formación de maclas en materiales convencionales. La principal diferencia es que las agujas de martensita aparecen y desaparecen cuando la carga es aplicada y retirada el MMF respectivamente. Es importante mencionar que existe un valor crítico de carga; el cual es asociado a un esfuerzo cortante que actúa como estímulo externo para iniciar la TM [4].

1.3 Efectos Asociados al Fenómeno Memoria de Forma

1.3.1 Efecto Memoria de Forma Simple

El efecto de memoria de forma (EMF) es asociado a la TM conocida como displasiva, visto anteriormente. El EMFS se produce cuando el material se encuentra en una fase primitiva ($A_f < T_{ambiente}$), posteriormente el material es enfriado hasta llevarlo a su fase martensítica ($M_f > T$), una vez que se obtiene esta fase, se le aplica una carga originándole deformación aparentemente plástica, la cual desaparecerá al aumentar la temperatura del material, provocando la transición de fase martensítica-primitiva ($A_f > T$), con lo cual el elemento regresa a su forma original debido al efecto de la nucleación de su fase primitiva partiendo de la martensita descrito anteriormente, a esto se le llama efecto de memoria de forma simple [3,9,10].

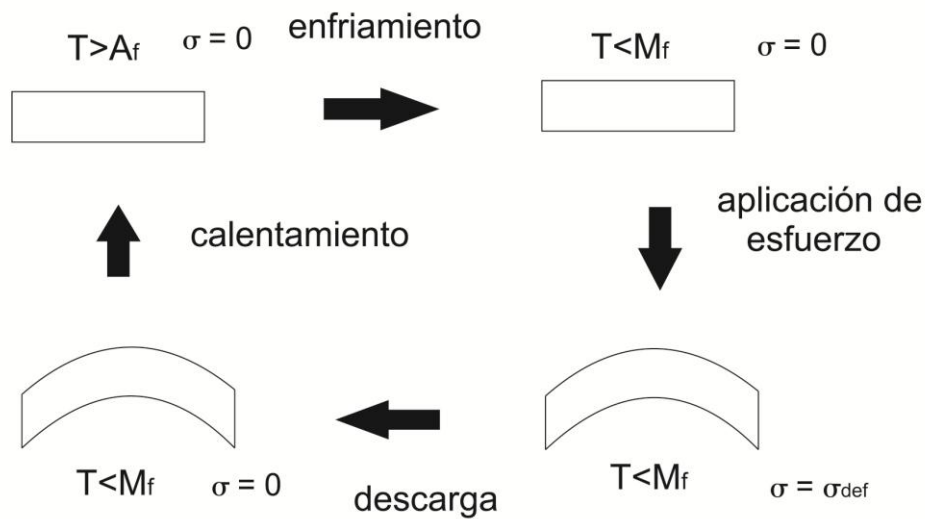


Figura 1.7 Efecto de Memoria de forma simple

1.3.2 Doble Efecto de Memoria de Forma

El doble efecto de memoria de forma, parte del ciclo de EMFS, en donde la deformación producida en el material genera una dirección preferencial de transformación, que es adquirida por el material cuando pasa de su fase primitiva a martensita por una disminución en su temperatura ($T \leq m_f$), con lo cual el material adquiere dos configuraciones distintas a diferentes temperaturas que corresponderán a las fases primaria y martensítica [3,10].

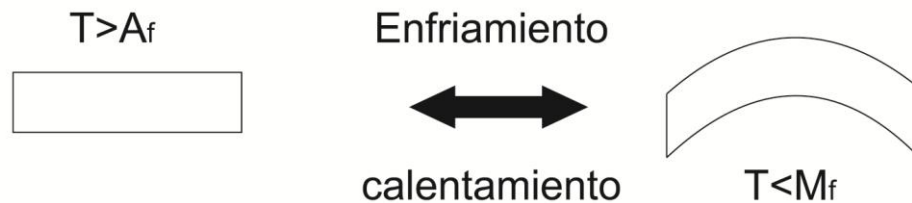


Figura 1.8 Doble efecto de memoria de forma

Al proceso de realizar varias veces el ciclo de memoria de forma simple se le conoce como tratamiento termomecánico de educación [3,10].

1.3.3 Efecto Tipo Caucho

El efecto tipo caucho se presenta cuando el material se encuentra por debajo de M_f (en fase martensítica). El efecto se produce cuando el material se ve sometido a una carga, la cual produce una reorientación y formación de nuevas variantes de martensita favorecidas por la dirección de aplicación de la carga. Esto a su vez provoca que las variantes de martensita, producidas por el enfriamiento del material, decrezcan. Al retirar la carga del material sólo algunas de las variantes se recuperan, es por ello que el material no se recupera completamente de la deformación como se puede apreciar en la Figura 1.9 [11].

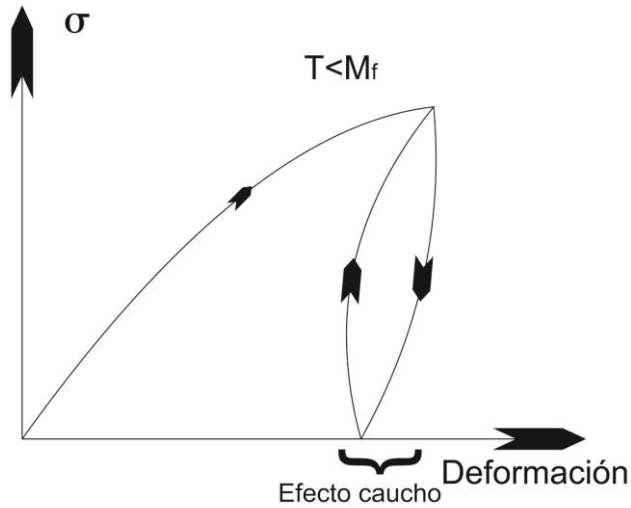


Figura 1.9 Efecto cauchótico de los MMF [11]

1.3.4 Pseudoelasticidad

Una de las características de los MMF es la superelasticidad; es la capacidad del material de deformarse elásticamente en mayor proporción (hasta 100 veces más) que la mayoría de los materiales convencionales. Cuando al material se le aplica una carga que provoque una deformación estando en su fase predecesora (DO_3 o $L2_1$) $A_f > T$ (inducción de martensita por esfuerzo).

Si la temperatura ambiente $T > M_s$ el esfuerzo necesario para impulsar la transformación martensítica necesita ser incrementado paulatinamente; de tal manera que se alcance un esfuerzo crítico (σ_c) con el cual comenzará la nucleación de la martensita. Este comportamiento está basado en la ecuación de Clausius-Clapeyron[11] :

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H}{T\Delta V} \quad 1.4$$

En donde P es la presión, T es la temperatura, ΔH es el calor latente de transformación y ΔV es el cambio de volumen debido a la transformación, para usos metalúrgicos la ecuación se adaptó de la siguiente manera:

$$\frac{\partial \sigma}{\partial M_s} = -\frac{\Delta H}{T\epsilon_0} \quad 1.5$$

En donde T y ΔH conservan su significado, mientras que σ es el esfuerzo aplicado, ϵ_0 es la deformación provocada por el esfuerzo y M_s es la temperatura trasladada por el esfuerzo[11] .

Puesto que esta fase martensítica es meta-estable, lo que quiere decir que la martensita estará presente siempre y cuando estímulo externo, en este caso el esfuerzo, también lo esté; por lo que si el esfuerzo se retira o disminuye por debajo del valor crítico σ_c , la martensita desaparecerá; dando lugar a una fase de mayor estabilidad (Austenita); lo anterior se observara en la recuperación de la forma original de material, muestra pieza o estructura. Este efecto es llamado pseudoelasticidad y algunos autores también lo han llamado efecto pseudoelástico [4,10].

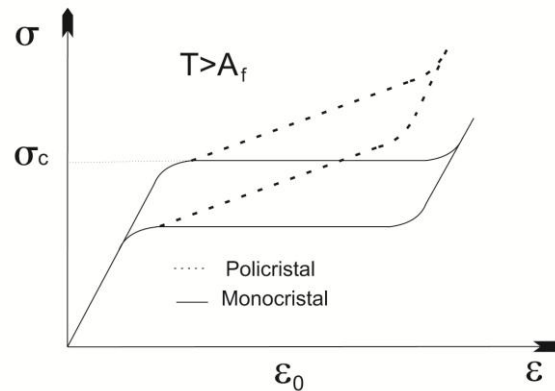


Figura 1.10.Efecto pseudoelástico [3].

La Figura 1.10 muestra una curva esfuerzo vs. deformación típica para un MMF. En ella se puede apreciar el lazo Speudoelástico (en la curva esfuerzo vs deformación de un MMF es el comportamiento descrito por el ciclo de carga y descarga en donde el material es capaz de regresar a su configuración original) en carga y descarga para estos materiales. También se aprecia que el efecto pseudoelástico es ligeramente distinto para mono-cristales y poli-cristales. En el caso de los mono-cristales al alcanzar el esfuerzo crítico, y con el cambio de fase, se observa una meseta que corresponde a un incremento significativo de la deformación debido a la aparición de la martensita. Es importante señalar que lo anterior ocurre con incrementos mínimos de esfuerzo. En el caso de los poli-cristales al alcanzar el esfuerzo crítico sólo transforman aquellos granos que se ven favorecidos por la dirección de aplicación de la carga; por lo tanto, en lugar de la meseta aparece una segunda pendiente. En ella se encuentran todas aquellas contribuciones de los granos transformados y vale la pena mencionar que cuando la transformación martensítica es inducida por esfuerzo no se logra el 100% del cambio de fase [3].

Si se tiene un esfuerzo constante y distinto de cero ($\sigma = c, \sigma \neq 0$) las temperaturas de inicio y fin de transformación (M_s^σ y M_f^σ) se verán modificadas respecto a M_s y M_f debido a que existe una contribución en la TM debida al esfuerzo aplicado; por lo tanto el intervalo de temperaturas se verá reducido; es decir, se necesitará enfriar la muestra en menor proporción [3].

1.4 Aleaciones Base Cobre

Las principales aleaciones que presenta memoria de forma se encuentran basadas en los siguientes sistemas: Ni-Ti, Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Sn, Au-X, Ag-X Fe-X, Mn-X (3). En la figura 1.11 se muestran una clasificación general de las aleaciones que presenta memoria de forma. En dicha clasificación también se muestra un panorama que muestra los elementos dopantes que se han empleado hasta el momento para las aleaciones con memoria de forma base Cu. Las aleaciones base cobre se caracteriza por tener buenas propiedades de memoria de forma a un bajo costo además de que sus rangos de temperatura para la transformación son amplios y fácilmente controlables. Para lograr lo anterior se han utilizado elementos aleantes que dan lugar a sistemas ternarios. El sistema Cu-Zn-X son aleaciones ternarias que pueden recibir elementos como Al³, Si⁴, Sn⁶, Ga⁷ o Mn⁸; cada uno de estos elementos produce efectos bien definidos en el material; estos pueden ir desde el refinamiento de grano, hasta inhibición de fases bien identificadas. Para el sistema Cu-Al-X los elementos aleantes más comunes son: Ni^{9,10}, Be¹¹, Zn¹² o Mn¹³ (3). Los estudios se extienden a sistemas cuaternarios de Cu-Zn-Al-Ni¹⁴, Cu-Zn-Al-Mn¹⁵ y Cu-Al-Ni-Mn¹⁶ en donde el tercer y cuarto elemento modifica las propiedades térmicas y mecánicas de dichos sistemas. En la actualidad se ha reportado que los elementos comúnmente empleados, como cuarto elemento aleante, para refinar grano en aleaciones base cobre que presentan memoria de forma son: B, Ce, Co, Fe, Ti, V y Zr [9,12].

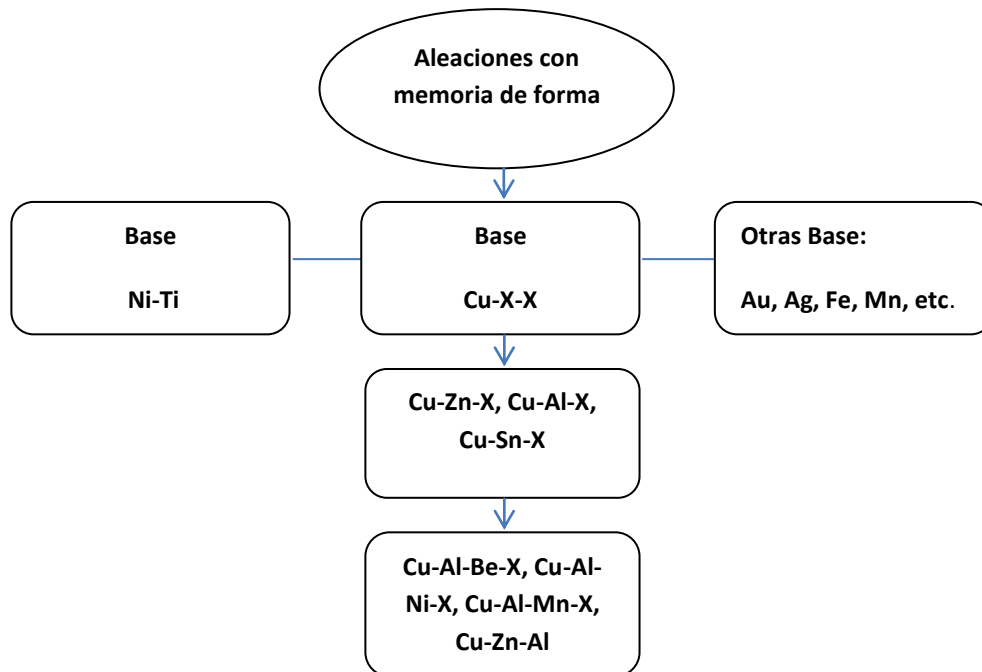


Figura 1.11 Clasificación general de las aleaciones con memoria de forma [13].

1.4.1 Diagrama de Fases Cu-Al

En el sistema Cu-Al-Ni, que también presenta memoria de forma, es importante tener en cuenta al diagrama de fases binario de la aleación. En este diagrama binario es posible ver todas las fases involucradas en el sistema a distintas proporciones de elementos y distintas temperaturas. Es por eso que el uso de este diagrama es indispensable si se piensa en alear a dicho sistema con un tercer o cuarto elemento.

En la Figura 1.12 se presenta el diagrama de fases del sistema Cu-Al. Para propósitos de este trabajo solamente se pondrá atención a la zona comprendida entre 0-16% de Al en peso. En esta zona se pueden apreciar las fases presentes a estos porcentajes de Al. La fase que predomina del 0% hasta 8.5% en peso de aluminio es conocida como α con una estructura cristalina del tipo cubica centrada en las caras (FCC por sus siglas en ingles). Seguida de una región en donde existe una combinación de fases que son $\alpha+\beta$, esta región va desde los 1013°C hasta 712°C y del 8.5% en peso hasta el 12% en peso de Al. A partir de un porcentaje del 9% en peso de Al se presenta la fase β cuando el material se encuentra a una temperatura mayor a los 567°C ($T_{\text{eutectoide}}$). La fase β en el sistema binario Cu-Al se descompone debajo del punto eutectoide a 567°C en $\alpha+\gamma_2$ (Cu_9Al_4 fase $D8_3$). Al ser enfriado, la reacción eutectoide genera una estructura laminar que contiene un compuesto frágil llamado γ_2 . La fase obtenida por la reacción eutectoide tiene baja ductilidad, pero se puede templar al material para conseguir una fase β' (martensita) con una mayor resistencia, sin embargo baja ductilidad [14].

Si el material se háyase en su fase β (A2) y se disminuye su temperatura abruptamente se alcanzaría la fase martensítica (β') [4]. La fase martensítica se ordena como: 9R a menos del 11% en peso de Al, 18R para el 11-13% en peso de Al y 2H para más del 13% en peso Al. Con un 14% en peso de Al la M_s estará alrededor de la temperatura ambiente y por lo tanto se puede obtener una mezcla de fases. Las aleaciones con mayor porcentaje de aluminio son susceptibles a tener precipitados de la fase γ_2 ; esto no es deseable porque la presencia de γ_2 fragiliza el material [9]. En caso de ser necesaria una temperatura crítica de transformación cercana el medio ambiente es posible emplear el 14% en peso de aluminio más un tercer o cuarto elemento aleante que inhiba la formación de la fase γ_2 .

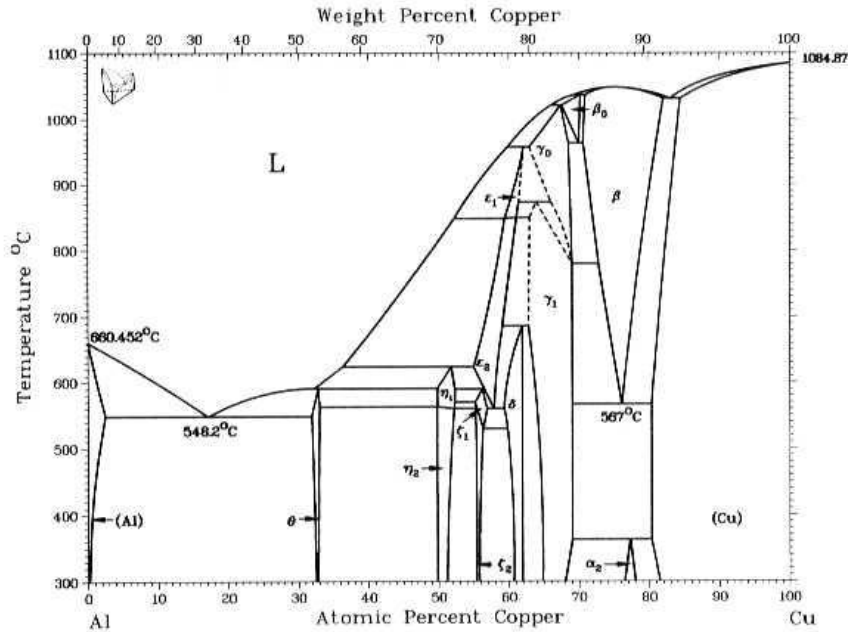


Figura 1.12 Diagrama de Fases Cu-Al

1.4.2 Efectos de los elementos Aleantes en el sistema Cu-Al

Las propiedades de memoria de forma de los sistemas base Cu-Al son muy sensibles a los elementos aleantes; esta ventaja puede ser aprovechada para las aplicaciones de estos materiales. Al agregar elementos aleantes al sistema Cu-Al, se modificarán las temperaturas críticas de transformación; esto es de gran ayuda para optimizar la estabilidad térmica manteniendo o mejorando, en algunos casos, sus propiedades de memoria de forma. La transformación martensítica en sistemas base Cu-Al se caracteriza por un cambio de estructura cristalina del tipo cúbica centrada en el cuerpo a un tipo romboedral, ortorrómbico o monoclinico como se describió anteriormente.

A altas temperaturas la fase β es una estructura cúbica centrada en el cuerpo; disminuyendo las temperaturas del material, la estructura cambia por medio del mecanismo de deslizamiento en donde hay una transición de orden pasando una superred del tipo DO_3 a los arreglos arriba mencionados [8].

Las estructuras de martensita en las aleaciones Cu-Al tienen órdenes de apilamiento del tipo: 3R, 9R (o 18R dependiendo del estado del orden) y 2H el cual corresponde a α' , β' , y γ' respectivamente como se reporta en varios trabajos [7,15,16,17,18,19,20].

Dependiendo del tipo de elemento aleante será el efecto que se tenga, los cuales van desde un refinamiento de grano de la aleación, la supresión de la aparición de alguna fase, etc. Ejemplo de ello es el Ni, que al ser agregado en la aleación Cu-Al disminuye la tendencia de la aparición de la

fase γ_2 , la cual se caracteriza por aparecer en los límites de grano de la aleación, además de fragilizar el material [9]. La adición del Mn dentro de la aleación Cu-Al, tiene como objetivo estabilizar la fase β a bajos contenidos de Al [21]. Otro elemento emplea en el sistema Cu-Al es el Be. Este elemento usualmente se utiliza en pequeñas cantidades como un agente que disminuye las temperaturas críticas de transformación (M_s y M_f), sin cambios en la estabilidad de la fase β [22].

Tabla 1.1 Elementos aleantes Cu-Al-X

Elemento Aleante para Cu-Al-X	Efectos
Ni	Inhibidor de la fase γ_2 .
Be	Reduce la temperatura de transformación.
Mn	Refinamiento de grano y estabiliza la fase β .

1.4.3 Aleación Cu-Al-Ni

Como se mencionó anteriormente la aleación Cu-Al-Ni pertenece al grupo de materiales inteligentes; caracterizados por poseer propiedades con memoria de forma. Como se observó con anterioridad el EMF en este tipo de materiales es producido por el tipo de transformación martensítica (displaciva), cabe destacar que para poder controlar la transformación en esta aleación es necesario el poder manipular las temperaturas críticas a las que se lleva a cabo (M_s , M_f) por medio de la composición química de material.

En la actualidad existen varios trabajos donde se presentan expresiones que sirven para estimar las temperaturas críticas de transformación este tipo de aleación. La mayoría de este tipo de expresiones se obtuvieron de manera experimental y en su mayoría ofrecen buenas aproximaciones a las temperaturas críticas reales. Es importante destacar que la más aceptada de este tipo de expresiones es la publicada por Recarte et al. [6]. A continuación se muestra la expresión de Recarte para calcular la M_s del sistema Cu-Al-Ni empleando los porcentajes de cada elemento en peso.

$$M_s(^{\circ} C) = 2433 - 169.6 * Al_{\% \text{ peso}} - 19.1 * Ni_{\% \text{ peso}} \quad 1.6$$

Esta expresión nos permite conocer de forma sencilla la temperatura de transición, que hay de una fase sólida a otra. En este caso es de austenita a martensita. Se puede observar en la Ecuación 1.6 que la M_s es dependiente del porcentaje en peso del Al y del Ni; así mismo, es fácil observar que el porcentaje de Al tiene una mayor repercusión en cuanto a la disminución de la M_s en

comparación con el Ni. Por lo cual si se desea tener una temperatura crítica cercana a la del medio ambiente se tendrá una aleación con un alto contenido de Al.

La aleación Cu-Al-Ni se caracteriza por ser un material muy frágil debido a que este tipo de aleación presenta granos grandes, por lo que es necesario la búsqueda de nuevas formas para refinar disminuir la fragilidad del material. Algunas alternativas van desde procesos de conformado, aleación de elementos, metalurgia de polvos, etc.

Dentro de las alternativas arriba mencionadas, una de las más comunes es el empleo de dopantes; entre los cuales destacan: Ti, Mn, B como se puede ver en la tabla 1.2. Con ellos se ha conseguido refinar significativamente el tamaño de grano; por lo cual, se mejoraron las propiedades mecánicas de la aleación. Los dopantes no sólo cambian las propiedades mecánicas de la aleación base, sino que también afectan sus temperaturas críticas, aumentándolas o disminuyéndolas; esto último va de la mano con la aplicación que se tenga para dicho material [7,17].

Los tratamientos térmicos aplicados al Cu-Al-Ni son básicamente: homogenizado y tratamiento térmico en donde se intenta estabilizar la fase β + Al-Ni, a este tratamiento térmico por conveniencia se le llama betatizado. Estos procesos para el Cu-Al-Ni consisten en someter al material a alta temperatura durante cierto periodo de tiempo. El homogenizado puede ser aplicado al material a una temperatura de entre 850-900°C durante un periodo de 12hrs o más dependiendo del tamaño de la muestra, posteriormente se enfría en agua a una temperatura de entre 0-100°C. El betatizado consiste en calentar a la muestra para llevarla a su fase β , regularmente se eleva al material a temperaturas de entre 800-900°C durante periodos que van de 15-20 min aproximadamente y finalmente enfriados en agua a temperatura de 0-100°C.

Se utilizan más tipos de tratamientos térmicos como son: recocido, envejecimiento. Los cuales tienen como objetivo el cambio de sus propiedades mecánicas mediante la formación de precipitados o aparición de diferentes fases [6,23].

Una posibilidad para modificar las propiedades mecánicas de este tipo de aleaciones es mediante procesos de conformado. Dentro de los más empleados tenemos a la extrusión y el laminado en caliente. Otra alternativa para modificar dichas propiedades, es agregar elementos aleantes que modifiquen la microestructura del material como se puede apreciar en la tabla 1.2. Una tercera opción es texturizar el material mediante procesos termomecánicos dando una dirección preferencial a las microestructura del material.

Tabla 1.2 Elementos Aleantes Cu-Al-Ni-X

Elemento Aleante para Cu-Al-Ni-X	Efectos
B	Refinador de grano
Ti	Refinador de grano
Mn	Refinador de grano y ductiliza al material [24].

1.5 Estado del Arte en el sistema Cu-Al-Ni

En esta sección se presentan los estudios más relevantes para el sistema Cu-Al-Ni; esta revisión comprende estudios que van desde la síntesis hasta la caracterización micro-estructural, térmica y mecánica para dicho sistema y algunas de sus variantes.

En los años de 1950 cuando el mundo científico estaba en búsqueda de materiales con memoria de forma, que fuesen menos costosos que los que son basados en Au y Cd, se encontró con la aleación NiTi, la cual tenía mejores propiedades de memoria de forma y su costo era menor, pero seguía siendo costoso trabajar con este tipo de materiales, por lo cual se recurrió a buscar nuevas aleaciones que presentaran estas propiedades; así que se comenzó a trabajar con aleaciones base Cu, siendo materiales que también presentaban propiedades de memoria de forma. Pero aun había un problema, las aleaciones base Cu eran más frágiles que las aleaciones NiTi, a pesar de ser menos costosos, por lo que se buscó mejorar sus propiedades aumentando el número de elementos en la aleación y así es como surgieron las aleaciones Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al, etc. [25].

En 2001 Recarte et al. estudió la influencia de la concentración de Al y Ni en la transformación martensítica en la aleaciones de Cu-Al-Ni. En este trabajo se compararon varias de las expresiones experimentales encontradas para el cálculo de la temperatura crítica M_s , además de presentar un análisis térmico y teórico para la obtención de una nueva expresión, más precisa, con la cual es posible obtener mejores resultados para la aproximación de la temperatura crítica M_s en dicho sistema [6].

En el 2002 Pelosin y Riviere realizaron estudios sobre la evolución estructural a alta temperatura mediante Difracción de Rayos X del sistema Cu-Al-Ni. En esta investigación realizaron análisis de rayos x de la muestra 12% en peso de Al, 3% en peso de Ni a diferentes temperaturas con el propósito de obtener los picos representativos de las fases que se pudieran presentar en el material como función de dependiendo de la temperatura. A continuación se muestran los difractogramas obtenidos en dicha investigación a la que se encontrara la muestra [26]. En la figura 1.14 se observan los picos correspondientes a la fase γ_2 a temperatura ambiente; sin embargo, cuando se eleva la temperatura es posible observar la desaparición de las fases α y γ_2 así como el crecimiento de beta. Este estudio reveló que no es posible obtener la fase beta a temperatura ambiente bajo esa composición [26].

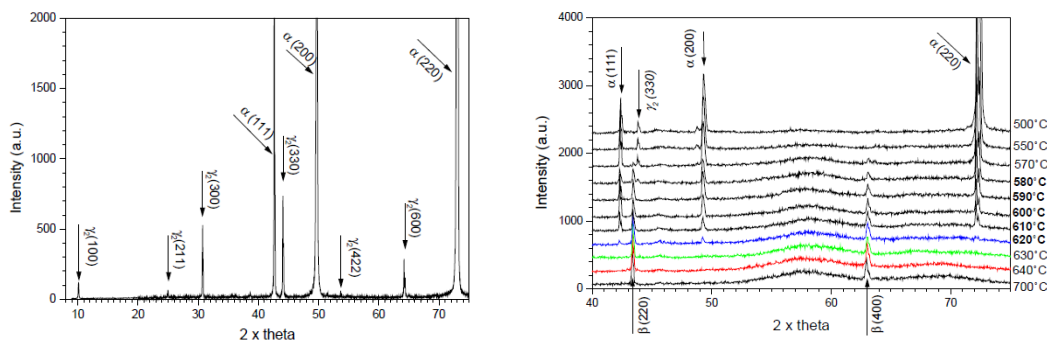


Figura 1.13 Difractogramas de Cu-Al-Ni a diferentes temperaturas [26].

En el 2004 Gastien et al. presentó un trabajo en donde se muestran los aspectos termodinámicos de la transformación martensítica en un monocristal. En él se obtuvo una aleación con la siguiente composición: 14.3 porcentaje en peso de Al, 4.1 porcentaje en peso de Ni. En dicho sistema se estudió el efecto pseudoelástico del material bajo tensión para diferentes temperaturas por encima de la M_s . Gastien et al. observó la máxima histéresis a 294K cerca de los 4MPa en presencia de una transición de fases entre $\beta \leftrightarrow \beta'$. Es claro que en esta investigación el uso de una mayor cantidad de aluminio permitió obtener la fase beta a temperatura ambiente para la primera aleación su M_s fue de 227K. Para temperaturas cercanas de 268K el ancho de histéresis incrementa gradualmente conforme la temperatura disminuye. Este comportamiento se puede atribuir al cambio de fase de $\beta \leftrightarrow \beta' + \gamma'$. Las transformaciones que se encuentran por debajo de 266K, a lo largo de la histéresis es obtenida y eventualmente no hay una retransformación después de haber retirado la carga, indicando que la transformación $\beta \rightarrow \gamma'$ es inducida. Se obtuvieron las entalpías y las entropías para las muestras trabajadas, además se hicieron comparaciones con trabajos anteriormente realizados, con los cuales se tuvo una discrepancia en las entalpías pero se concuerda con los valores obtenidos para las entropías [27].

En 2005 Ugur Sari et al. realizaron estudios sobre las formas de apilamiento 2H y 18R presentes en el sistema Cu-Al-Ni para una aleación con 11.92 porcentaje en peso de Al, 3.78 porcentaje en peso de Ni y el resto es Cu. Ellos encontraron mediante análisis de Microscopía electrónica por transmisión (TEM por sus siglas en ingles) y Microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en ingles) que en la aleación aparecen dos tipos de martensita diferentes (β' , γ'), los cuales dependen del tratamiento térmico aplicado. La martensita del tipo β' (18R) aparece de la forma típica en zig-zag, mientras que γ' presenta un arreglo grueso de acomodamiento de las martensitas. Mediante TEM, encontraron algunos planos representativos para estas martensitas como son: (600), (0018), (2010) [28].

En 2007 Seung Yang et al. presentaron un análisis sobre la evolución Microestructural en Cu-Al-Ni al someterlo al envejecimiento. En este trabajo se hizo un análisis térmico (DSC) de la aleación con composiciones 13.5 porcentaje en peso de Al, 4.5 porcentaje en masa de Ni, esto se hizo con la intención de poder observar el comportamiento térmico, que va adquiriendo el material al ser envejecido a temperaturas de entre 300°C y 100°C, además de ver las fases presentes en el material provocadas por el proceso de envejecimiento, las fases que se presentaron por envejecimiento a 300°C durante 24hrs fueron α y γ_2 [29].

Graczykowski et al. estudiaron las propiedades elásticas del Cu-Al-Ni mediante un análisis mecánico dinámico en 2009., En dicho estudio el material fue sometido a esfuerzos cíclicos mediante una prueba de amortiguamiento (damping); con los estudios realizados fue posible determinar el módulo de almacenamiento además de la repercusión que transmite la fricción interna del material hacia las temperaturas críticas, las cuales cambiaron de tal manera que los rangos de transformación aumentaron [30].

En 2010 Ugur Sari reportó la influencia del 2.5% en peso de Mn sobre la estructura cristalina y las propiedades mecánicas del sistema Cu-Al-Ni, en donde se hace un estudio con las siguientes composiciones del sistema: 11.9% en peso de Al, 3.8% en peso de Ni, para el segundo sistema:

11.6% en peso de Al, 3.9% en peso de Ni y 2.5% en peso de Mn. El promedio del tamaño de grano para la aleación Cu-Al-Ni fue de 1400 μm , mientras que el promedio del tamaño de grano para la aleación aleada fue de 350 μm , con lo cual se puede observar la reducción del tamaño de grano con la adición de Mn en la aleación en un promedio de un 75%, además de encontrar una estabilización de la fase β . La influencia del Mn en la parte mecánica se vio reflejada con una disminución en cuanto al esfuerzo de cedencia; por otro lado, aumentó el porcentaje de deformación que puede resistir el material [24].

En 2013 J.F. Gómez-Cortés et al. reportaron la síntesis y caracterización de Cu-Al-Ni mediante, la evaporación por haz de electrones sobre laminillas de aleaciones de silicio (Si_3N_4 , SiO_2). Con este método J.F. Gómez-Cortés logro el crecimiento de laminillas de Cu-Al-Ni. Al aplicar los tratamientos térmicos a sus aleaciones, notaron que se llevaba a cabo el fenómeno de difusión reflejados en los análisis de EDS y notar la presencia de Si en su aleación, por medio del MEB observo en donde se situaba el silicio dentro de la aleación.

Con el método de evaporación por haz de electrones es una forma de reproducir varias veces películas delgadas de la aleación Cu-Al-Ni, por medio de este proceso las aleaciones Cu-Al-Ni siguen reflejando el comportamiento típico de las AMF[31].

A pesar de existir una gran cantidad de estudios en cuanto al sistema Cu-Al-Ni teóricos y experimentales; nadie ha reportado la influencia que tienen en conjunto el Mn y Nb sobre la estructura cristalina, propiedades térmicas y mecánicas del sistema Cu-Al-Ni.

Es por eso que el objetivo de este trabajo es estudiar la influencia del Mn y Nb sobre la estructura cristalina así como en las propiedades térmicas y mecánicas de Cu-Al-Ni. Con lo anterior se busca obtener una mejor aleación mediante el refinamiento de grano; de tal manera que se inhiba el crecimiento de fases frágiles aumentando así resistencia mecánica y ductilidad al material.

2 Metodología Experimental

2.1 Fabricación y Elaboración de la Aleación Base Cu-Al-Ni-x

En este capítulo se presenta el desarrollo experimental de la producción de las aleaciones base Cu-Al-Ni; así mismo, se muestra con detalle la preparación de las muestras para cada técnica de caracterización empleada. Por otro lado se definió, como aleación base, al sistema Cu-14Al-XNi a temperatura ambiente; a partir de este sistema, se obtuvieron tres aleaciones variando el contenido de Ni en 3, 4 y 5% en masa. De estas tres aleaciones se seleccionó la aleación que presentó fase $L2_1$ únicamente. Se retomó dicha aleación para mejorar sus propiedades mecánicas mediante el uso de aleantes. Dentro de los aleantes tenemos al Mn y al Nb; estos elementos actuaron como refinadores de grano en las nuevas aleaciones microaleadas en este trabajo. En las siguientes subsecciones se presentarán los detalles de los métodos de fabricación caracterización de las aleaciones base y microaleadas.

2.1.1 Fabricación de Aleaciones base Cu-Al-Ni

Los porcentajes en masa de los elementos con los que se elaboraron las aleaciones, fueron calculados tomando en cuenta la temperatura crítica de transformación (M_s). Con lo anterior se definieron los porcentajes en peso para el Al y Ni por medio la expresión obtenida por Recarte et al. $M_s(^{\circ} C) = 2433 - 169.6 * \text{pct Al} - 19.1 * \text{pct Ni (masa pct)}$

2.1 mostrada en la ecuación 2.1 El criterio principal fue obtener una aleación Cu-Al-Ni en fase β_3 a temperatura ambiente. Es por ello que 3 4 y 5% en peso de Níquel fueron empleados [6].

$$M_s(^{\circ} C) = 2433 - 169.6 * \text{pct Al} - 19.1 * \text{pct Ni (masa pct)} \quad 2.1$$

Las composiciones se eligieron basándose en las temperaturas críticas teóricas, las cuales se situaban por debajo de la temperatura ambiente, es decir que se encuentran en una fase primitiva diferente a la martensita (β_3), como ya fue mencionado anteriormente. Con la expresión de Recarte et al [6]. es sencillo realizar cálculo en donde se aprecia la influencia del contenido del Ni dejando fijo el porcentaje en masa del aluminio (14% en masa).

A continuación se presenta, en la Figura 2.1, una gráfica M_s vs. % en masa de níquel en donde es claro que adicionar pequeñas cantidades de níquel modificando significativamente la temperatura crítica de transformación a la cual inicia la transformación de fase de recta.

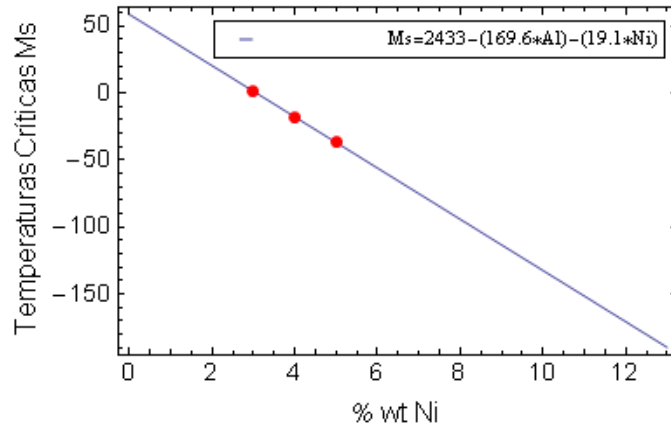


Figura 2.1 Grafica de Temperaturas criticas Ms como función del contenido de Níquel

Tabla 2.1 Temperaturas críticas de inicio de la transformación martensíticas (M_s) calculadas con la expresión de Recarte et al.

Tabla 2.1

Etiqueta	Cu % masa	Al % masa	Ni % masa	M_s [°C] Teóricas
C3	83	14	3	1.3
C4	82	14	4	-17.8
C5	81	14	5	-36.9

Las composiciones seleccionadas para la producción de las muestras se pueden observar en las Tabla 2.1 y Tabla 2.2. Las composiciones seleccionadas se encuentran resaltadas como puntos de color rojo sobre la curva M_s vs % Ni de la Figura 2.1. Una vez definido el porcentaje en peso de cada elemento se procedió a la elaboración de las aleaciones. Para lo anterior se utilizaron cobre, aluminio y níquel cuyos niveles de pureza se pueden ver en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Pureza de los materiales

Pureza de los Materiales								
Elemento	Ag %	Al %	Ca %	Cu %	Cr %	Fe %	Mg %	Mn %
Ni	-	0.003	0.001	0.0004	0.003	0.158	-	0.001
Al	-	98.853	0.002	0.012	0.001	0.371	0.001	0.571
Cu	0.0188	-	0.009	99.9072	-	0.004	-	-

2.1.2 Fabricación de Aleaciones Cu-Al-Ni-X

Para seleccionar los elementos aleantes, se recurrió a la literatura en donde se realizó una búsqueda sobre los principales elementos aleantes del sistema Cu-Al-Ni-x y sus principales efectos como se mostró en la Tabla 1.2. El uso del Manganeseo como elemento aleante mejora la ductilidad y refina el tamaño de grano de la aleación Cu-Al-Ni; además influye en la microestructura del material y modifica las temperaturas de transformación [19]). Debido a lo anterior, se optó por utilizar este elemento como aleante principal [19]. Como segundo elemento refinador se optó por utilizar Niobio ya que de igual manera esta reportado como agente refinador de grano; De hecho, el Nb fue utilizado en aleaciones de Cu-Al-Be en donde reportan buenos resultados en el refinamiento de grano de esta aleación [32].

Con la suma de estos dos elementos se buscó maximizar el refinamiento de grano, lo cual permitiría tener una mejora en cuanto a las propiedades mecánicas de la aleación. En la Tabla 2.3 se presentan las composiciones elaboradas en este trabajo de investigación.

Tabla 2.3 Elementos de la aleación.

Etiqueta	Cu % masa	Al % masa	Ni % masa	Mn % masa	Nb % masa
C2Mn	79	14	5	2	-
CNb	78	14	5	2	1
CNb01	79.9	14	5	1	0.1

2.2 Fusión de las Aleaciones

Las fundiciones se realizaron en un horno de inducción Leybold-Heraeus, en el cual es posible controlar la atmósfera (mediante un compresor con el cual se puede introducir un gas inerte (argón) dentro de la cámara del horno) En este caso se utilizó argón de alta pureza que tiene como objetivo inhibir la oxidación y evitar cambios en la composición química.

2.2.1 Sistema Cu-Al-Ni

Para preparar las aleaciones C3, C4 y C5 fue necesario cortar el cobre, aluminio y níquel en fragmentos pequeños. De tal manera que los porcentajes en peso definidos se pesaran con exactitud en una balanza digital (Mettler PM4000, precisión de 0.01g) buscando tener las proporciones correspondientes de cada elemento.

Los elementos de cada aleación se colocaron en el interior de un crisol de grafito para fundirlos. Éstos fueron colocados de tal manera que los elementos más pesados estuviesen arriba para que en el momento de la fundición la mezcla de los materiales produjese una aleación homogénea. Después de haber preparado el crisol, se introdujo dentro del horno; posteriormente se procedió a hacer vacío, inyectando argón en tres ocasiones. Las purgas realizadas permitieron obtener una atmósfera de argón lo suficientemente pura para realizar la fundición. Una vez obtenida la atmósfera deseada, se fundió el material a 1300 °C mediante el horno de inducción. Una vez alcanzada la fusión de elementos se retira el crisol del horno y se vertió en una lingotera de hierro colado, consiguiendo lingotes de 350 gr para cada sistema.

2.2.2. Cu-Al-Ni-X

Utilizando como base de estudio la aleación C5, a partir de la cual fue dopada de tres maneras distintas para generar tres lingotes con diferentes composiciones las cuales son: Cu 14 % Al- 5% Ni-2% Mn (en peso), Cu 14 % Al- 5% Ni-2% Mn-1%Nb (en peso), Cu 14 % Al- 5% Ni-% Mn-0.1%Nb (porcentaje en peso)

Para la obtención de las aleaciones que fueron dopadas con Nb fue necesaria la generación de aleaciones maestras, las cuales consistieron en la unión de las aleaciones: Cu 14 % Al- 5% Ni-2% Mn, Cu 14 % Al- 5% Ni-1% Mn, a las cuales se les adicionó 1% de Nb y 0.1% en peso de Nb respectivamente, lo cual se hizo, por medio de diez botones que fueron fundidos en un horno de arco eléctrico, con el cual se puede alcanzar la temperatura necesaria para fundir al Nb.

Una vez obtenidos los botones de las aleaciones maestras, fueron refundidos con el restante del material perteneciente a la aleación correspondiente. Cabe destacar que las aleaciones maestras se tuvieron que hacer en un horno de arco eléctrico que alcanza temperaturas mayores a los 3400°C y así poder fundir el Nb. Este paso intermedio permitió bajar el punto de fusión del Nb (2485°C) y así poder fundir las ligas creadas para las aleaciones CNb y CNb01 en el horno de inducción. De esta manera fue posible alea este nuevo sistema.

Diagrama de Síntesis de las Aleaciones

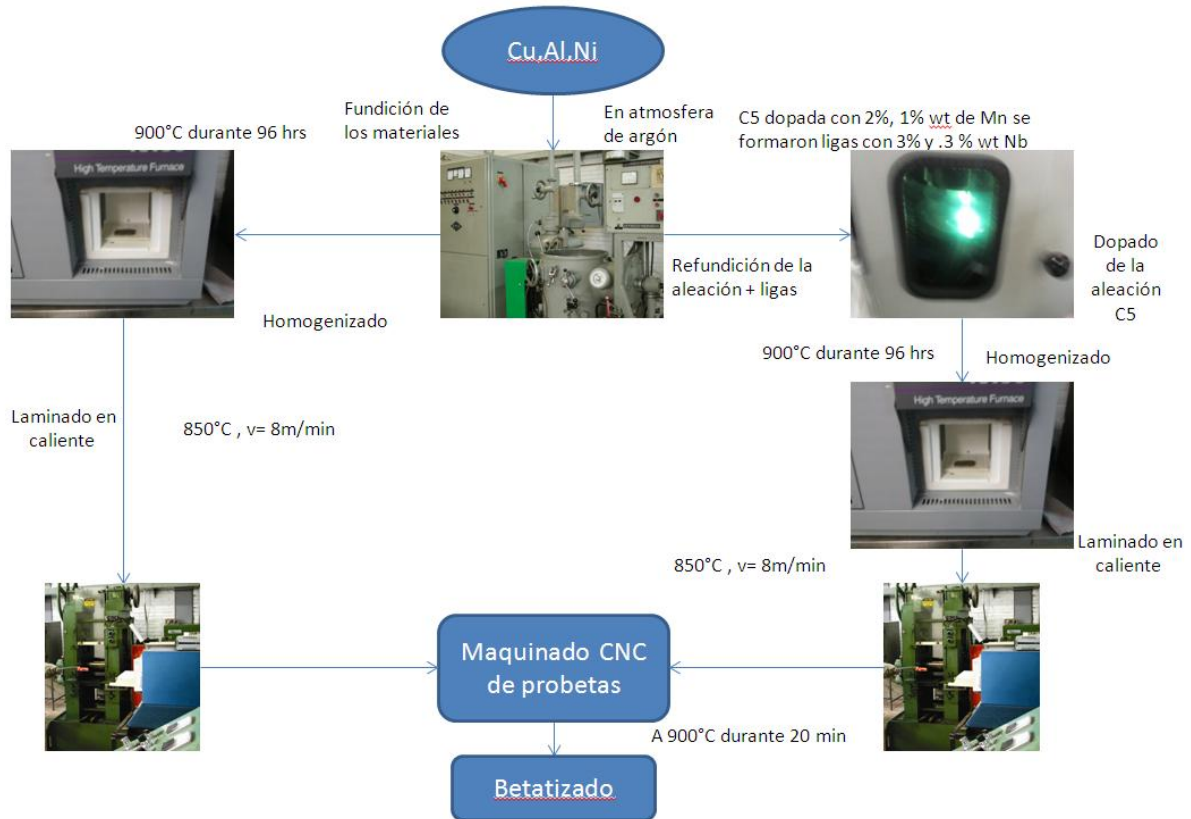


Figura 2.2 Diagrama experimental

2.3 Tratamientos Termomecánicos

Una vez obtenidas las aleaciones, se aplicaron una serie de tratamientos térmicos y mecánicos. Dentro de los térmicos tenemos al homogenizado y tratamiento térmico (que consiste en elevar al material a la temperatura en la que coexisten la fase $\beta + AlNi$, manteniéndolo a esa temperatura por determinado tiempo para posteriormente ser enfriado súbitamente), en los cuales se llevo un enfriamiento rápido con agua a temperatura ambiente mientras que dentro de los mecánicos se aplicaron laminado en caliente. En las siguientes subsecciones se describirán los detalles y parámetros empleados en cada uno de ellos.

2.3.1 Homogenizado

El homogeneizado es un proceso térmico con el cual se busca la uniformidad en las fases existentes en el material. Las aleaciones fueron sometidas al tratamiento térmico de homogenizado, el cual consistió en llevar al material a una temperatura de 900°C por un periodo de tiempo de 96 horas, posteriormente fueron templados en agua a temperatura ambiente como se puede ver en la Figura 2.3[6,23]. Los lingotes homogenizados fueron cortados en rectángulos de 7 x 4 cm para posteriormente laminarlos en caliente.

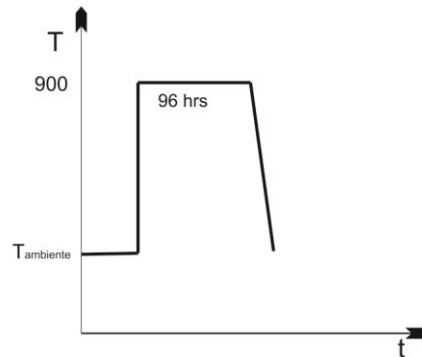


Figura 2.3 Tratamiento de Homogenizado

2.3.2 Laminado en caliente

De acuerdo a lo reportado en la literatura, el sistema Cu-Al-Ni presenta fases frágiles por lo tanto tiene que ser laminado en caliente. Este proceso consistió en elevar la temperatura del material hasta 850°C permaneciendo a esa temperatura un tiempo de 15 min entre cada paso; la velocidad de laminación inicial fue de 8 m/min hasta alcanzar aproximadamente el 50% de deformación. De aquí en adelante fue necesario incrementar la velocidad de laminación a 10 m/min. Así se logró evitar la disminución súbita de la temperatura del material provocada por el contacto entre rodillos y el cambio en dimensiones provocando una mayor superficie de contacto con el ambiente. El propósito de laminar las aleaciones fue refinar el tamaño de grano de ellas.

Para llevar a cabo este proceso se utilizó una laminadora marca Fenn Emca y una mufla (Thermolyne 1500). El porcentaje de deformación acumulado fue aproximadamente del 20% por paso como se puede ver en la tabla 2.3.

Tabla 2.4 Deformación

<i>% de Deformación</i>	<i>No. De Pasos</i>
11.24	1
31.32	2
55.23	3
70.93	4
90.70	5
111.56	6
134.91	7

2.3.3 Templado

El templado consiste en calentar la muestra entre 850-900°C, con lo que se provoca que el material alcance su fase “ β ”. Esta temperatura se mantiene constante durante 20 minutos . Esto garantiza que todo el material alcance el equilibrio de dicha fase. Posteriormente, se da un templado el cual se realizó en agua a temperatura ambiente. El objetivo de este tratamiento es acentuar las propiedades de memoria de forma y ayudar a preservar la fase β a temperatura ambiente si la composición lo permite. En la figura 2.5 se puede apreciar el esquema del tratamiento térmico conocido como betatizado [6,23].

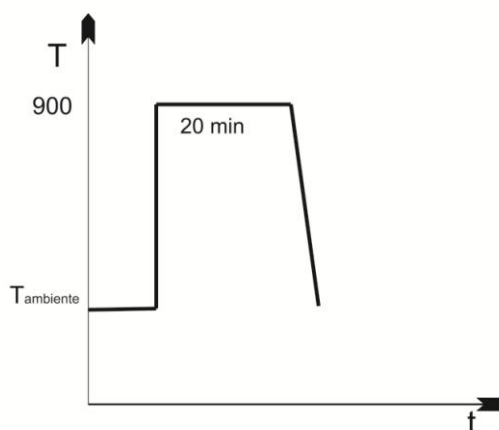


Figura 2.4 Tratamiento de Betatizado para el CuAlNi [33]

2.4 Caracterización Microestructural y Térmica

Las muestras se caracterizaron microestructuralmente mediante las técnicas de Microscopía Óptica (MO), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y térmicamente mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB), además de ser caracterizadas mecánicamente por medio de ensayos de tracción. A continuación se muestra una breve descripción de las técnicas utilizadas para la caracterización del material; así mismo, se dan detalles de la preparación que requirieron las muestras para cada técnica empleada en su caracterización.

2.4.1 Microscopía Óptica

En este trabajo se empleó la metalografía y la microscopía óptica para identificar, visualmente las fases existentes en las aleaciones así como determinar el tamaño de grano para cada sistema estudiado.

2.4.1.1 Metalografía

Las muestras que se utilizaron para metalografía fueron sometidas a un desbaste por medio de lijas de carburo de silicio de la marca fandeli. Las denominaciones de las lijas empleadas fueron 400, 600, 1200, 1500, 2000 (donde los números más grandes corresponden a lijas de grano más fino); posteriormente, se sometieron a un pulido fino con un paño y alúmina (leco) cuyo tamaño de partícula fue de 5 μm . Con lo anterior se alcanzó un acabado espejo. Una vez pulidas las muestras se atacaron con una solución 3 g FeCl, 95 ml C_2H_6O y 2 ml HCl; ésta reveló el grano de las aleaciones, además de mostrar claramente al microscopio óptico, las fases presentes en las muestras.

2.4.1.2 Microscopía Óptica

El principio del microscopio óptico está basado en la reflexión de la luz, la cual es dirigida a una región de la muestra que se desea estudiar; dependiendo de las características de la muestra, la luz se difractará de distinta manera; esto último definirá el empleo de campo claro o un campo oscuro durante la observación por microscopía óptica.

Las muestras, que fueron sometidas a la microscopía óptica, se les tomo fotografías con aumentos de 5,10 y 20 magnificaciones con la intención de tener un mejor panorama de las fases existentes en el material; además de tener la información suficiente para realizar la cuantificación del tamaño de grano existente en las aleaciones.

2.4.2 Difracción de Rayos X

La difracción de rayos x consiste en lanzar un haz de electrones a altas energías, con una pequeña longitud de onda. El haz tiene como objetivo pasar entre los planos atómicos, para ser difractado por los átomos. Una vez que se ha difractado el haz de electrones, ocurre un efecto de interferencia constructiva o destructiva, en el caso de la interferencia constructiva, será posible obtener una medición que corresponda a una familia de planos cristalográficos.

Esto es posible gracias a la ley de Bragg, la cual enuncia que “ n ” veces “ λ ” es igual a dos veces la distancia interplanar (d_{hkl}) por el seno del ángulo de difracción.

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}\theta \quad 2.2$$

En donde “ n ” es el orden de difracción, λ es la longitud de onda y ϑ es el ángulo de difracción.

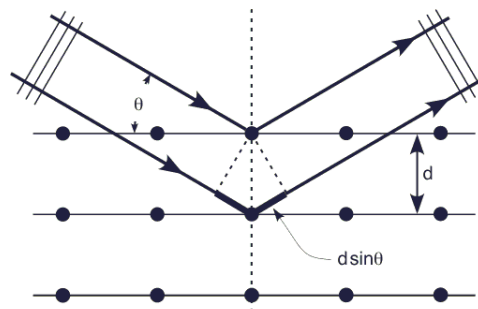


Figura 2.5 Esquema de Difracción de rayos x

Las muestras de difracción de rayos x fueron desbastadas con lijas de diferentes grados, desde el menor grado hasta el más alto, de la misma manera que se efectuó para la prueba anterior desbastando siempre en direcciones perpendiculares con respecto al paso anterior, finalmente se pulieron sin llegar a obtener un acabado a espejo. Los análisis se hicieron utilizando una longitud de onda de $K\alpha$ del Cu ($\lambda=1.42$), aplicando un barrido en 2θ que va desde 15° hasta 120° con incrementos de 0.017° mediante el difractómetro de rayos x Druker D8.

Por medio de este método se pretende conocer, las familias de planos cristalográficos pertenecientes a cada una de las fases presentes en el material. Además de identificar los posibles tipos de martensita.

2.4.3 Microscopia Electrónica de Barrido

Para someter las muestras a esta prueba fue necesario pulirlas con un acabado a espejo descrito en la sección de metalografía; posteriormente, se atacó la mitad de cada una de las muestras por medio de la solución descrita anteriormente para revelar el grano. Con lo que se pretendía ver en de qué forma se habían situado los elementos aleantes (Nb y Mn), verificando de esta manera si

se estaban formando precipitados en los límites de grano o dentro del grano formando alguna fase sólida con los otros materiales.

Con este análisis se pretende tener un mejor panorama de las fases presentes en el material; por otro lado también es importante la posibilidad que ofrece de hacer análisis químicos puntuales (EDS), con ello se puede conocer la estequiometría del material. Para realizar la microscopía electrónica de barrido (MEB) se utilizó un equipo Jeol JSM-7600F.



Figura 2.6 Microscopio Electrónico de Barrido

2.4.4 Calorimetría Diferencial de Barrido

Las muestras para la prueba de CDB fueron preparadas de la siguiente manera: primero se cortaron muestras de un tamaño adecuado para entrar en el porta-muestra del equipo de CDB; posteriormente, se desbastaron hasta dejar una cara plana y por último se sometieron a un betatizado.

Las muestras fueron sometidas a la prueba de calorimetría diferencial de barrido, en donde se les sometió a incrementos de temperatura de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ de -80°C hasta 120°C , con el cual las muestras aumentan su temperatura hasta alcanzar el cambio de fase en estado sólido, mediante la CDB se busca encontrar la temperatura a la que se producen los cambios de fases, además de poder calcular las histéresis de la transformación para cada una de las aleaciones.

Se empleó la técnica de CDB para medir temperaturas críticas de transformación de la aleación y conocer la temperatura en la cual se lleva a cabo el cambio de fase en estado sólido. Esto se lleva a cabo por medio de la medición de los cambios entálpicos en el material.

En donde la histéresis es el rango de temperaturas, el cual está dado como la diferencia de temperaturas medidas desde el 50% de la transformación de austenita a martensita – 50% de martensita a austenita.

La entalpia es la cantidad de energía que el material es capaz de ceder y absorber; esta se puede determinar como el área comprendida en los picos endotérmico y exotérmico de la curva de CDB.



Figura 2.7 Calorímetro Diferencial de Barrido

La siguiente figura muestra en donde se localizan las temperaturas críticas de transformación de las aleaciones, así como la dirección del flujo de calor.

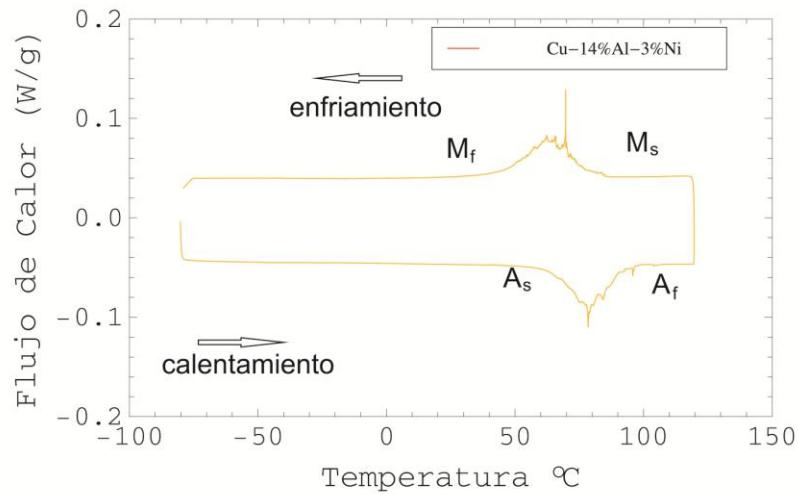


Figura 2.8 CDB tipo

2.5 Caracterización Mecánica

2.5.1 Pruebas mecánicas

La prueba mecánica a las que se sometieron las muestras (probetas) fue tensión uniaxial, con esta prueba se pueden determinar diversas variables de los materiales. Entre los cuales destacan: modulo elástico, esfuerzo de cedencia, esfuerzo ultimo a la ruptura y en el caso de estos materiales en posible obtener el esfuerzo crítico de la transformación.

Para las pruebas mecánicas se necesita que el material tenga una geometría particular, para ello fue necesario que se maquinaran probetas del tamaño mostrado en la Figura 2.9 Esta geometría se basó en la norma ASTM E8. Las cuales se pulieron hasta obtener un acabado a espejo

posteriormente se atacaron para revelar el grano como se describe en la sección 2.4.1.1. Se tomaron las medidas de la probeta (espesor, ancho), para obtener el área de la sección transversal. Después fueron instrumentadas con galgas del tipo: EA-09-062AQ-350, en donde EA es una de nominación para un tipo de galga de aplicación general, 09 corresponde al tipo de material donde se va a pegar la galga, en este caso Cu; 062AQ indica geometría de la galga (dimensiones, tipo de malla y la sensibilidad para medir los gradientes de tensión); finalmente número 350 corresponde a la resistencia nominal de la galga. Otro parámetro importante es el factor de galga, el cual fue 2.08 para las galgas empleadas en los experimentos. Las galgas fueron pegadas e instrumentadas de acuerdo al procedimiento indicado por el fabricante (Vishay Micromeasurements)[34]. Una vez pegadas e instrumentadas las galgas se conectaron a un puente de Wheatstone (modelo P3 de la marca Vishay Micromeasurements). La conexión empleada fue de cuarto de puente; es decir que solo la galga activa es la que realiza la medición de deformación sobre el centro de la probeta durante la prueba de tensión. Las pruebas de tensión se realizaron en una máquina universal de ensayos de tracción Uniaxial MTS modelo 858 minibionix acoplada a su controlador MTS 407.

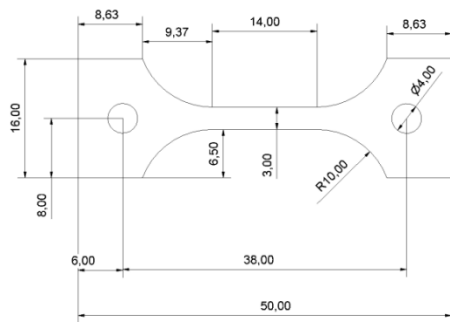


Figura 2.9 Geometría de la Probeta (medidas en [mm]) y Banco de Pruebas Mecánicas

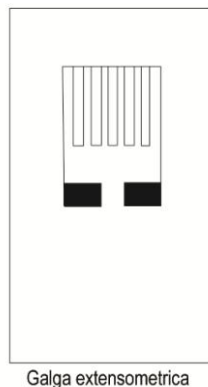


Figura 2.10 Galga extensométrica

Las pruebas mecánicas utilizaron los mismos parámetros en los ensayos de las probetas de tracción. A las probetas se les aplico intervalos de deformación dados por microdeformaciones. Las microdeformaciones se aplicaron en rangos de 200 microdeformaciones² hasta llevar a la fractura la probeta, con cada paso se tomó una fotografía para poder documentar y observar el efecto del cambio de fase mediante esfuerzo en el material.

Además de con ayuda de las fotografías es posible hacer el análisis micromecánico, basado en el método de correlación de imágenes [44,45,46].

Con lo anterior se puede hacer la caracterización micromecánica una vez determinados los campos de desplazamiento mediante el procesamiento de imágenes. Para conocer el campo de deformación es empleado un modelo de seis parámetros donde se los coeficientes de dicho modelo representan las deformaciones en el plano y al movimiento de cuerpo rígido de acuerdo a lo reportado en la literatura [42,45,46,47].

Una vez determinas las deformaciones en el plano, es posible asociar los valores de esfuerzo para cada imagen analizada; por lo tanto, es posible determinar la pendiente entre dichos puntos. La pendiente obtenida puede considerarse como un módulo de Young a nivel micro. En donde σ_f es el esfuerzo ejercido en el momento de la última foto analizada, σ_i es el esfuerzo que se ejerció en el momento de la primera imagen que se analice y ε_{cri} es la deformación resultante por medio del análisis de correlación.

$$E_{micro} = \frac{\sigma_f - \sigma_i}{\varepsilon_{cri}} \quad 2.3$$

El método de correlación de imágenes es una forma de estimar el desplazamiento existente entre punto y punto mediante una secuencia de imágenes. La primera imagen es considerada como una matriz, en la que cada uno de sus elementos es un número natural, en un intervalo de 0 a 255 en una escala de grises, cada uno de estos elementos es considerado como un pixel como se muestra en la Figura 2.11 . La correlación de imágenes se basa en la medición de los desplazamientos, la cual es calculada mediante el flujo óptico existente entre un par de imágenes. El flujo óptico está definido como el aparente movimiento de un patrón ya sea de brillo o de intensidad dentro de la imagen como se ve en la Figura 2.12(desplazamiento de una zona). De esta manera el flujo óptico en la imagen y el desplazamiento real son equivalentes solo si el objeto no cambia su patrón de intensidad en el plano de la imagen, mientras se mueve. El flujo óptico se puede definir como un campo vectorial de dos dimensiones en el que puede ser calculado de una secuencia de imágenes de diversas maneras [3].

² En donde cada micro-deformación corresponde a 0.0001% de deformación.

Las imágenes obtenidas durante la prueba de tensión son analizadas mediante un programa de correlación de imágenes digitales (FlowManager) empleando el algoritmo de Willert y Gharib [35]. Con ayuda del programa se obtiene el campo de desplazamientos entre las imágenes y con ello se calculan las deformaciones, además de ser posible de calcular las propiedades elásticas conociendo el campo de esfuerzos para las imágenes [3].

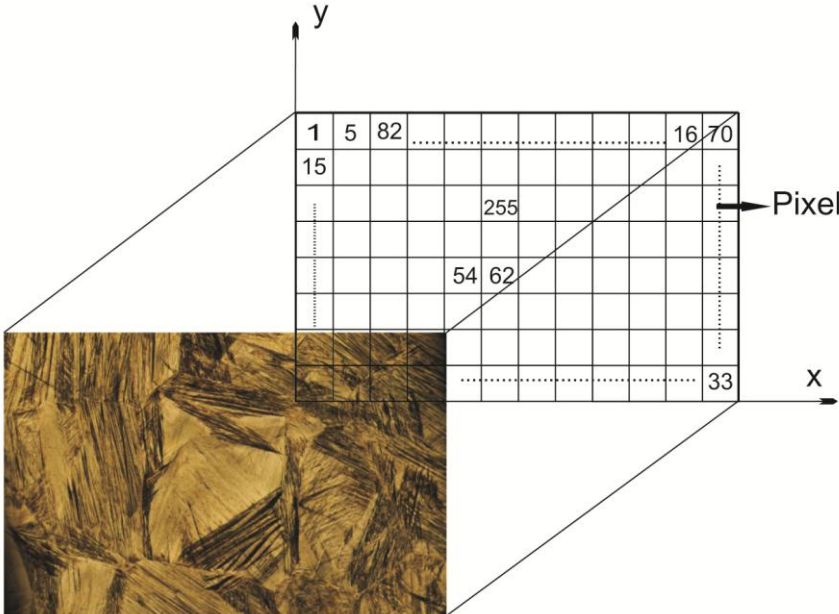


Figura 2.11 Representación de imagen digital

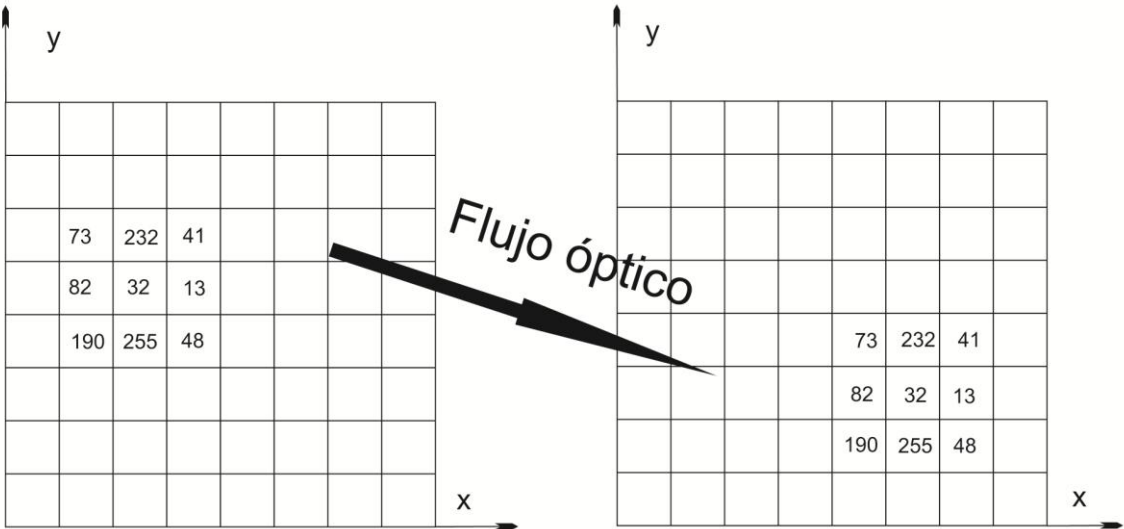


Figura 2.12 Descripción gráfica de flujo óptico.

2.5.2 Campo Hiperbólico

Para calcular las propiedades elásticas del material se supuso al material como un continuo, homogéneo, isótropo, además de ser linealmente elástico en pequeños intervalos donde los esfuerzos y deformaciones son constantes. Sabiendo que $\epsilon_{ij} = \frac{1}{2}(u_{ij} + u_{ji})$ en donde se puede representar para tensión uniaxial y de forma cartesiana de la siguiente manera:

$$\epsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad \epsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} \quad \epsilon_{xy} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) \quad 2.4$$

Al definir que las deformaciones son constantes $\epsilon_{xx} = \epsilon_0$, $\epsilon_{yy} = \epsilon_1$ y $\epsilon_{xy} = \epsilon_2$, además si u y v son funciones que dependen de x y y , se tiene $u = u(x, y)$ y $v = v(x, y)$ al integrar se obtiene el campo de desplazamientos para tensión uniaxial [3].

$$u(x, y) = \epsilon_{xx}x + \epsilon_{xy}y - c_4y + c_3$$

$$v(x, y) = \epsilon_{xy}x - \epsilon_{yy}y + c_4x + c_1 \quad 2.5$$

En donde c_1 , c_4 y c_3 son constantes obtenidas mediante la integración. Dadas las consideraciones anteriores las ecuaciones 2.5 pueden escribirse de la siguiente manera:

$$u(x, y) = \epsilon_0x + \epsilon_2y - \gamma y + \beta_x \quad v(x, y) = \epsilon_{xy}x - \epsilon_{yy}y + \gamma x + \beta_y \quad 2.6$$

Donde β_x y β_y representan el movimiento de traslación en x y y respectivamente, mientras que γ representa un giro. ϵ_{xx} y ϵ_{yy} representan las deformaciones normales a las direcciones x y y mientras que ϵ_{xy} es la representación de las deformaciones cortantes [3].

Se puede ver en las ecuaciones 2.6 se tienen dos ecuaciones con seis incógnitas. El sistema anterior se hace cuadrado tomando tres pares de puntos (x, y) con sus respectivos desplazamientos en u y v más la condición que no sean colineales. El sistema de seis ecuaciones y seis incógnitas se puede descomponer en dos sistemas de tres por tres, puesto que u y v pueden expresarse como funciones lineales e independientes de x y y lo cual es:

$$u(x, y) = A_1x + B_1y + c_1 \quad v(x, y) = A_2x + B_2y + c_2 \quad 2.7$$

A estos sistemas es posible resolverlos por separado para obtener el valor de $\epsilon_{xx} = A_1$, $\epsilon_{yy} = B_2$, $\epsilon_{xy} = \frac{1}{2}(B_1 + A_2)$, $\gamma = \frac{1}{2}(B_1 - A_2)$, $\beta_x = c_1$ y $\beta_y = c_2$

El sistema se indetermina cuando se tienen tres puntos y se debe hacer un reajuste lineal para recuperar los parámetros de deformación, giro y traslación. Para realizar un buen ajuste se utilizan métodos de minimización para que el error δ sea lo más pequeño posible. La Ecuación 2.7 se puede expresar como:

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

En donde $\delta u(x, y)$ y $\delta v(x, y)$ presentaran pequeños errores. La minimización del error expresado por la función ρ^2 esta dada por las siguientes ecuaciones:

$$\rho_u^2 = \sum_{k=1}^n [u_k - (A_1 x_k + B_1 y_k + c_1)]^2 \quad \rho_v^2 = \sum_{k=1}^n [v_k - (A_2 x_k + B_2 y_k + c_2)]^2$$

2.9

En donde n es el número de puntos utilizados para el ajuste; generando 2n número de ecuaciones. Para la determinación de las constantes A_1, B_1 y c_1 y A_2, B_2 y c_2 como se muestra en las siguientes ecuaciones:

$$\begin{pmatrix} A_1 \\ B_1 \\ c_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n x_k^2 & \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n x_k \\ \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n y_k^2 & \sum_{k=1}^n y_k \\ \sum_{k=1}^n x_k & \sum_{k=1}^n y_k & \sum_{k=1}^n 1 \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n u_k x_k \\ \sum_{k=1}^n u_k y_k \\ \sum_{k=1}^n u_k \end{pmatrix}$$

de la misma manera se tiene

$$\begin{pmatrix} A_2 \\ B_2 \\ c_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n x_k^2 & \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n x_k \\ \sum_{k=1}^n x_k y_k & \sum_{k=1}^n y_k^2 & \sum_{k=1}^n y_k \\ \sum_{k=1}^n x_k & \sum_{k=1}^n y_k & \sum_{k=1}^n 1 \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^n v_k x_k \\ \sum_{k=1}^n v_k y_k \\ \sum_{k=1}^n v_k \end{pmatrix}$$

Donde $A_1 = \epsilon_x$, $c_1 =$ traslación en x . $B_2 = \epsilon_y$, $c_2 =$ traslación en y . Mientras que la combinación de los parámetros $\frac{A_1+B_1}{2} = \epsilon_{xy}$ son la deformación de corte y $\frac{A_1-B_1}{2} = \gamma$ y la rotación en el plano xy respectivamente; $\delta u(x, y)$ y $\delta v(x, y)$ representan errores muy pequeños a minimizar [3].

Una vez obtenidas las constantes es posible proceder con el cálculo de las constantes elásticas (E y ν) de la región que se haya sometido a análisis, suponiendo un campo de esfuerzos homogéneos. Si el material no es isotrópico, mediante este método es posible obtener las propiedades promedio en la región [3].

3 Resultados

En esta sección se presentarán los resultados obtenidos durante a la elaboración de las aleaciones CuAlNi y CuAlNi-X, procesamiento termomecánico y la caracterización de ambos sistemas mediante las técnicas descritas en la sección de metodología experimental.

3.1 Fabricación de la aleación

3.1.1 CuAlNi

Con el procedimiento descrito en la sección 2.2.1 fue posible obtener lingotes de la aleación base CuAlNi. En este caso se realizó una variación en el contenido de níquel; utilizando 3, 4 y 5% en peso de Ni. Este paso inicial, fue necesario para establecer las condiciones ideales para obtener una muestra, a temperatura ambiente, que se encontrara en su fase β_3 .



a)

b)

c)

Figura 3.1 Lingotes de aleaciones base, (a) C3, (b) C4 y (c) C5

3.1.2 3.1.2 Cu-Al-Ni-X

Con el procedimiento descrito en la sección 2.2.2, fue posible obtener las ligas CuAlNi-Nb-Mn en forma de botón empleando el horno de arco anteriormente mencionado. A continuación se muestran 2 imágenes donde se aprecian los lingotes obtenidos. En la Figura 3.2(a) se observa el botón correspondiente CuAlNi-3%Nb+2%Mn; mientras que en la Figura 3.2b se muestra el botón correspondiente CuAlNi-0.3%Nb+2%Mn. Cabe mencionar que para cada composición se obtuvieron 10 lingotes iguales, que se distribuyeron en el crisol del horno de inducción donde se realizó la fundición general.



a)



b)

Figura 3.2 Botones de las Aleaciones CNb y CNb01

Una vez que se obtuvieron las nuevas aleaciones, fueron coladas en una lingotera de hierro colado, con lo cual se produjeron lingotes de 250 gr.



a)



b)



c)

Figura 3.3 Lingotes aleados

En la Figura 3.3, se pueden ver los lingotes de las aleaciones dopadas con Manganeso y Niobio, los cuales mostraron un tono un poco más dorado en comparación con los lingotes de las aleaciones C3, C4 y C5.

Con los lingotes obtenidos se procedió a someterlos a una laminación en caliente; sin embargo, antes de laminarlos fueron seccionados en 2 partes iguales para tener una muestra control. A continuación se presentan los resultados obtenidos del laminado en caliente.

3.2 Laminación en Caliente

Las muestras fueron sometidas a un proceso de laminado en caliente ($T=850^{\circ}\text{C}$) de acuerdo a los parámetros presentados en la sección 2.3.2. Este proceso termomecánico consistió en disminuir el espesor de las muestras, pasándolas a través de los rodillos siete veces para alcanzar un espesor de 1 mm; en la Figura 3.5 se presenta la gráfica porcentaje de deformación vs. número de pasos de laminación; en ella puede observarse la secuencia de deformación del lingote.

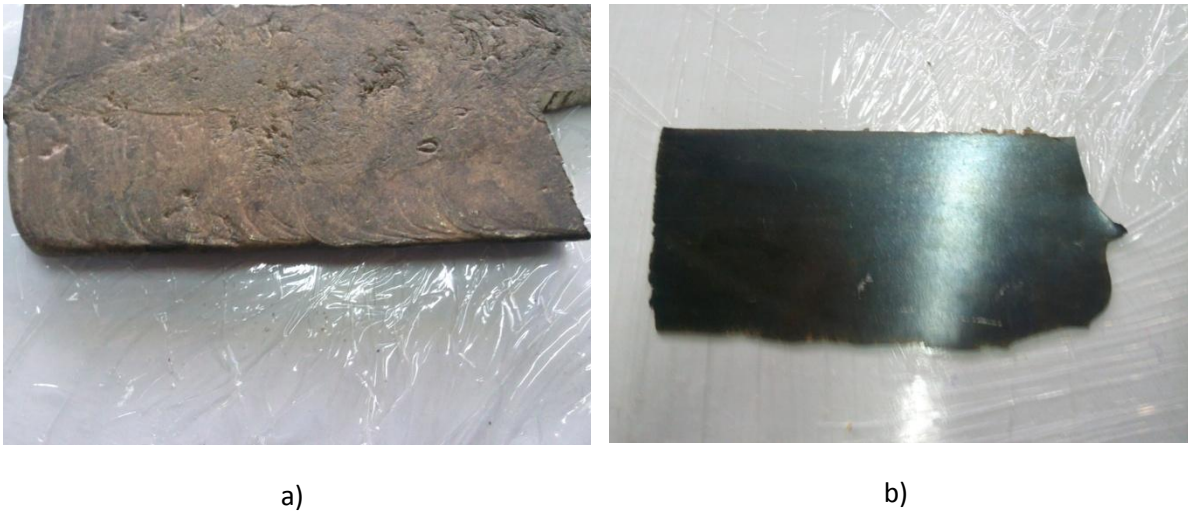


Figura 3.4 (a) Lingote antes del laminado en caliente y (b) lamina después del laminado en caliente

Cabe mencionar que este mismo protocolo de laminación en caliente fue empleado para cada una de las aleaciones estudiadas. Debido a lo anterior las láminas obtenidas tuvieron dimensiones similares a las que a continuación se mencionan: espesor 1 mm, ancho 10 cm, largo 20 cm; sin embargo, hay que aclarar que para las aleaciones más frágiles (C3, C4 y C5), la dimensión referente a la longitud de la lámina se redujo hasta 50%. Una vez alcanzado el espesor deseado de las láminas y haber aplicado el tratamiento térmico de templado, se procedió con la caracterización empezando con el estudio de microscopía óptica.

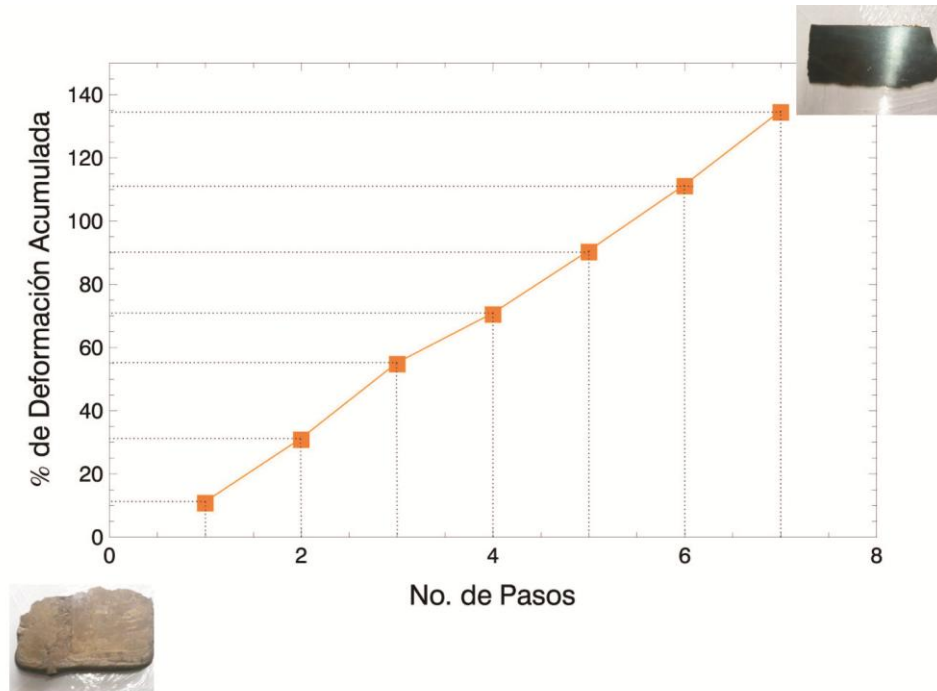


Figura 3.5 Gráfica del porcentaje de deformaciones vs. Número de pasos

3.3 Microscopía Óptica

Los resultados de la caracterización microestructural, por medio del análisis de Microscopía Óptica (MO) fueron los siguientes: la microscopía óptica reveló, la existencia de dos fases presentes en la aleación CuAlNi (martensita- β_3). En la Figura 3.6(a) es posible observar la mezcla de fases existentes en la aleación C3, la cual presenta la coexistencia de las fases $\beta_3' + \gamma_3'$ ³, por otro lado la Figura 3.6(b) perteneciente a la muestra C4 evidenció la existencia de mezcla de fases austenita-martensita. El tipo de martensita presente en C4 fue la γ_3' [6].

Comparando las metalografías de C3 y C4 con la literatura se puede visualizar la coexistencia de las fases martensita- β_3 , en donde las fases presentes en las muestras coinciden con lo reportado por Recarte et al. quien trabajó con la misma aleación en proporciones semejantes [6].

En la Figura 3.6(c) reveló la existencia de sólo una fase, en este caso β_3 , esta fase corresponde a la muestra C5; en esta imagen es posible darse una idea respecto al tamaño de grano, teniendo en cuenta la escala ubicada en la parte inferior izquierda de la imagen. De la misma manera en la Figura 3.6(d) es posible observar la presencia de la fase β_3 para la muestra C2Mn, tomando en

³ En donde la fase β_3 tiene una estructura del tipo $L2_1$, β_3' es una estructura del tipo 18R y γ_3' es del tipo 2H[6].

cuenta la escala, es posible hacer una comparación con la muestra C5, por lo que es evidente el refinamiento de grano provocado por la adición del Mn.

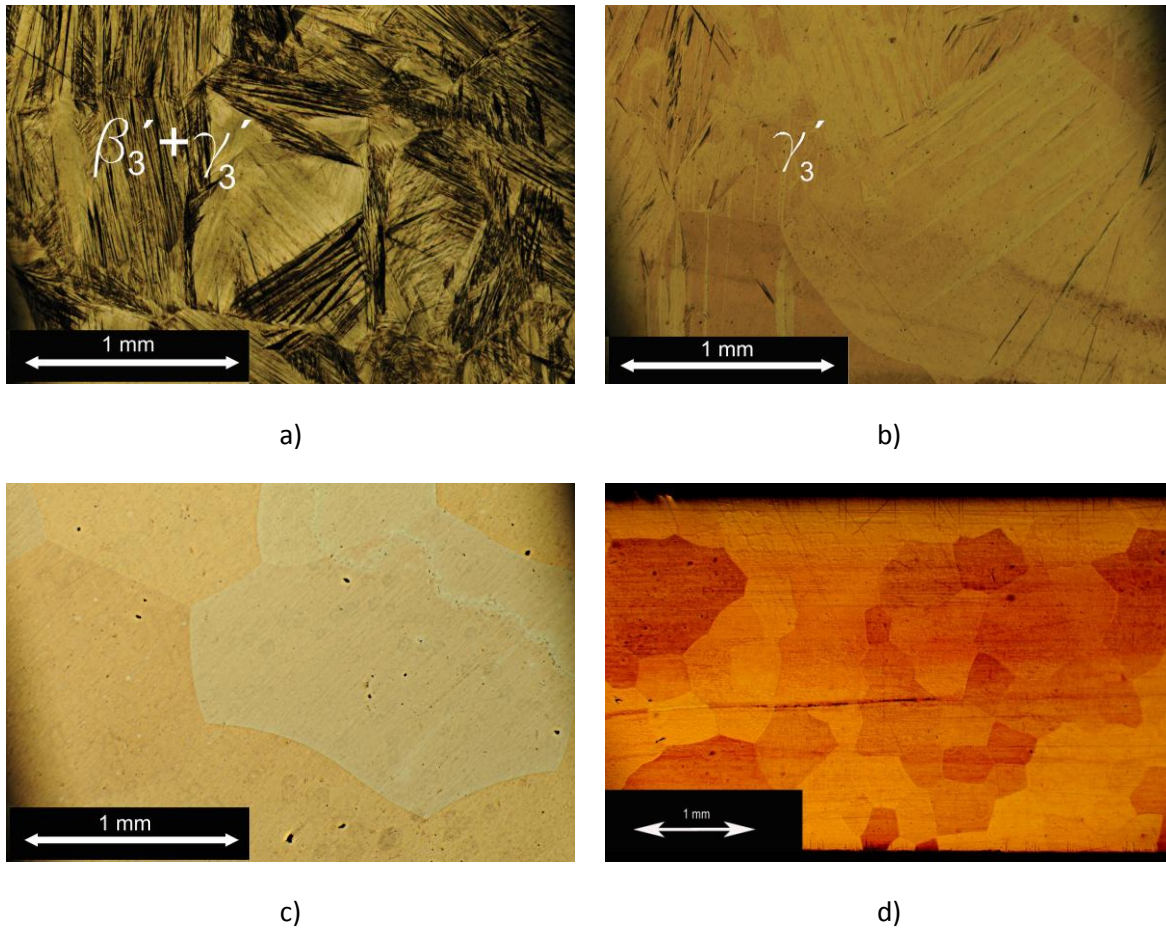


Figura 3.6. Influencia del % de Ni en la aleación Cu-Al-Ni (a) se puede observar la mezcla de fases (Cu-14%Al-3%Ni), mientras (b) se observa la existencia de β_3 y martensita del tipo γ_3' (Cu-14%Al-4%Ni), en (c) solo hay la existencia de la fase β_3 (Cu-14%Al-5%Ni), en (d) se puede observar la fase β_3 (Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn).

En la Figura 3.7(a) es posible observar la metalografía de la aleación CNb en donde es posible apreciar las fases β_3 -martensita, en ella se muestra la existencia de pequeñas regiones de color más oscuro, las cuales también se pueden observar para la muestra CNb01 (Figura 3.7(b)). Realizando una comparación entre el tamaño de grano de estas dos muestras es posible observar la diferencia que hay en dicho parámetro de las dos aleaciones, notándose que la aleación con mayor refinamiento de grano es CNb. Este efecto se atribuye al mayor contenido de Nb en comparación con CNb01; puesto que la única variante fue el contenido de dicho elemento. Utilizando mayores magnificaciones en microscopía óptica se observó la aparición de pequeñas zonas con tonos más intensos; en este momento surgió la duda respecto dichas regiones; en

particular si ellas corresponderían a un precipitado o a alguna otra fase. Para comprobar la existencia de precipitados se utilizó Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

En la Figura 3.6(c) se pudo observar la muestra C5 (aleación base) la cual tiene un tamaño de grano mayor a 1 mm, haciendo un comparativo del tamaño de grano presente en las muestras aleadas con la muestra base es posible observar el refinamiento de grano logrado por medio de la adición de los elementos aleantes (Nb y Mn). En estas micrografías no es posible determinar las fases presentes con la magnificación disponible en microscopía óptica. Debido a lo anterior en este par de imágenes se omite la etiqueta de las fases. Estas últimas se identificarán mediante otras técnicas como se verá más adelante.

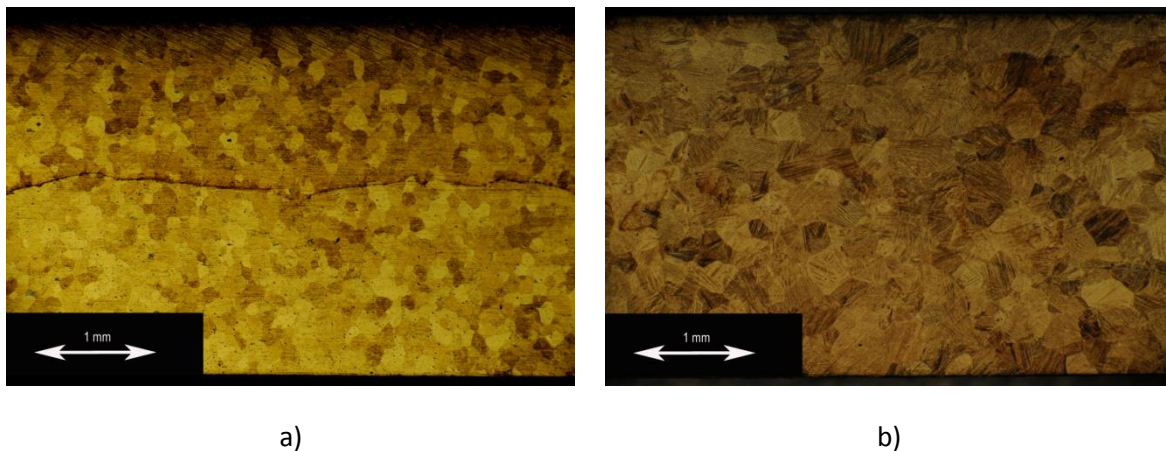


Figura 3.7. (a) Muestra el refinamiento logrado con los elementos aleantes(Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb), mientras que (b) se observa la mezcla de fases β_3 – martensita(Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb).

La Figura 3.7 expone un mayor refinamiento de grano en la muestra CNb, posiblemente causado por la cantidad de precipitados, que podrían ser base Nb, puesto que para la fabricación de esta aleación se utilizó un 1% en masa de Nb lo cual sobre pasa el límite de saturación de Nb en Cu según el diagrama de fases Cu-Nb.

En esta sección se puede observar el efecto del Nb sobre el tamaño de grano; la adición de pequeñas cantidades de Nb disminuye notablemente el diámetro de tamaño de grano; siendo más significativa su aportación en comparación con la adición Mn en las mismas proporciones. Al combinar ambos elementos Mn y Nb se observó una maximización del efecto refinamiento de grano. Lo anterior se logró por la formación de precipitados que sirvieron como inhibidores del crecimiento del grano; generando que este sea más pequeño [36].

De acuerdo al método de cuantificación de granos conocido como el método de intercepciones, no fue posible establecer un valor aproximado del diámetro del tamaño de grano bajo norma ASTM E-112-96. Esto fue debido a que el tamaño de grano de las aleaciones estudiadas fue muy grande imposibilitando el uso de los estándares ASTM para medir su tamaño de grano. Por lo tanto en este trabajo se propone una alternativa para evaluar el tamaño de grano refiriéndonos a un diámetro equivalente. El método consiste en trazar una serie de líneas paralelas, dentro de una fotografía digital tomando como referencia una escala conocida.

En este caso se propone trazar una serie de líneas paralelas equidistantes, que cruzan la foto de manera transversal, teniendo en cuenta el ancho de la probeta son 3mm; posteriormente, se hizo un conteo de los granos interceptados por cada una de las líneas a lo largo de todo lo ancho de la probeta. Este conteo permitió calcular el número promedio de granos por línea; finalmente, la longitud de la línea fue dividida entre el número de granos promedio; por lo tanto fue posible obtener un valor aproximado del diámetro equivalente de los granos. Este método consideró algunos de los aspectos propuestos por la norma ASTM E-112-96 [37]. Por medio de este método fue posible cuantificar el nivel de refinamiento, conseguido con los dopantes utilizados. Este efecto se pueden observar en la Figura 3.8, el diámetro promedio y el número de granos existentes a lo largo de 3mm.



Figura 3.8 Método de tamaño de grano

Tabla 3.1 Diámetros y Número de granos por milímetro

Aleaciones	CNb	CNb01	C2Mn	C5
Promedio. Del Numero de granos por línea	35	22	10	
Diámetro equivalente en [μm]	86	134	300	1000

3.4 Difracción de Rayos X

Mediante la técnica de difracción de rayos “X” se confirmó la presencia de las fases ya vistas por MO; es decir la coexistencia las fases β y martensita para las muestras C3, C4 CNb y CnB01. El difractograma mostrado en la Figura 3.9, revela algunos picos que tienen una mayor intensidad que otros; esto se debe a que existe una orientación preferencial debida al proceso termomecánico al que fueron sometidas las muestras.

En los difractogramas se pueden apreciar los planos característicos de las fases. Los planos característicos de la fase β en presencia de γ_2 son: (111), (200), (220), (311),(400) de acuerdo a lo reportado por Gwon et al. [38,39]. Mientras que planos característicos de la martensita detectados en nuestra aleación fueron: (110),(120)(0018),(12 $\bar{8}$),(208),(320); lo cual también fue congruente con lo reportado por Gwon et al., etc [40,41,42].

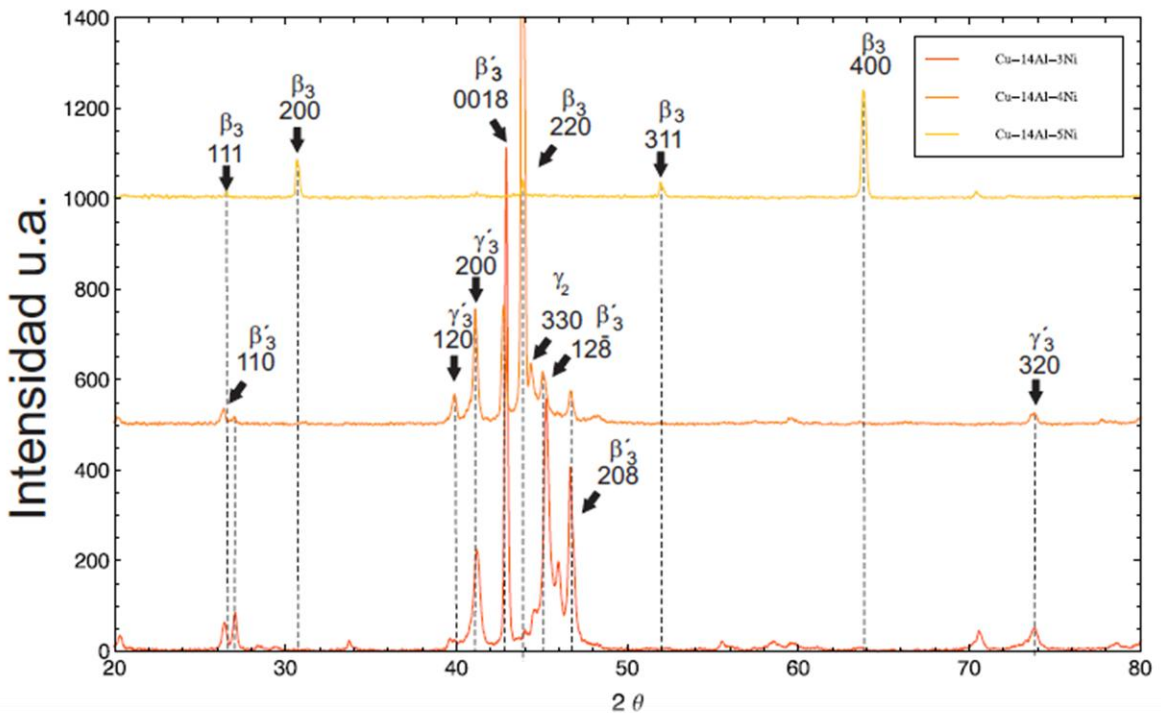


Figura 3.9 (4) Difractograma de las de las aleaciones base Cu-Al-Ni en donde el color amarillo representa la muestra con 5%masa de Ni, el naranja 4% masa Ni y el rojo el 3% masa Ni.

Con el aumento de la concentración de Ni en las aleaciones se va inhibiendo la presencia de la fase β'_3 , la cual en un principio se mantiene dentro de la martensítica, al seguir aumentando la concentración desaparecen totalmente las fases γ'_3 y β'_3 ; dando como resultado la fase β_3 .

Los picos de los difractogramas coinciden con los reportados en la literatura, que concuerdan con las fases encontradas en las muestras.

Continuando con la caracterización microestructural de las aleaciones dopadas con Nb y Mn a continuación se presentan los difractogramas correspondientes para las muestras CNb, CNb01 y C2Mn.

La mayoría de los picos coincidieron con los picos típicos en este tipo de aleaciones con excepción del difractograma de la aleación CNb1, el cual evidenció uno de los picos del compuesto Nb-Cu-Al correspondiente al plano (110). Hay que mencionar que para este mismo compuesto existen más picos; sin embargo, la posición de éstos coincide con la posición de $\bar{1}22$, 031, 330 y 022 correspondientes las fases β'_3 y β_3 ; por lo tanto son opacados por la intensidad de los picos de las fases mencionadas.

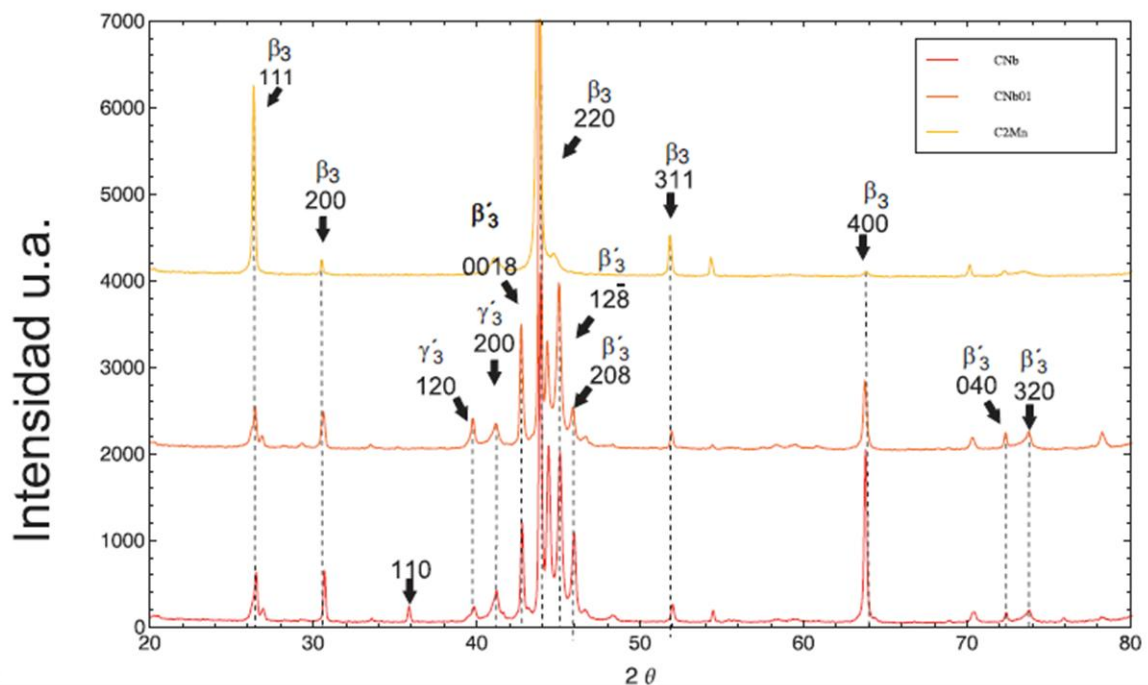


Figura 3.10 Difractogramas de las aleaciones microaleadas con Mn y Nb

El efecto que tuvo el Nb fue producir la aparición de una nueva fase para la concentración de 1% en masa (CNb), además de ser perceptible por medio de los rayos X. El Mn mantuvo la fase β_3 siendo soluble en la matriz, ya que el difractograma correspondiente a la aleación C2Mn es casi igual al de la aleación base (C5).

La diferencia que hay entre los dos difractogramas es que algunos de los picos presentados en las aleaciones Cu-Al-Ni muestran más picos que los que se encuentran presentes en las aleaciones aleadas con Nb y Mn, las cuales al parecer inhibieron en cierta forma la aparición de algunos de ellos, en estas mismas la intensidad de los picos es mayor que la de las aleaciones base.

Los cambios obtenidos en los patrones de difracción existentes entre las aleaciones dopadas y las aleaciones base fue la presencia de una fase Nb-Cu-Al, la cual se generó por la saturación de Nb en las aleaciones. Esta fase sólo fue posible observarla en el patrón de difracción de la aleación CNb, la cual cuenta con un mayor porcentaje en peso de Nb (110).

3.5 Microscopia Electrónica de Barrido

Los resultados del SEM no sólo confirmaron nuevamente lo observado por las técnicas arriba expuestas, sino que también fue capaz de detectar la presencia de la fase γ_2 en los límites de grano de la muestra C5, como se ve en la Figura 3.11. Esta fase se caracteriza por tener una apariencia similar a las dendritas, pero presenta conjuntos de arreglos geométricos con estructura parecida a los fractales. Dichos arreglos tienden a presentarse en los límites de grano en primera instancia; posteriormente, aparecen dentro del grano. La fase γ_2 es perjudicial para el material; ya que es una fase que fragiliza al mismo. Debido a lo anterior el comportamiento mecánico del material podría no ser el óptimo.

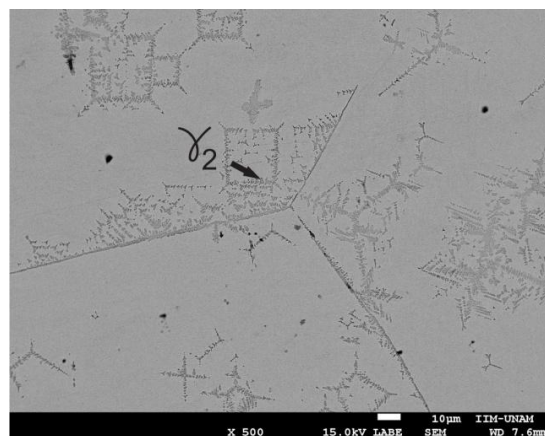


Figura 3.11. Presencia de la fase γ_2 en la muestra C5, esta fase se caracteriza por fragilizar al material y tiende a ubicarse en los límites de grano.

La presencia de γ_2 puede deberse a que antes de templar las probetas en agua a temperatura ambiente, se les dejó un breve tiempo que se enfriaran al aire libre para posteriormente someterlas al temple. Esto se debió a que las muestras que se templaban directamente se fracturaban, por lo cual se decidió aplicar el proceso descrito anteriormente.

Las imágenes de SEM de la aleación C2Mn mostraron que γ_2 ya no se formó en esta aleación; teniendo sólo la presencia de la fase β_3 ; a pesar de haber recibido los mismos tratamientos térmicos que C5, con lo cual el Mn pudo tener el efecto dentro de la aleación de inhibir la formación de la fase γ_2 .

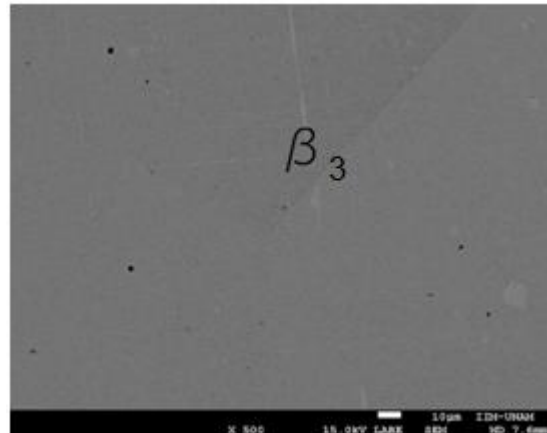


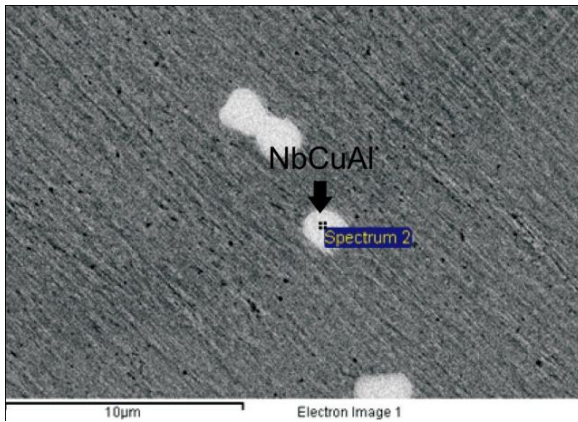
Figura 3.12 Presencia de la fase β_3 de C2Mn, así como los límites de grano del mismo

Por medio de las imágenes obtenidas mediante el MEB se comprobó la existencia de precipitados dentro de las aleaciones CNb y CNb01, estos se mostraron como pequeñas regiones de una tonalidad diferente a la de la matriz en las imágenes tomadas mediante MO, pero no se sabía la naturaleza de ellos. Tampoco se les podía denominar como precipitados o intermetálicos hasta no conocer su estequiometría.

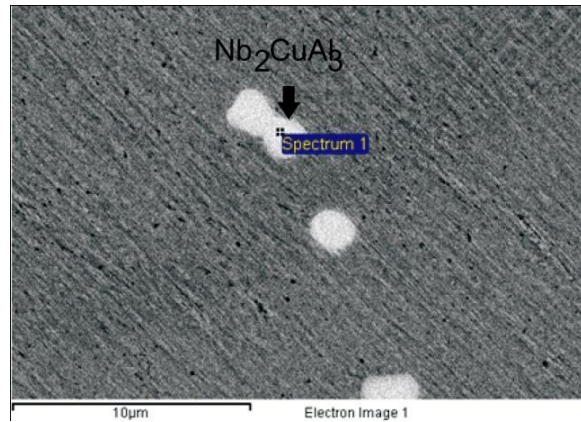
La aportación que se consiguió fue la identificación de los precipitados por medio de EDS. Estos dos tipos de precipitados fueron morfológicamente distintos. Lo cual sugirió una composición distinta. El primer tipo de precipitado mostró una estequiometría bien definida correspondiente al intermetálico NbCuAl (Figura 3.13). Mientras que el segundo tipo de precipitado mostró una estequiometría NbCu_{1.2}Al₈ de acuerdo a lo reportado por [43]. La morfología de este tipo de precipitado se aprecia en la Figura 3.14

Los precipitados de morfología esferoidal correspondientes a la composición estequiometría: NbCuAl, Nb₂CuAl₃, tienen como función propiciar la nucleación de nuevos granos con diámetros más pequeños; puesto que sirven como centros activos de nucleación durante la solidificación, además de promover el mejoramiento en el refinamiento de grano.

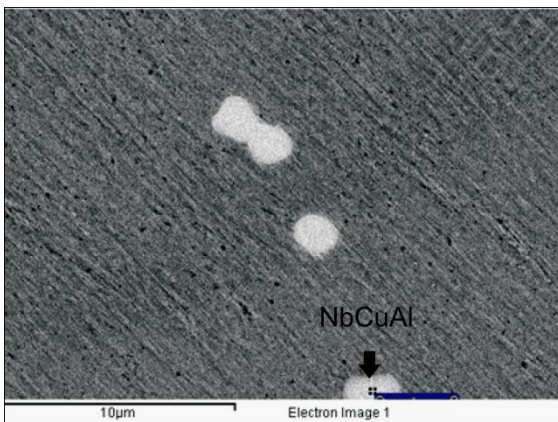
Al tener un mayor refinamiento del grano en la aleación, se podría suponer un mejoramiento de las propiedades mecánicas.



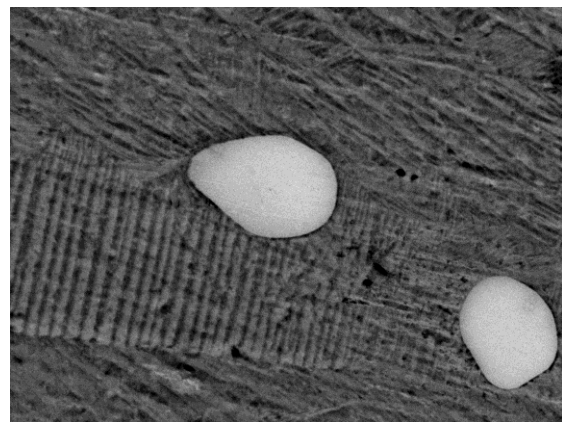
a)



b)



c)



d)

Figura 3.13 EDS de los precipitados presentados en las muestras CNb y CNb01

Los precipitados que se pueden ver en la Figura 3.14 son del tipo $NbCu_{1.2}Al_{.8}$, los cuales al parecer no tienen ninguna repercusión positiva en el material, fuera de captar las impurezas en el mismo como son el (Si y S).

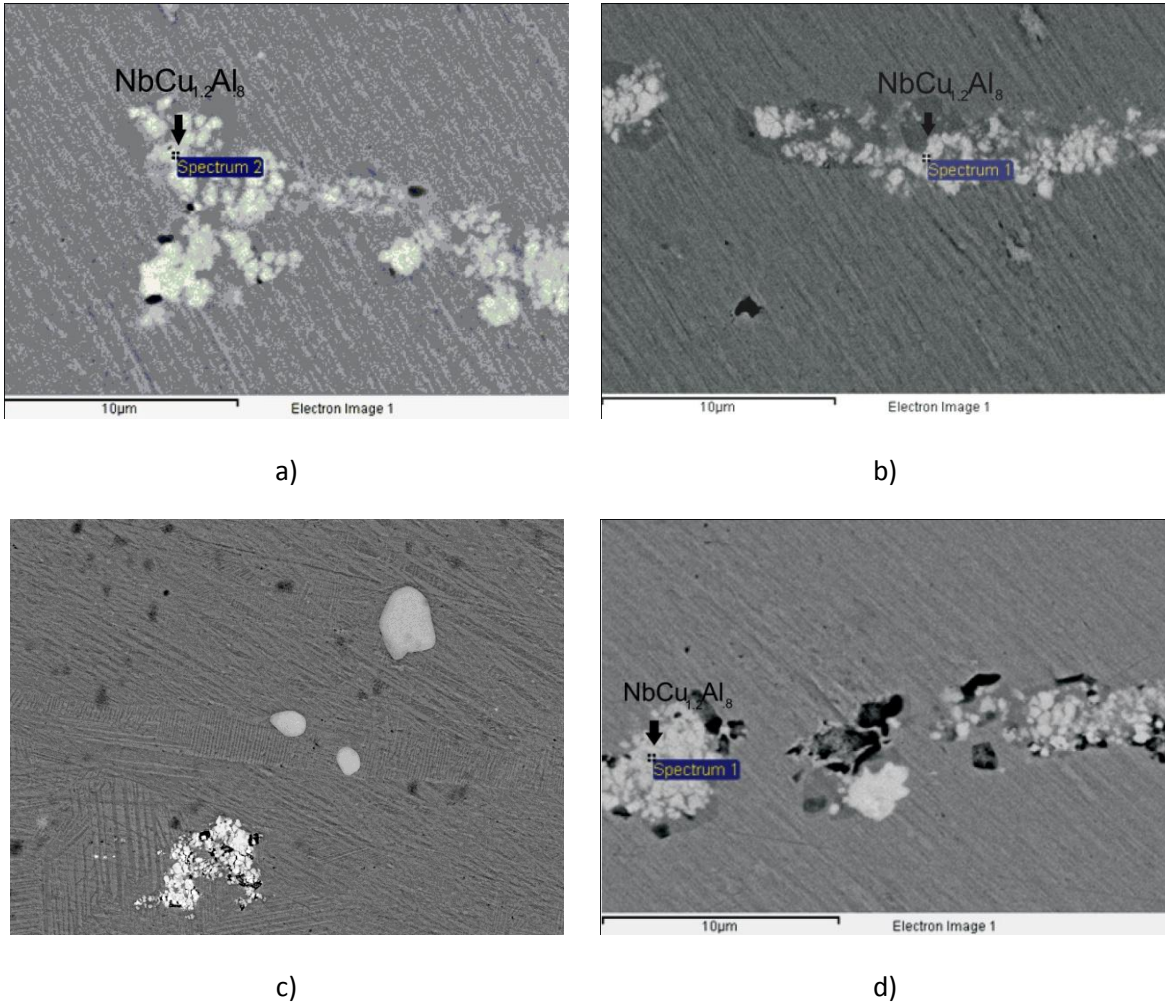


Figura 3.14. (a) y (b) Muestran los precipitados y el tipo de los mismos encontrados en CNb01 y en CNb. Mientras que muestra formación de precipitados en la aleación CU-Al-Ni-Mn con Nb (c) y (d) muestran los precipitados globulares encontrados en CNb.

Los EDS revelaron en los precipitados la presencia de elementos ajenos a la aleación, los elementos como Cu, Al, Ni, Nb y Si constituyen a los precipitados, siendo el Si un elemento extraño, es una impureza que seguramente estuvo contenida en alguno de los elementos que constituyen la aleación.

La presencia del silicio en estos precipitados parece estar sustituyendo al "Al", ya que sus radios atómicos son similares. Los precipitados captaron elementos que no se habían reflejado en los EDS de la aleación base (Si), tal vez por el bajo porcentaje existente, el cual debió de estar disuelto en todo el material.

Los análisis de EDS manifestaron la composición real (descartando los elementos que apenas fueron perceptibles mediante el EDS y destacando los elementos con mayor presencia) de las aleaciones C5 que es:

Tabla 3.2 Análisis puntual de EDS

Aleación	Elementos en % en masa				
	Cu	Al	Ni	Mn	Nb
C5	83.1	12.37	4.53	-	-
C2Mn	81.93	12.71	4.7	0.67	-
CNb01	83.12	12.43	3.7	0.76	-
CNb	83.1	11.43	4.53	0.95	-

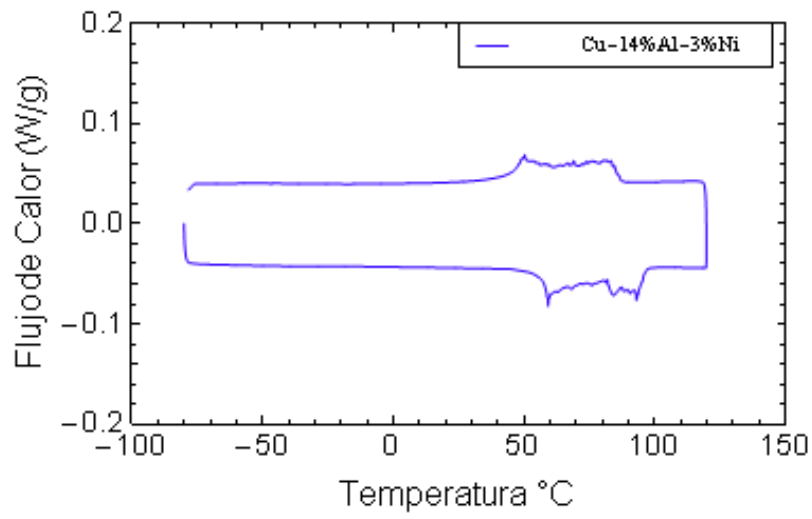
Estas proporciones son diferentes a las teóricas ya que hubo pérdidas promedio en Al entre 1 y 2% en Mn hubo pérdidas entre 1 y 1.5 % mientras que el cobre presentó una composición constante alrededor del 83 % en masa. A pesar de la atmósfera inerte, se presentaron las pérdidas arriba mencionadas.

3.6 Análisis Térmico

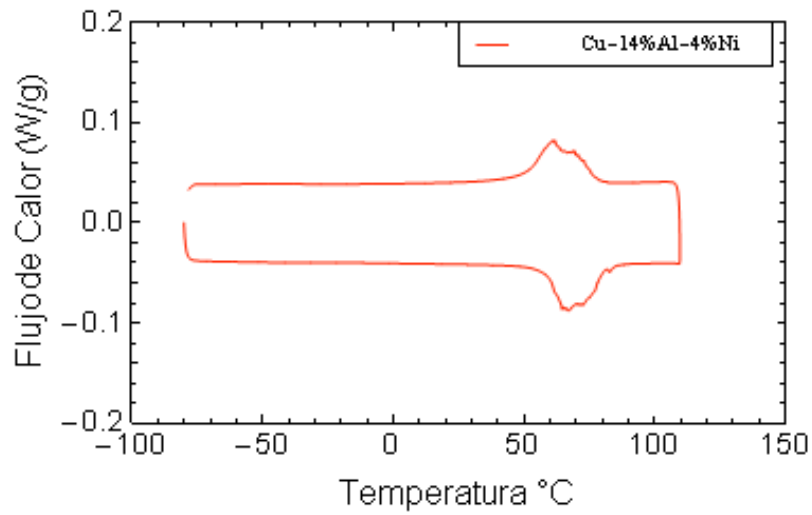
El análisis realizado mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB) determinó las temperaturas críticas reales para las aleaciones estudiadas en este trabajo. Dichas aleaciones mostraron los rangos críticos de temperatura durante la transformación martensítica directa e inversa para las muestras estudiadas.

Las muestras C3, C4 y C5 muestran temperaturas semejantes a las reportadas por Recarte et al.[6] ya que algunas de las composiciones utilizadas por dicho autor son similares a las de las muestras estudiadas en esta tesis. Este resultado permitió comparar algunas muestras entre ambos trabajos. Lo anterior sirvió para comprobar la confiabilidad de la expresión obtenida por Recarte y sobre todo para reproducir resultados al elaborar nuestras propias aleaciones base.

En la Figura 3.15 se observan las curvas de flujo de calor vs. Temperatura para las muestras C3, C4 y C5, en donde cabe destacar que la velocidad de enfriamiento y calentamiento fue de 5°C/min. En dichas gráficas es posible observar la transformación martensítica directa e inversa. Cabe destacar que la presencia de picos dentro de las curvas de CDB corresponde a reacciones exotérmicas y endotérmicas. Así mismo es evidente que las curvas de transformación son muy abruptas en los cambios de fase para las muestras C3, C4 y C5 durante la etapa de enfriamiento (de β_3 a martensita); esto se debe a las transiciones de fase de $\beta_3 \rightarrow \gamma'_3$ (según la nomenclatura de Recarte et al.)[6]. Hay que resaltar que para el caso de C5 ya no se observó la fase γ'_3 ; sin embargo la transformación no fue completamente suave como lo fue en su transformación inversa. Este patrón poco estable de las gráficas mencionadas ha sido observado por distintos autores [6].



a)



b)

Figura 3.15. Calorimetría diferencial de barrido; (a)Cu-14%Al-3%Ni, (b) Cu-14%Al-4%Ni

Es importante destacar que por microscopía óptica, se observó que la muestra C5 presentó encontrarse en su fase β_3 con un ligero cambio es la temperatura crítica (Ms); la curva muestra los rangos de los cambios de fase, estas corroboran lo observado mediante MO y MEB resultados obtenidos mediante MO como se puede ver en la Figura 3.16.

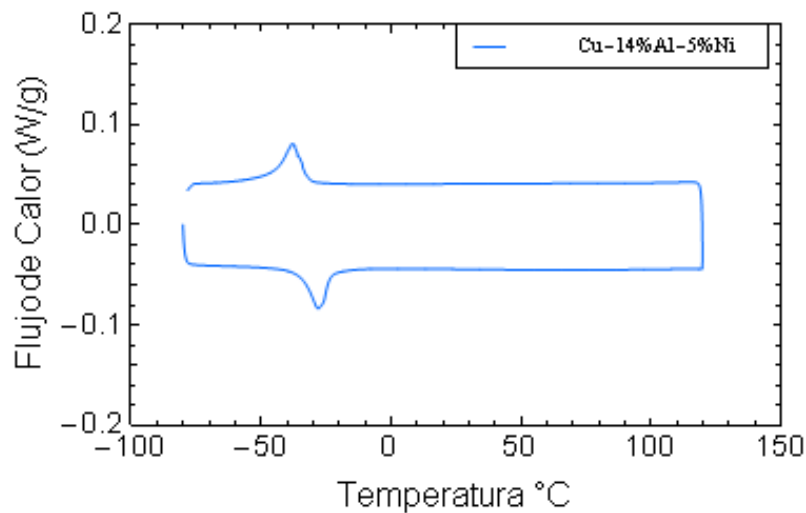
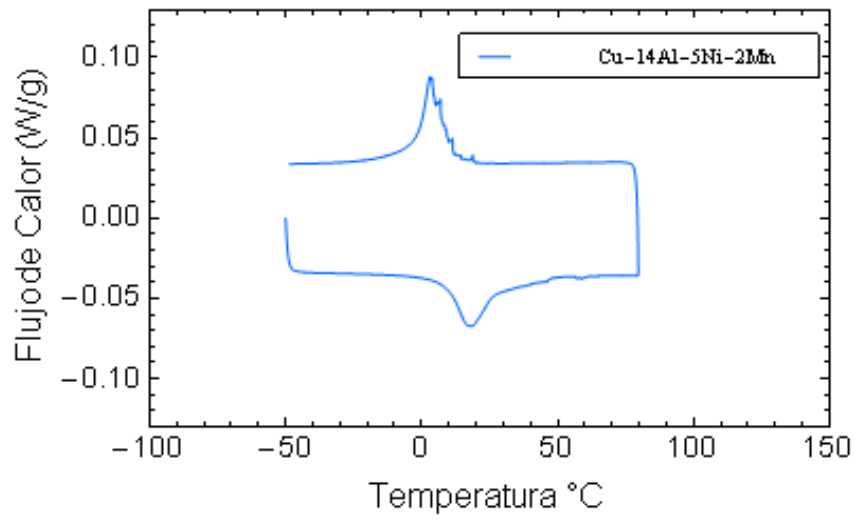


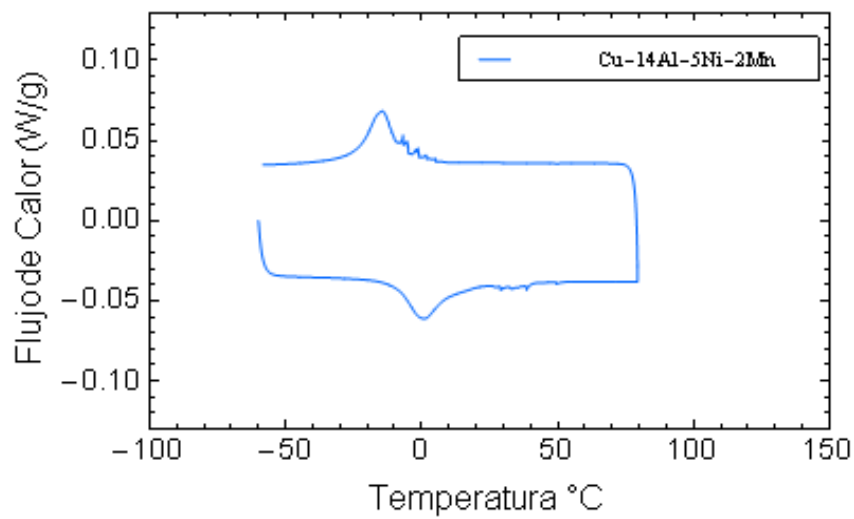
Figura 3.16. Calorimetría diferencial de barrido para la aleación Cu-14%Al-5%Ni.

Los resultados anteriores dieron la pauta para seleccionar a la aleación denominada C5 como la base para alear dicho sistema. De aquí en adelante los resultados mostrados serán únicamente para C5 y sus variantes aleadas. Con el propósito de evaluar el efecto del laminado en caliente sobre las temperaturas críticas de transformación se presentan los resultados de CDB para las muestras de fundición y laminadas correspondientes a las aleaciones denominadas C2Mn, CNb y CNb01 (Figura 3.17).

Comparando las dos curvas se puede observar el corrimiento de temperaturas provocado por el proceso de laminación; éste ocasionó un corrimiento a mayor temperatura de M_s y M_f . Los picos observados en las curvas representan la transición de martensita del tipo β'_3 a martensita γ'_3 .



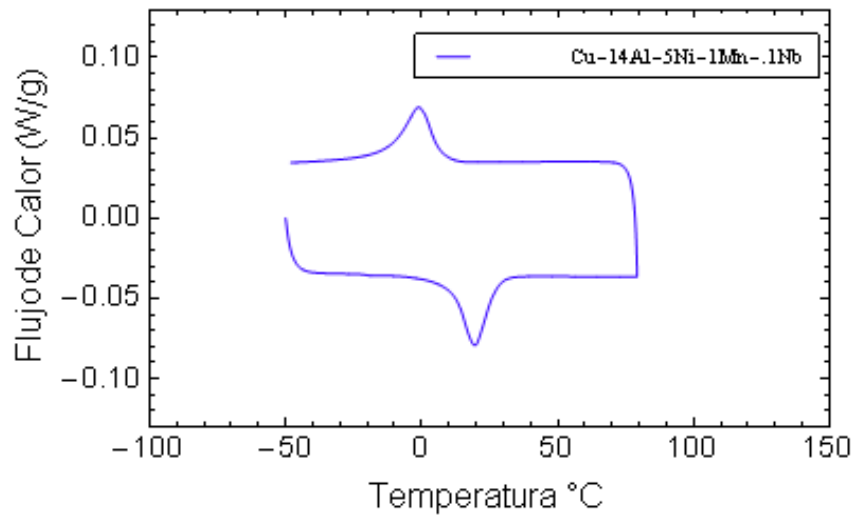
a)



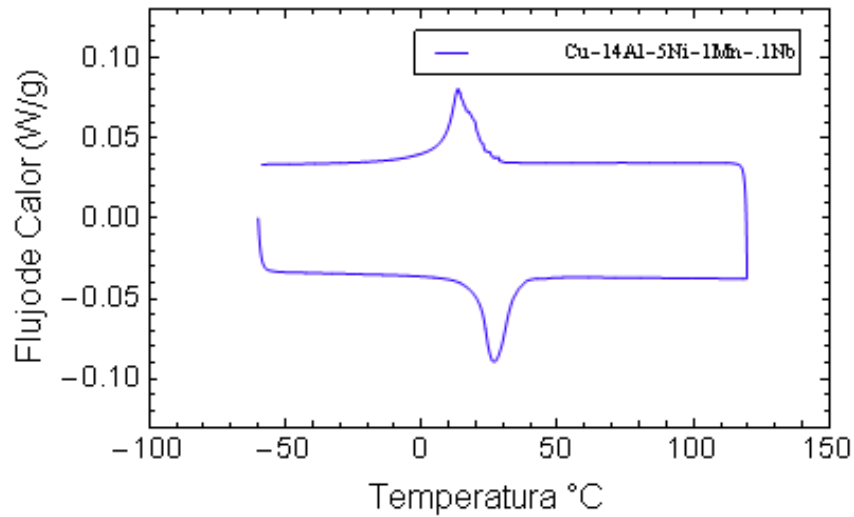
b)

Figura 3.17 (a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra C2Mn

La Figura 3.18 muestra los cambios en las curvas son más suaves. Dicho fenómeno es característico de los cambios de fase de $\beta_3 \rightarrow \beta'_3$, además de presentar el mismo efecto de corrimiento de las temperaturas provocado por la dirección preferencial de los granos ocasionado por el proceso de laminado en caliente [6].



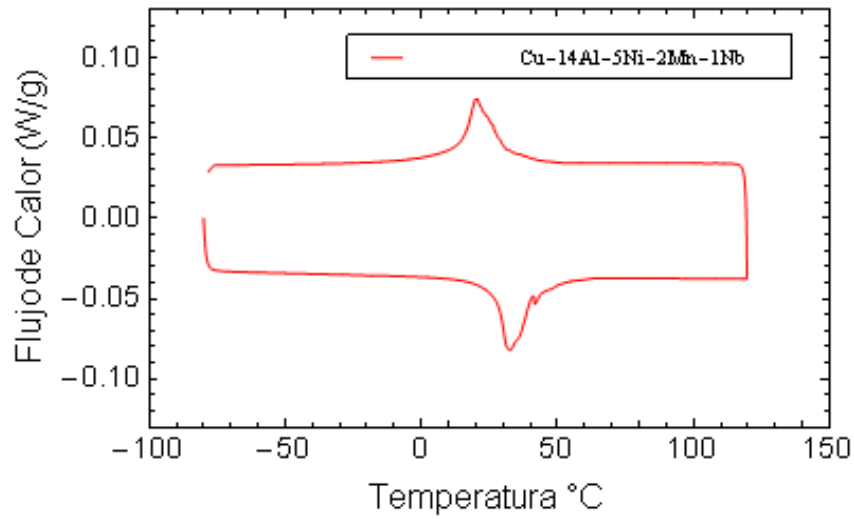
a)



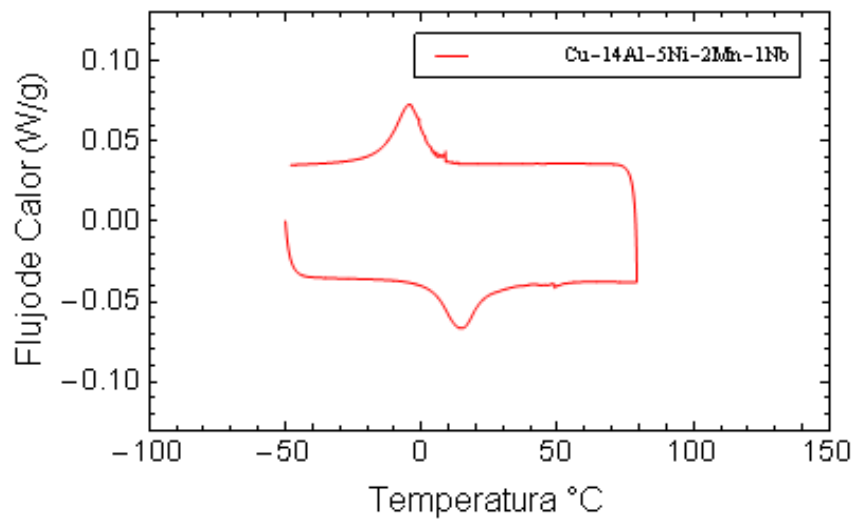
b)

Figura 3.18 (a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra CNb01

La Figura 3.19 nos muestra las curvas de calorimetría de las muestras CNb (laminadas y de fundición). En ellas el proceso de laminado tuvo una repercusión similar a la de las muestras CNb y CNb01, suavizando las curvas en las cuales no se observan picos abruptos por lo tanto esto indica que únicamente tenemos presente la transformación de $\beta_3' \rightarrow \beta_3$ [6].



a)



b)

Figura 3.19(a) CDB de laminación y (b) CDB de fundición de la muestra CNb

En la Tabla 3.3 se muestra un resumen de las propiedades térmicas de las aleaciones estudiadas. Así mismo también se presentan los valores de histéresis y entalpia calculados al 50% de la trasformación (As50% - Ms50%).

Las temperaturas críticas de la aleación base se vieron afectadas de la manare siguiente; al impurificar las muestras con Mn y Nb las temperaturas críticas se recorrieron a la derecha; es decir incrementaron sus valores referidos a C5 (aleación de referencia), CNbL incremento en

42.6°C, CNb01L 29.2°C y C2MnL 17.55°C. En cuanto a la histéresis, no se observaron cambios representativos para todas las aleaciones estudiadas. El máximo cambio fue de 5 °C.

Tabla 3.3. Tabla de propiedades Térmicas de las Muestras

Muestra	Ms °C	Mf °C	As °C	Af °C	Ms 50% °C	As 50% °C	Histéresis	Entalpia
C3L	73.3	48.4	64.9	87.2	50.32	59.22	8.9	10.14
C4L	32	7.8	19.8	52.9	61.01	66.87	5.86	9.39
C5L	-6.1	-23	-10	10.3	-38.11	-28.02	10.09	4.14
CNbl	36.6	-2.61	13.65	49.26	20.6	32.52	11.92	7.07
CNb01L	23.1	-6.54	11.29	35.73	13.55	26.95	13.4	6.77
C2MnL	11.45	-13.78	4.62	43.03	3.16	18.47	15.31	6.56
CNbF	4.81	-21.63	2.05	38.25	-4.12	14.88	19	6.291
CNb01F	6.38	-22.55	3.05	26.76	-1.02	19.68	20.7	6.166
C2MnF	-1.38	-30.4	-9.93	35.14	-14.28	1.16	15.44	11.92

Para tener un panorama más claro sobre el comportamiento de la histéresis y la entalpía en función de la composición de las aleaciones estudiadas, se realizó la gráfica de la Figura 3.20.

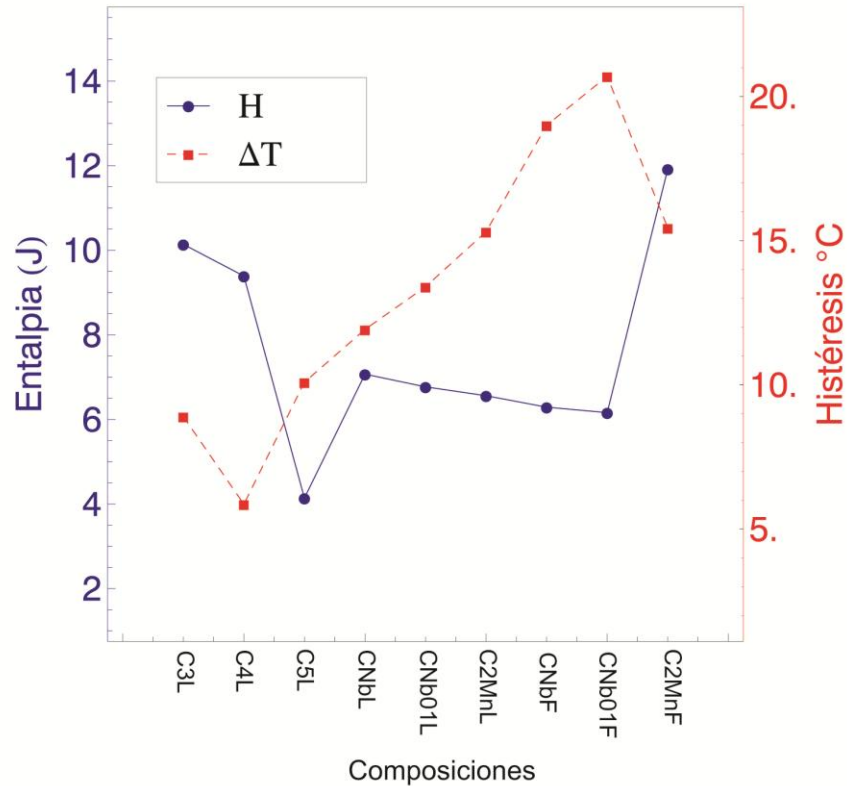


Figura 3.20 Comportamiento de la entalpía y de la histéresis en función de la composición de las aleaciones

En ella se muestran gráficamente los cambios de histéresis y entalpía en función de la composición y tratamiento termo-mecánico aplicado para las composiciones estudiadas. Para la aleación base CuAlNi, se observó que con el incremento del porcentaje de níquel en un 1% en peso ocurrió una reducción en las entalpías, mientras que el valor de la histéresis fluctuó de tal manera, que para C4 disminuyó alrededor de 3 °C pero para C5 incrementó ligeramente por encima de C3 (1°C). En las muestras impurificadas sometidas a laminación, con contenido de Nb, se observó un incremento en la entalpía y en la histéresis respecto a la aleación C5 que se tomó como base para estos nuevos sistemas. Por otro lado también se observaron cambios en la histéresis y entalpía para la aleación C2Mn respecto a C5 como se puede apreciar en la tabla 3.3. De la gráfica mostrada en la figura 3.20 y de la tabla 3.3 podemos concluir que el laminado en caliente aumentó la entalpía de la aleación; sin embargo, provocó un efecto contrario en la histéresis del material.

3.7 Pruebas Mecánicas

Con los datos adquiridos durante el ensayo de tensión fue posible calcular el esfuerzo al cual estuvieron sujetas las muestras. Para ello se midió el espesor de cada probeta empleando un micrómetro digital; las mediciones se realizaron en tres puntos de la sección entallada y se realizó un promedio. Dicho valor se utilizó para calcular el área de la sección transversal $A = h * a$, en donde "A" es el área de la sección transversal de la probeta, "h" es el espesor y "a" es el ancho de la misma. Con lo anterior, el esfuerzo fue determinado mediante la siguiente expresión $\sigma = \frac{F}{A}$. Respecto a la deformación, es importante resaltar que la medición de esta variable fue hecha directamente por el extensómetro eléctrico mediante el indicador de deformación P3 de Vishay Micromerements empleando una configuración de cuarto de puente (Puente de Wheastone) como se describió en la sección 2.5.1. Considerando los cálculos previos fue posible obtener la curva esfuerzo como función de la deformación para cada sistema estudiado.

En la figura 3.21 se muestra el comportamiento mecánico de la aleación Cu-14Al-3Ni, Cu-14Al-4Ni y Cu-14Al-5Ni en función de la deformación. En esta gráfica puede apreciarse que al aumentar el contenido de Ni en la aleación, se disminuyó la capacidad de elongación del material hasta en un 50%. Así mismo podemos observar que el esfuerzo último también incrementó para la muestra con mayor contenido de Ni hasta alcanzar un valor por encima de 250 MPa. Cabe mencionar que a cada punto graficado le corresponde una imagen de la superficie de la probeta.

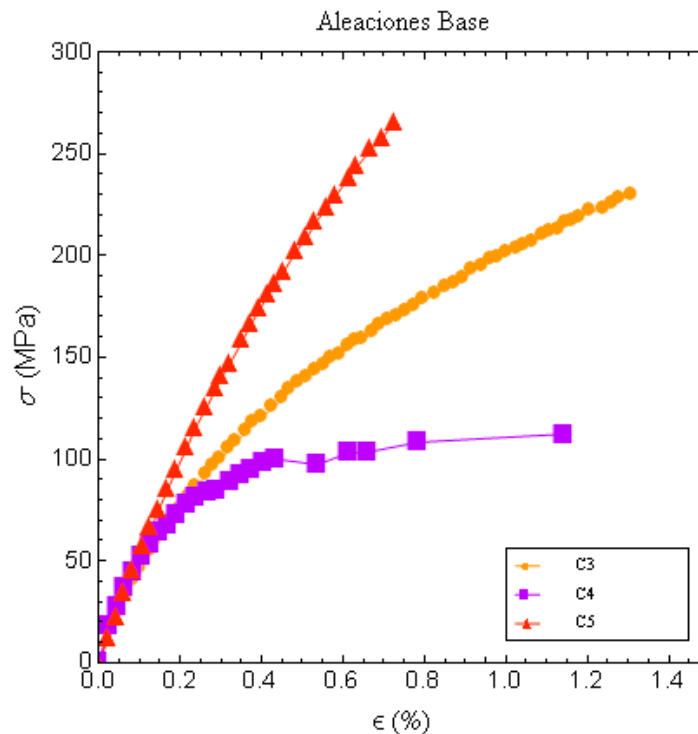


Figura 3.20 Pruebas mecánicas de las aleaciones base Cu-Al-Ni con 3,4,5% en masa de Ni.

Las pruebas mecánicas hechas a las aleaciones base arrojaron como resultado, para la aleación C4 un comportamiento típico de un MMF, mientras que C3 y C5 no muestran deformación transformacional de manera perceptible; por lo tanto, se logró observar el cambio de la segunda pendiente, en menor proporción, asociado a la transformación de fase por esfuerzo.

Todas las aleaciones base mostraron fractura inter-granular como se muestra en la Figura 3.21, la cual se debe principalmente al tamaño de grano, el cual fue mayor a 1mm; por lo tanto, se buscó el refinamiento del grano y así disminuir o evitar este tipo de falla. Para lo anterior utilizaron los elementos aleantes (Mn y Nb) empleados en la aleación C5.



Figura 3.21. Fractura inter-granular de la muestra C4

En la Figura 3.22 se muestra el comportamiento mecánico de la aleación Cu-14Al-5Ni-1Mn-0.1 Nb en función de la deformación. La gráfica muestra el comportamiento de la aleación bajo tensión reflejando su capacidad de elongación del material la cual aumento en un 25% respecto a C5 y su esfuerzo máximo en 105%. De esa forma se pudo superar los valores de la aleación base.

Los resultados de las pruebas mecánicas aplicadas a las muestras aleadas, fueron los siguientes: la aleación CNb01 reflejó una mejoría en cuanto a sus propiedades mecánicas. Se encontró un aumento en el esfuerzo máximo alcanzando valores de 280MPa⁴; del mismo modo, su ductilidad aumento hasta 1.5 veces el valor reportado para C5 (aleación base) como se puede ver en la Figura 3.22. El aumento en dichas propiedades se debió al efecto del Nb como elemento aleante sumado al efecto del Mn. El efecto combinado del Nb y del Mn resultó en el refinamiento de grano que se obtuvo mediante la formación de precipitados inter-metálicos de tipo (Nb-Cu-Al), los cuales sirvieron con inoculantes.

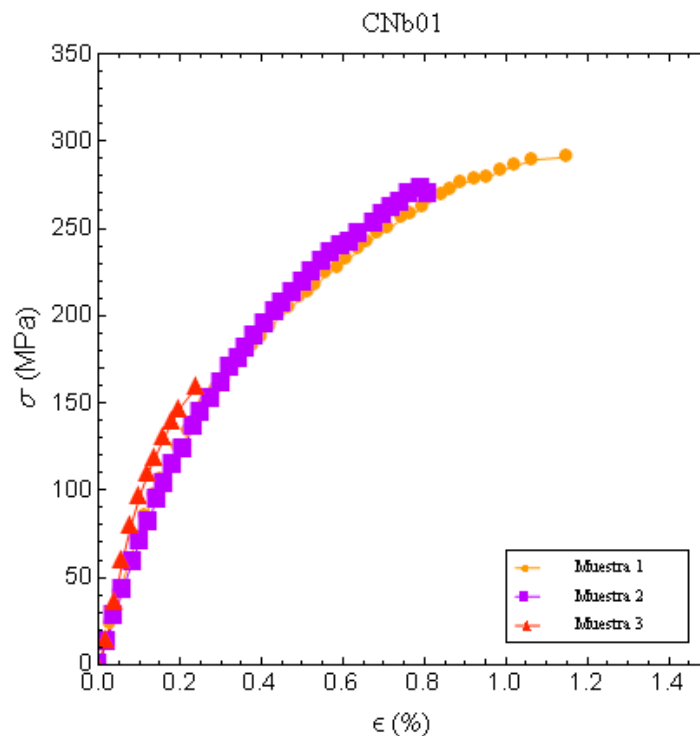


Figura 3.22 Pruebas mecánicas de la aleación aleada con 1% masa Mn, .1% masa Nb (β_3 — *martensita*)

⁴ Cabe destacar que este resultado se obtuvo promediando los valores más altos puesto que el tercero no concuerda con los valores anteriores, debido a que se detectó una fisura de la probeta antes de ensayarla, la cual pudo aparecer durante el proceso de conformado.

La Figura 3.23 presenta el comportamiento mecánico de la aleación Cu-14Al-5Ni-2Mn-1 Nb (esfuerzo vs deformación). La gráfica muestra el comportamiento de la aleación sometida a tensión reflejando su capacidad de elongación del material la cual aumento en un 246% respecto a C5. En cuanto a su esfuerzo máximo tenemos que alcanzó un valor mayor a 386 MPa. Superando los valores de la aleación base (C5) en un 145%.

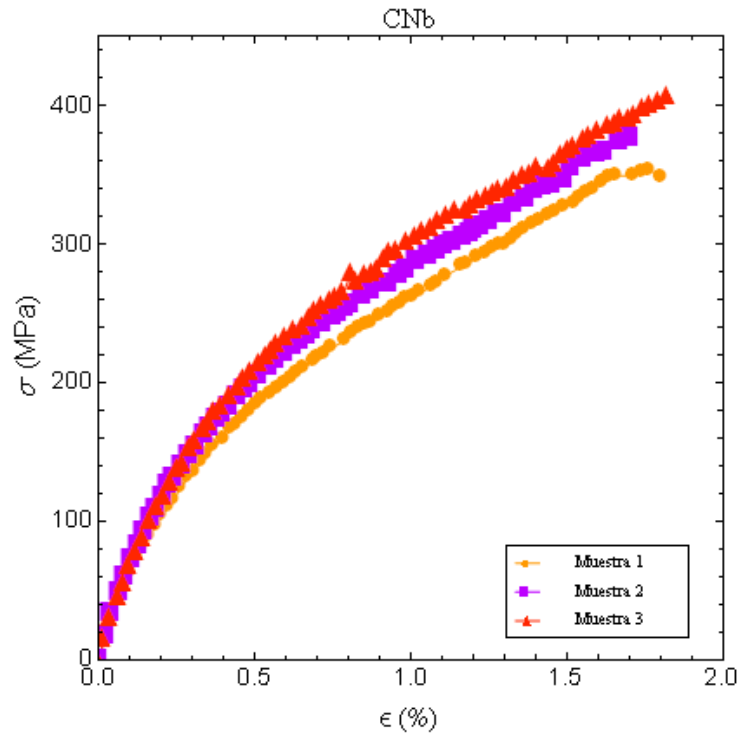


Figura 3.23 Pruebas mecánicas de la aleación aleada por 2% masa Mn y 1% masa Nb (β_3 – *martensita*)

El hecho de agregar Mn a la aleación no mejoró significativamente la ductilidad como lo reporta Ugur Saari et al. [19]. Por el contrario en esta investigación se encontró que la adición del 2% en peso de Mn a la aleación base (C5) ocasiona una disminución de su esfuerzo máximo pero incrementó su módulo de Young (en 200%) La Figura 3.24 refleja la disminución drástica del porcentaje de deformación en para muestras microaleadas C2Mn respecto a la aleación base C5. Es importante resaltar que C5 presentó un valor en porcentaje de deformación cuatro veces mayor al de la aleación C2Mn.

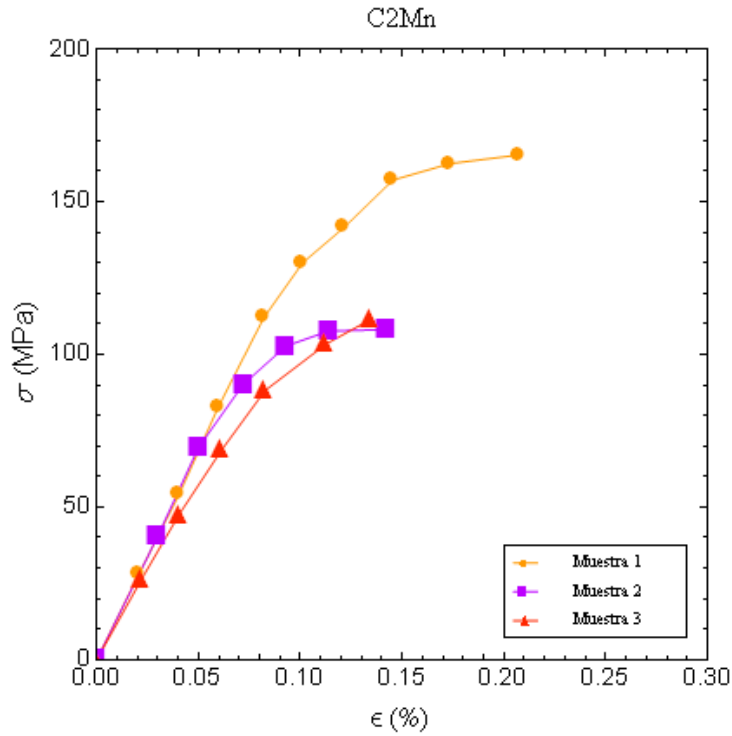


Figura 3.24 Pruebas mecánicas de la aleación aleada con 2% masa Mn (β_3)

En la siguiente figura es posible ver la fractura ocurrida en una de las probetas de las nuevas aleaciones. En dicha imagen se observa que la fractura fue transgranular. Lo cual indicaría que se produjo de diferente manera de la probeta de la aleación base. Los tipos de fracturas mostrados en las Figura 3.21 y Figura 3.25, reflejan comportamientos distintos frágiles. La fractura frágil se puede ver en la Figura 3.21, mostrando que se esta se produjo a lo largo de los planos cristalográficos, produciéndose en el interior de los granos, además de mostrar una baja deformación, al contrario de las muestras impurificadas que también mostraron un tipo de fractura frágil, pero con una mayor capacidad de deformación además de mostrar una típica fractura transgranular, la cual en la literatura está catalogada como frágil [38].



Figura 3.25 Fractura de una probeta aleada (Cu-Al-Ni-2%Mn-1%Nb)

En la Figura 3.27 se puede ver la comparación de las curvas de esfuerzo vs. deformación de la aleación base C5 y las aleaciones impurificadas; de esta manera se muestra la evidencia del cambio en propiedades mecánicas provocadas por la impurificación de la aleación.

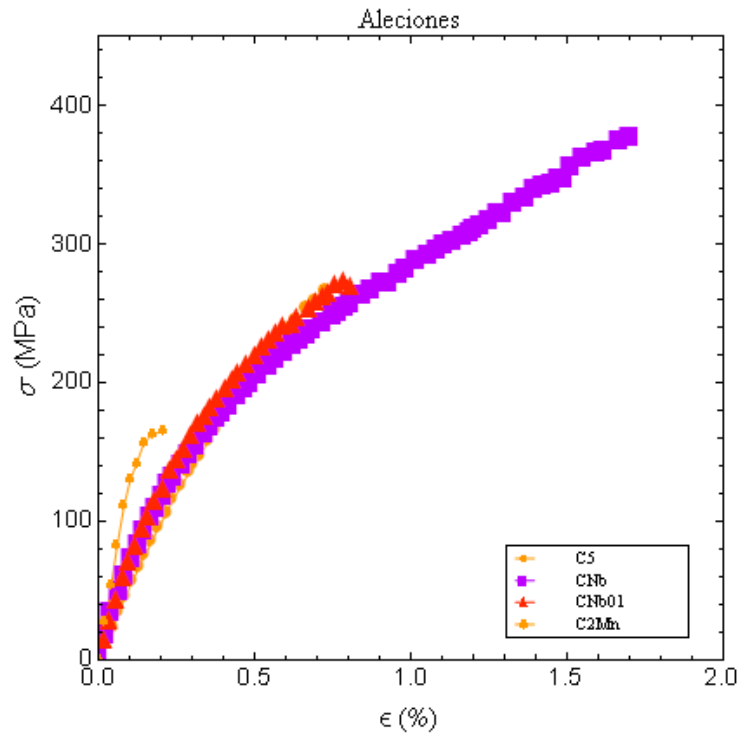


Figura 3.26 Comparación de graficas de esfuerzo vs deformación para la aleación C5 y aleadas.

Haciendo la comparación de los resultados obtenidos mediante el ensayo de tensión, se observa un mejoramiento de las propiedades mecánicas tales como: el módulo de Young, el esfuerzo máximo, esfuerzo crítico y la ductilidad mediante la adición del Nb.

Comparando la concentración de 0.1% y 1% de Nb podemos decir que entre mayor sea el porcentaje de Nb es mayor la capacidad de deformación del material, se puede apreciar en la Tabla 3.3 los módulos de Young para cada una de las aleaciones.

Tabla 3.4

Aleación	CNb	CNb01	C2Mn	C5	C4	C3
<i>E (Gpa)</i>	63.89	84.48	121.88	53.8	75.31	27.48

Se puede ver en la Tabla 3.4 y en la Figura 3.27 los módulos de Young de las respectivas aleaciones, los cuales se ven afectados de varias maneras. Las aleaciones con una mayor presencia de la fase β_3 tienden a presentar un módulo de Young más grande. Además de que aquellos materiales con una mayor fragilidad, fueron los que tuvieron un módulo de Young mayor.

La Figura 3.27 muestra los módulos de Young de cada una de las aleaciones y la deformación máxima, expresada mediante porcentajes que alcanzaron. Aquí se puede observar un comportamiento inverso para las dos propiedades.

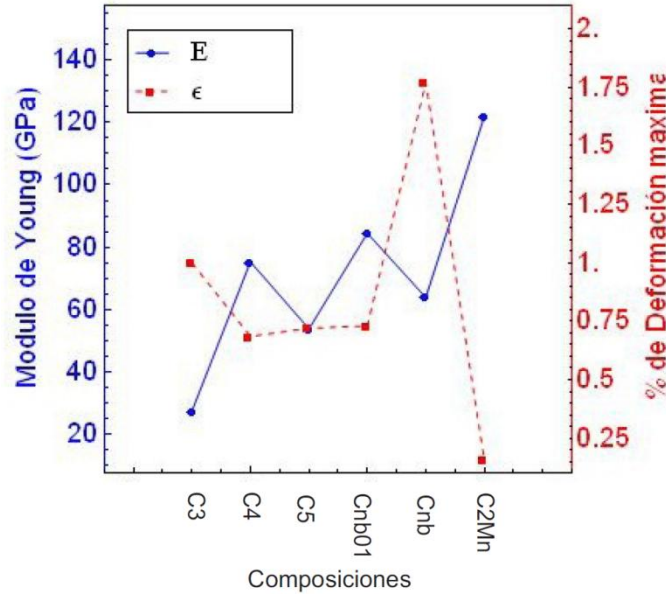


Figura 3.27 Modulo de Young y % de Deformación máxima como funciones de la composición.

La Figura 3.28 muestra el comportamiento mecánico de las aleaciones, reflejando las propiedades de esfuerzo crítico y esfuerzo máximo. En donde el esfuerzo crítico es aproximadamente la mitad del esfuerzo máximo de las aleaciones. Las aleaciones impurificadas con Nb aumentaron su esfuerzo máximo con respecto a las aleaciones base, mientras que la aleación impurificada con Mn disminuyó todas sus propiedades con respecto a la aleación base.

No se puede observar un patrón en cuanto a las aleaciones base Cu-Al-Ni, puesto que hay fluctuaciones en su comportamiento mecánico, después de aumentar el porcentaje en peso de Ni.

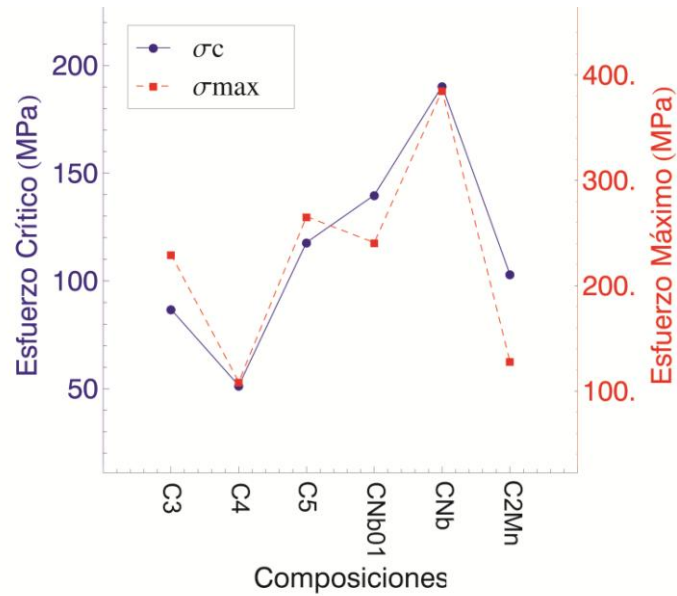


Figura 3.28 Curva esfuerzo crítico y esfuerzo máximo como funciones de la composición.

Mediante el estudio de correlación de imágenes se obtuvieron campos de desplazamientos referentes a las muestras estudiadas en este trabajo. El análisis se realizó mediante pares de imágenes, las cuales muestran el efecto de los ensayos de tracción a los que fueron sometidas las probetas para cada aleación estudiada. En la Figura 3.29 se pueden ver las curvas de esfuerzo vs deformación, de las muestras a las cuales se les hizo el análisis de correlación de imágenes, además de mostrar los rangos que abarcaron la correlación, los cuales están indicados en cada una de las curvas.

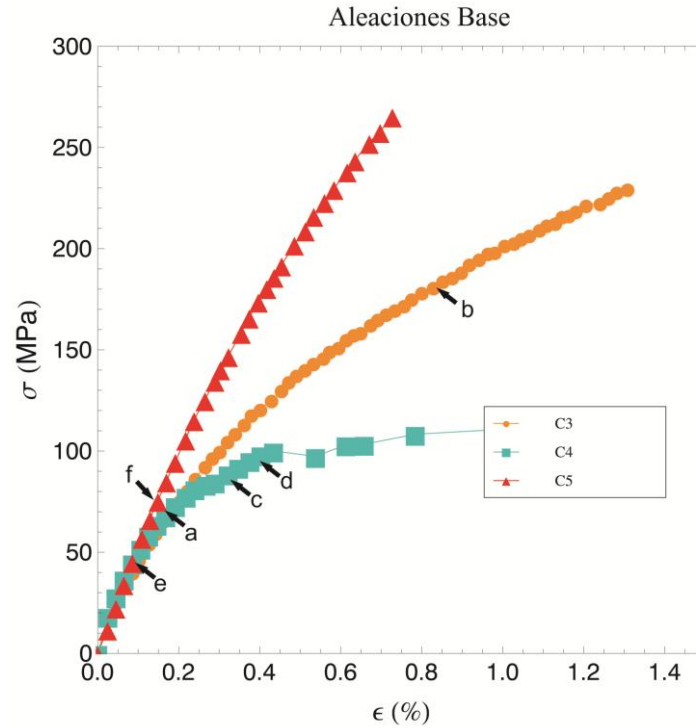


Figura 3.29 Localización de las imágenes empleadas en la correlación de imágenes digitales para las aleaciones base.

La Figura 3.31 muestra el campo de desplazamientos que no es exactamente hiperbólico como el que presentaría un material convencional o incluso un material con memoria de forma con grano pequeño en fase β_3 [44]. La distorsión del campo mostrado en la figura 3.26 se debe al tamaño de grano presente en la aleación ($>1\text{mm}$), el cual, como se vio en la sección anterior, es muy grande para una aleación metálica [44,45,46,47].

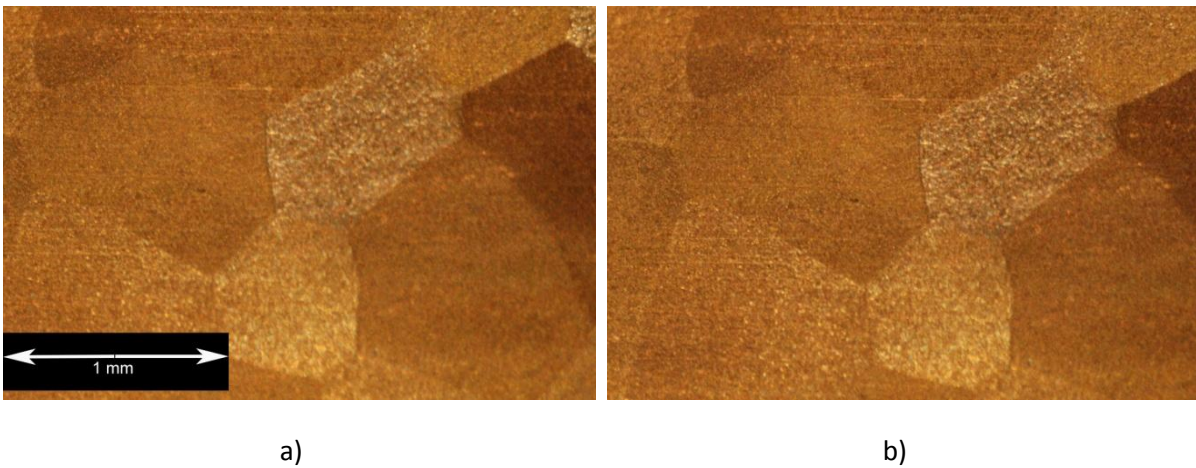


Figura 3.30 Imágenes captadas en el momento en que se aumentaba la carga en el material, (a) 1, (b) 2.

Para la obtención de este campo se utilizaron las imágenes 1 y 2 como se ve en la Figura 3.31 que corresponde a las etiquetas “a” y “b” de la Figura 3.29.

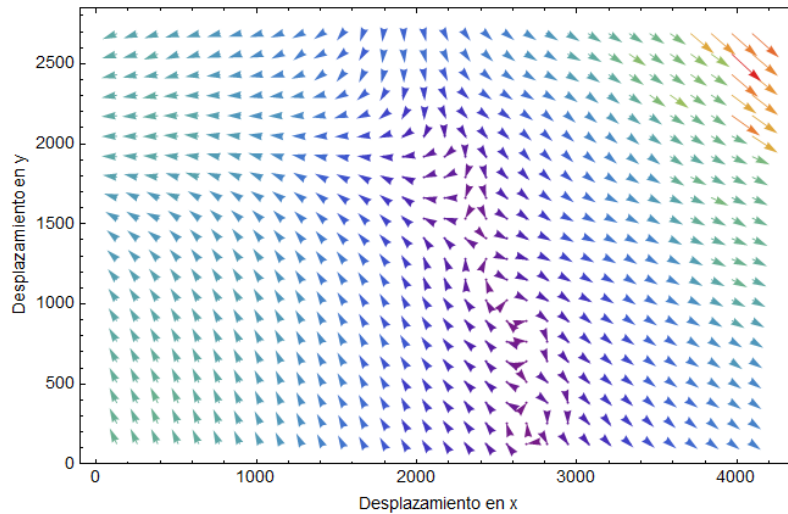
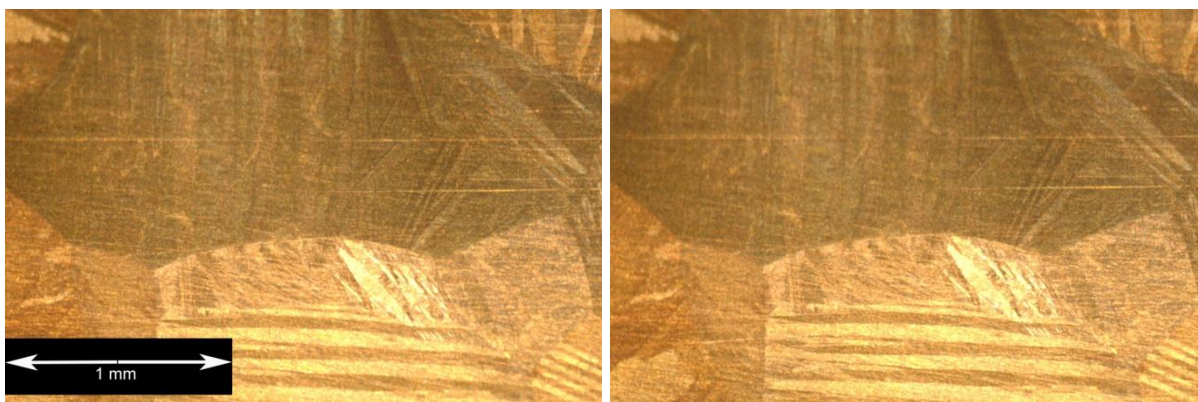


Figura 3.31 Campo de desplazamientos de C3

De la misma manera se hizo el análisis de correlación para la aleación C4 en donde se utilizaron las imágenes 3 y 4 (Figura 3.33) que corresponde a las etiquetas “c” y “d” de la Figura 3.29. En este caso se observó que el campo de desplazamientos presentó efectos de corte en mayor proporción ya que la muestra estaba de inicio en martensita ; por lo tanto, el campo mostrado en la Figura 3.34 revela la interacción de las agujas de martensita y su reacomodo debido al esfuerzo aplicado.



a)

b)

Figura 3.32 Imágenes de los ensayos de tracción, (a) 3 y (b) 4

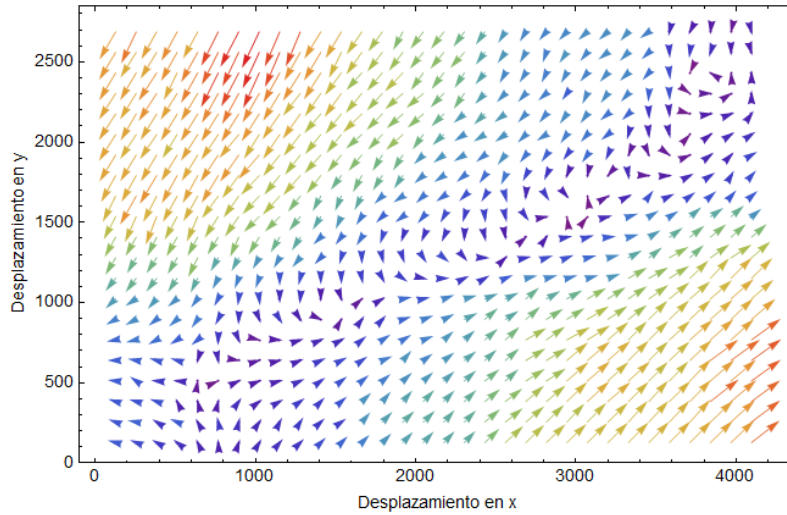


Figura 3.33 Campo de desplazamientos de C4

La correlación de imágenes hecha para la aleación C5, en la cual se utilizaron las imágenes 5 y 6 (Figura 3.35), que corresponden a las etiquetas “e” y “f” mostradas en la Figura 3.29. La aleación C5 muestra un comportamiento más homogéneo en cuanto al campo de desplazamientos se refiere, los cuales son mostrados en la Figura 3.36. La homogeneidad en su comportamiento se debe a que no hay presencia de martensita, la cual afecta el comportamiento de la aleación debido a sus direcciones preferenciales de transformación.

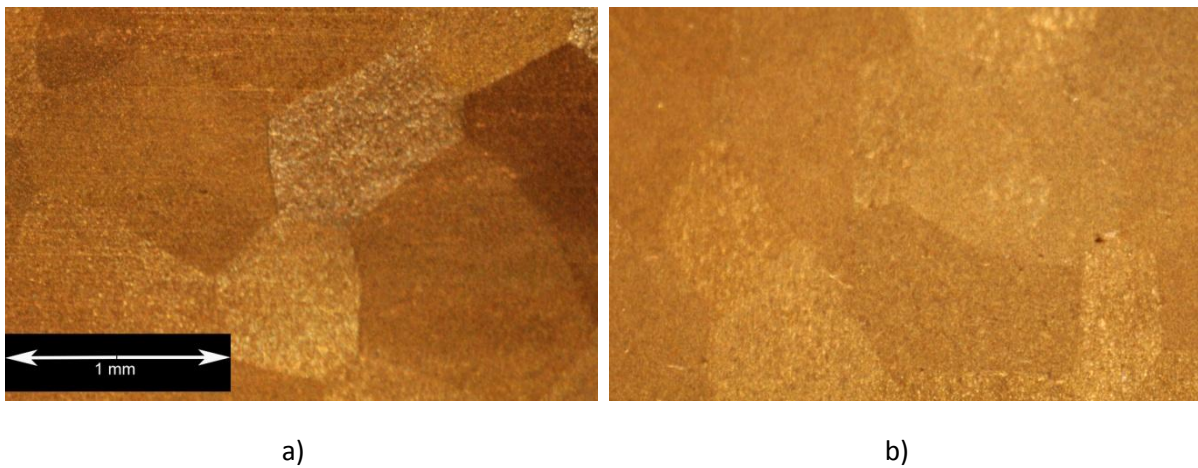


Figura 3.34 Imágenes obtenidas durante el ensayo de tracción de C5, (a) 5 y (b) 6

El campo de desplazamientos de C5 muestra una mayor homogeneidad respecto a los reportados para las aleaciones C3 y C4.

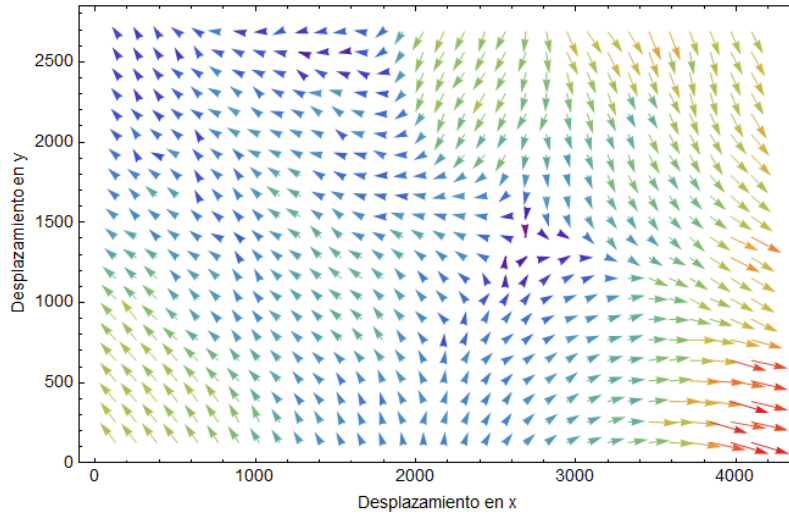


Figura 3.35 Campo de desplazamientos de C5

La siguiente figura están expresados los rangos que comprende el análisis de correlación de imágenes para las aleaciones impurificadas y muestra las curvas sobre las cuales se realizó dicho análisis.

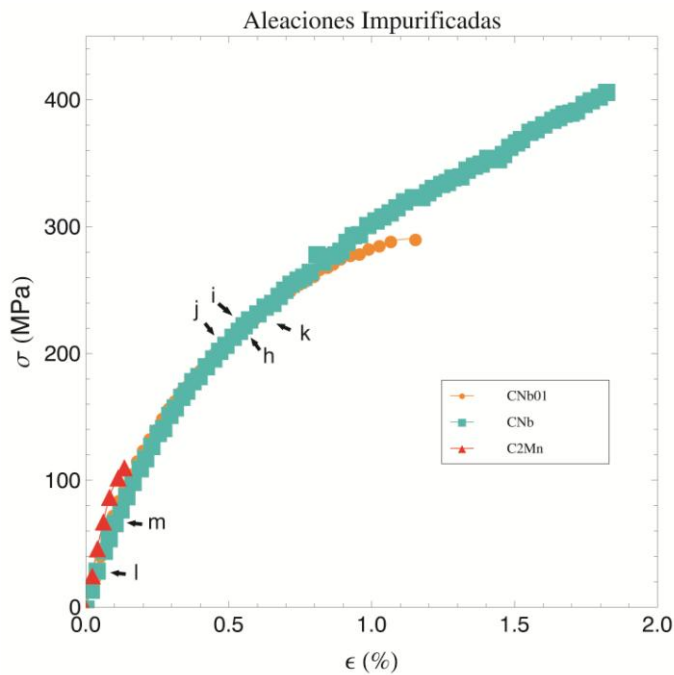


Figura 3.36 Localización de las imágenes empleadas en la correlación de imágenes digitales para las aleaciones aleadas.

Las imágenes de la correlación de la aleación CNb01 se obtuvieron de la zona en donde se sobre pasa al esfuerzo crítico de transformación, como se puede ver en la Figura 3.36, en donde las

imágenes utilizadas para el análisis fueron 7 y 8 , las etiquetas de estas imágenes corresponden a “h” e “i”. A pesar de ello el campo generado con estas imágenes es más homogéneo en comparación con los campos presentados para las aleaciones anteriores.



a)

b)

Figura 3.37 Imágenes durante el ensayo de tracción de CNb01, (a) 7 y (b) 8

En este campo de desplazamientos es posible observar perfectamente la zona donde se cambia de dirección, como se puede apreciar en la Figura 3.38, haciendo evidente que se trata de una prueba de tracción a la que fue sometida la aleación; a diferencia de las aleaciones anteriores, esto puede deberse al tamaño de grano presentado en esta, el cual fue de menor tamaño que el de las aleaciones C3, C4 y C5.

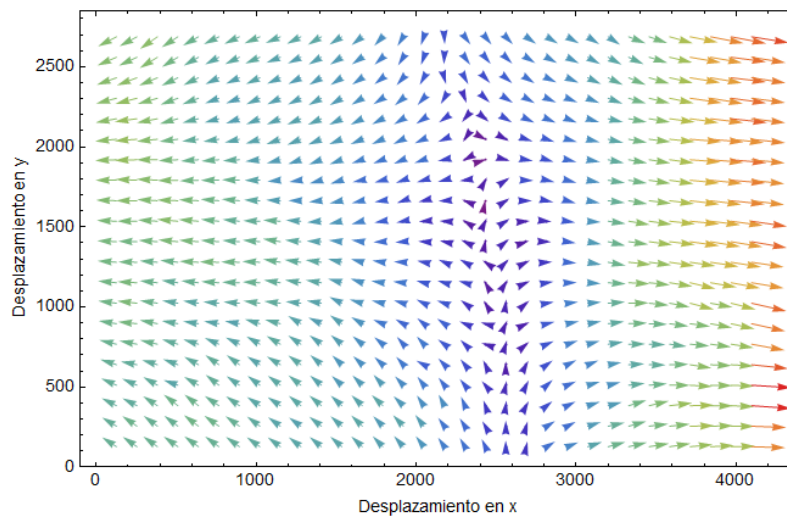


Figura 3.38 Campo de desplazamientos de la aleación CNb01

Las imágenes utilizadas para la correlación de la aleación CNb fueron las imágenes 9 y 10, como se puede ver en la Figura 3.39, las etiquetas utilizadas para estas imágenes son “j” y “k”, como se puede ver en la Figura 3.36 estas imágenes fueron tomadas, después de haberse alcanzado el esfuerzo crítico según la gráfica de esfuerzo deformación mostrada en la Figura 3.36.

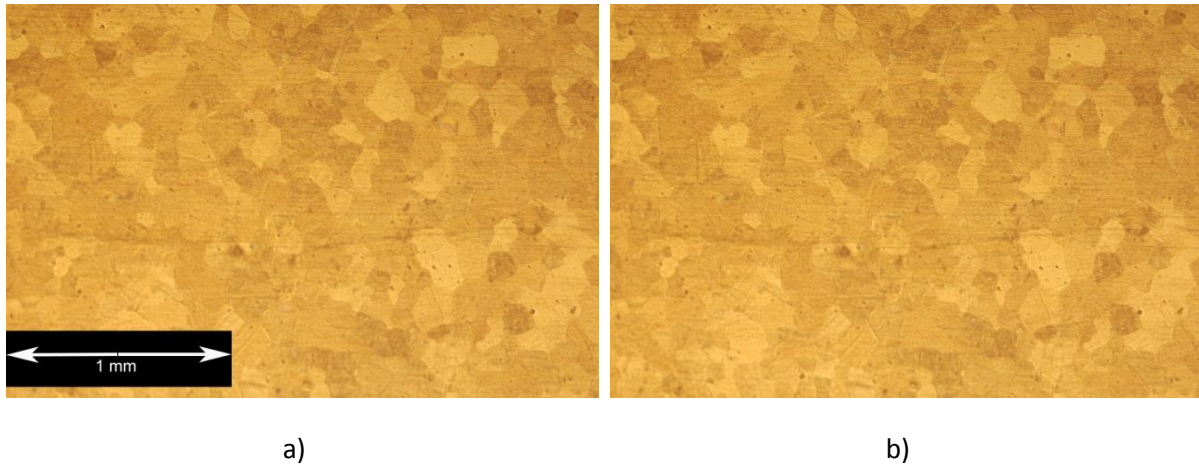


Figura 3.39 Imágenes obtenidas durante el ensayo de tracción de CNb, (a) 9 y (b) 10

En la Figura 3.40 se puede ver como el campo de desplazamientos es más homogéneo a los mostrados anteriormente, lo cual se puede deber al refinamiento de grano, a pesar de también presentar una mezcla de fases como en las aleaciones C3 y C4, las cuales no reflejan un comportamiento similar.

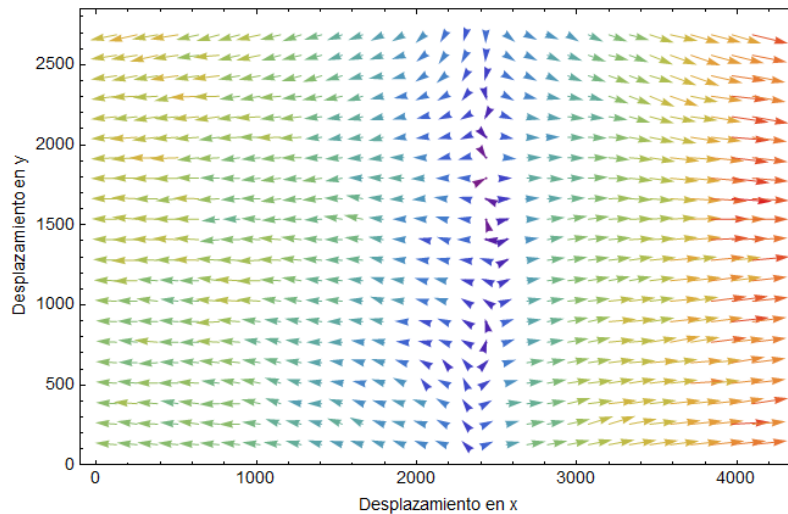
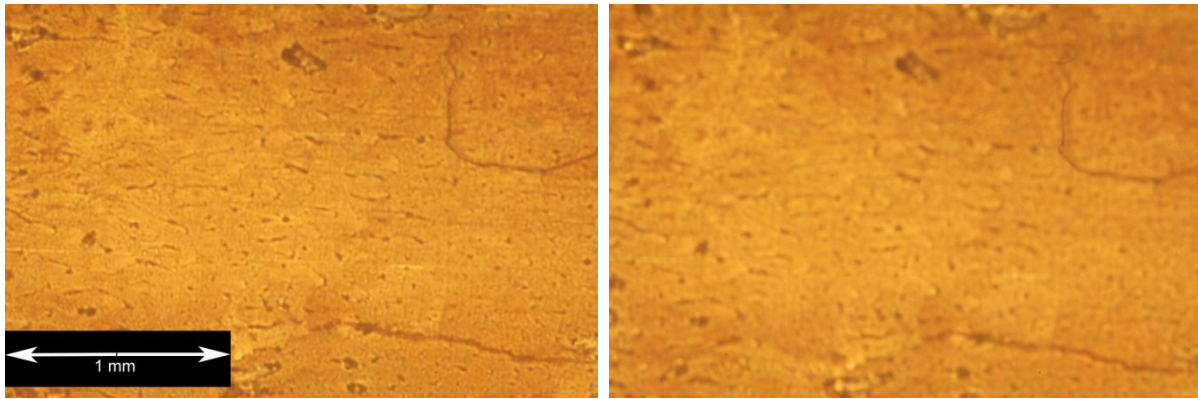


Figura 3.40 Campo de desplazamientos de la aleación CNb



a)

b)

Figura 3.41 Imágenes durante el ensayo de tracción de C2Mn, (a) 11 y (b) 12

Se puede ver en la Figura 3.42 el campo de desplazamiento generado por la correlación de imágenes (Figura 3.42). En el cual se puede distinguir cierta distorsión en la parte central, esta distorsión puede ser causada por las direcciones de transformación independientes de los granos, lo que provocaría un comportamiento anisotrópico en el material o posiblemente por una distorsión en la imagen causada por la degradación del mismo.

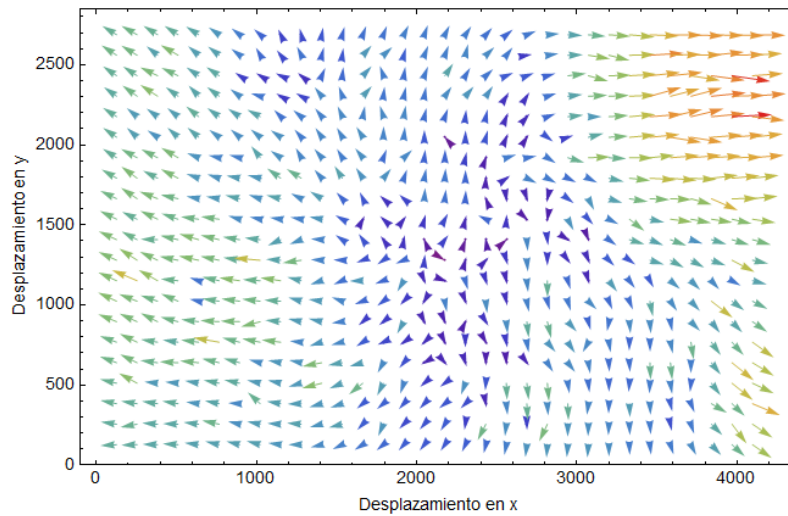


Figura 3.42 Campo de desplazamientos de la aleación C2Mn

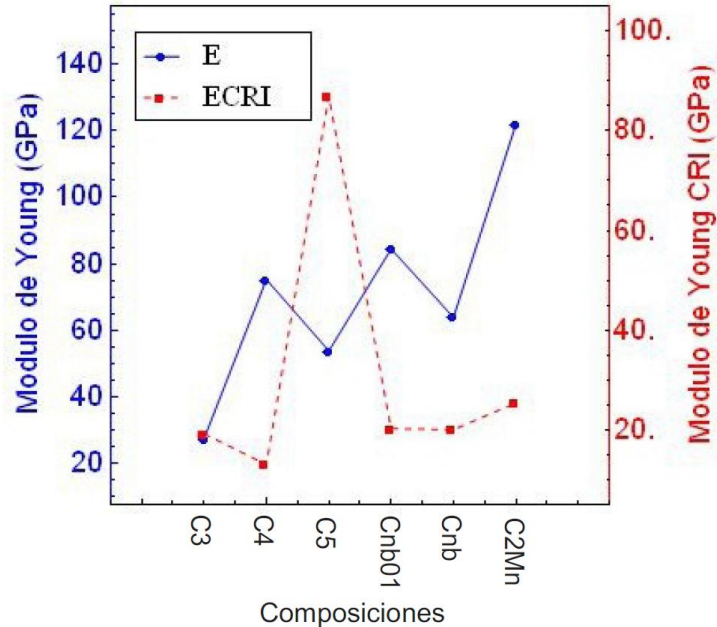


Figura 3.43 Módulos de Young micro y macro como función de la composición.

Se puede observar en la Figura 3.43 la comparación del módulo de Young obtenido mediante las curvas de esfuerzo deformación y el obtenido por medio del análisis de correlación de imagen, hay diferencias debido a que la base de medición es distinta, así mismo la deformación transformacional influye en el comportamiento de la transformación martensítica inducida por ese esfuerzo; ya que solamente transformaran granos que se vean favorecidos por la dirección de aplicación de la carga; Adicionalmente hay que recordar que el tamaño de grano resultó ser muy grande para las aleaciones base y por lo tanto esto también se convirtió en factor importante en los valores de módulo de Young a nivel micro-mecánico.

Debido a que las aleaciones estudiadas en este trabajo presentaron baja capacidad para deformarse (respecto a una aleación con memoria de forma del tipo CuAlBe o NiTi), el módulo de Young tiende a ser muy grandes.

Los valores obtenidos por correlación de imagen son diferentes a los obtenidos mediante la galga, puesto que los valores de la correlación dependen de la calidad de la imagen. Es importante resaltar que la iluminación y la calidad de imagen tienen una relación estrecha en el proceso de correlación de imágenes. Si bien la calidad de las imágenes obtenidas en este trabajo no fueron excelentes para todas las aleaciones C3, C4, C5, CNb, CNb01y C2Mn, sirvieron para mostrar algunos aspectos del comportamiento micro-mecánico de las mismas.

Es importante señalar que los dos métodos de análisis de deformación empleados, pueden ser afectados por diferentes factores; el método de extensométrica eléctrica puede ser afectado por el tamaño de grano, si este es muy grande la galga podría estar colocada dentro de un sólo grano, con lo cual la medición será dependiente de la dirección de transformación del grano para las AMF, de igual manera de si los granos ya están o no transformados afectara en las mediciones, así también como la dirección de aplicación de la carga. El método de correlación de imágenes también es afectado por el tamaño de grano ya que este depende del área de estudio, como ya se dijo anteriormente como de la calidad de la imagen. Por ello se busca un refinamiento de grano para poder hacer que el material y a sus propiedades se puedan reproducir posteriormente; normalizando sus valores.

4 Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos en la presente tesis se presentarán las conclusiones. A partir de los resultados de microscopía óptica, difracción de rayos x, microscopía electrónica de barrido y calorimetría diferencial de barrido se concluye que al incrementar el porcentaje de Ni hasta un 5% en peso produce una aleación en la fase β_3 . Por lo tanto el sistema Cu-14%Al-5%Ni fue utilizado como aleación base para las impurificaciones con Manganeso y Niobio.

Al agregar los elementos aleantes (Nb y Mn), al sistema Cu-14%Al-5%Ni, en diferentes porcentajes de concentración, se modificaron temperaturas críticas de transformación, parámetros estructurales como tamaño de grano y la inhibición de la fase γ_2 ; por lo tanto los nuevos sistemas Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn, Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-1%Nb y Cu-14%Al-5%Ni-2%Mn-0.1%Nb presentaron mejores propiedades mecánicas en comparación con la aleación base (C5): aumentaron alrededor de un 200%

La fase γ_2 en la aleación C5, no se hace presente con la adición de Mn, con lo cual se puede concluir que el Mn no sólo contribuye como un refinador de grano, si no que ayuda a inhibir la presencia de la fase γ_2 que tiende a fragilizar el material.

Mediante la caracterización de las aleaciones por medio de Difracción de rayos X, se pudo observar las fases presentes en los sistemas, mostrando de esta manera que los elementos aleantes, no modificaron de manera notable la microestructura de los sistemas. Al alear los sistemas CuAlNi-2%Mn, CuAlNi-1%Mn con 1% y 0.1% de Niobio respectivamente se presentaron precipitados, identificados por EDS, intermetálicos que contribuyen al refinamiento de grano como nucleantes y por lo tanto al cambio de sus propiedades.

Comparando los gráficos de las pruebas mecánicas de las aleaciones es notable el cambio provocado por los elementos aleantes en las propiedades mecánicas de las aleaciones que tienen presencia de martensita, ya que se logró aumentar tanto el esfuerzo máximo, además de aumentar la ductilidad de las aleaciones. Observando los campos de desplazamientos de cada una de las aleaciones se puede ver como con el refinamiento de grano de las mismas se logra una mejor distribución de la carga aplicada traducido en deformaciones homogéneas, consiguiendo así un campo de desplazamientos hiperbólico.

Cabe destacar el efecto del refinamiento del grano en el comportamiento del material mostrado por medio de la correlación de imágenes; los campos de desplazamiento muestran una mayor homogeneidad para las aleaciones con el refinamiento de grano.

Debido a las características mecánicas de las muestras no fue posible observar de manera sustancial la transformación por esfuerzo en estos materiales, por ello fue limitado en ese campo el estudio que se pudo dar a las aleaciones estudiadas en este trabajo.

5 Referencias

- [1] **López, E.** Una introducción a las Aleaciones con Memoria de Forma. 16, 2002, Vol. V.
- [2] **Olson, M. y Cohen, G.B.** On the classification of displacive phase transformations. s.l. : roceedings of the insternational conference on martensitic transformation, 1979, Vol. ICOMAT 79.
- [3] **Sanchez, F.M.** Estudio experimental del comportamiento mecánico de un material con memoria de forma. Distrito Federal : s.n., 2007.
- [4] **Wayman, K. Otsuka and C.M.** Shape memory materials . Cambridge : s.n., 1998.
- [5] **Kumar, P.K. y Lagoudas, D.C.** Shape Memory Alloys. s.l. : Springer, 2008.
- [6] **Recarte, V., Pérez-Sáez, R.B., Bocanegra, E.H., NÓ, M.L., SanJuan, J.** Influence of Al and Ni Concentration on the Martensitic. Pamplona : Metallurgical and materials trasactions a, 2002, Vol. 33A.
- [7] **Gao, Y., Zhu, M. y Lai, J.K.L.** Microstruture characterization and Effect of Thermal Cycling and Ageing on Vnanadium- doped Cu-Al-Ni-Mn high-temperature Shape Memory Alloy. Guangzhou : Journal of Materilas Science, 1998, Vol. 33.
- [8] **Tatar, Cengiz y Kazanc, Sefa.** Investigation of the effect of pressure on thermodynamic properties and thermoelastic phase transformation of CuAlNi alloys: A molecular dynamics stud. Turkey : s.n., 2011.
- [9] **Wayman, C.M. y Duering, T.M.** An introduction to martensite and shape memory. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys. London : s.n.
- [10] **De la Flor, Silvia.** Aleaciones con Memoria de forma.
- [11] **Cortés, Jacinto.** Contribucion al estudio de la pseudo-elasticidad en aleaciones con memoria de forma. México D.F. : s.n., 1998.
- [12] **Vajpai, S.K., Dube, R.K. y Sangal, S.** Processing and Characterization of CuAlNi shape memory alloy strips Prepared from prealloyed powder by hot densification rolling of powder pefomrs. Uttar Pradesh : Metallurgical and Materials transactions, 2011.
- [13] **Salcido, Nohemí.** Análisis experimental de diferentes aleaciones con memoria de forma para su posible uso como disipadores de energía sísmica. México D.F. : s.n., 2007.
- [14] **Askeland, Donald R. y Phulé, Pradeep P.** Ciencia e Ingeniería de los Materiales. México, D.F. : International Thomson Editores, 2003.
- [15] **Sure, G.N. y Brown, L.C.** The Mechanical Properties of Grain Refined betha-CuAlNi Strain-Memory Alloys. Columbia : Metallurgical Transactions, 1984, Vol. 15A.
- [16] **Lee, J.S. y Wayman, C.M.** Grain Refinement of a Cu-Al-Ni Shape Memory Alloy by Ti and Zr Additions. Towanda : Transactions of the Japan Institute of Metals , 1986, Vol. 27.
- [17] **Zou, W.H., Peng, H.Y., Wang, R, Gui, J., Yang, D.Z.** Heating Effects on fine Structure of a Cu-Al-Ni-Mn-Ti Shape Memory Alloy. Beijing : Acta Metallurgica Inc., 1995, Vol. 43.
- [18] **Sobrero, C.E., La Roca, P., Roatta, A., Bolmaro, R.E., Malarría, J.** Shape memory properties of highly textured Cu–Al–Ni–(Ti) alloys. Rosario : Materials Science and Engineering A, 2011.
- [19] **Sari, U., Kirindi, T., Ozcan, F., Dikici, M.** Effects of aging on the microstructure of a Cu-Al-Ni-Mn shape memory alloy. 4, Kinkkale : International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2011, Vol. 18.
- [20] **Lelatko, J. y Morawiec, H.** High temperature Cu-Al-Nb- based shape memory alloys. Silesia : s.n., 2001.
- [21] **Kainuma, R., Takahashi, S. y Ishida, K.** Thermoelastic Martensite and Shape Memory Effect in Ductile Cu-Al-Mn alloys. Sendai : Metallurgical and Materials Transactions A, 1995, Vol. 27A.
- [22] **Lanzini, F., Romero, R. y Castro, M.L.** Influence of Be addition on order-disorder transformations in Cu-Al. Buenos Aires : Intermetallics, 2008.
- [23] **Pérez-Sáez, R.B., San Juan, J., Recarte, V., NÓ, M.L., Caruana, G., Ruano, O.A.** *Processing of Cu-Al-Ni Shape Memory Allys by Powder Metallurgy.* Bilbao : Revista de Metalurgia, 1998.
- [24] **Sari, Ugur.** *Influences of 2.5wt% Mn addition on the microstructure and mechanical.* Kırıkkale : International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2010, Vol. 17.
- [25] **Stockel, Dieter.** The shape memory effect phenomenon, alloys, applications. 2000.
- [26] **Pelosin, V y Riviere, A.** High temperature structural evolution of a CuAlNi alloy studied by in situ X-ray diffraction and isothermal mechanical spectroscopy. s.l. : Materials Science and Engineering, 2002.

-
- [27] **Gastien, R., Corbellani, C.E., Sade, M., Lovey, F.C.** Thermodynamical aspects of martensitic transformations in CuAlNi single crystals. Bariloche : Scripta Materialia, 2004.
- [28] **Sari, Ugur y Aksoy, Ilhan.** Electron microscopy study of 2H and 18R martensites in Cu–11.92 wt% Al–3.78 wt% Ni shape memory alloy Yahsihan : Journal of Alloys and Compounds, 2006.
- [29] **Yang, G.S., Lee, J.K. y Jang, W.Y.** Microstructural Evolution in CuAlNi Alloy with Ageing. Susuk-Dong : Trans Tech Publications, 2007.
- [30] **Graczykowski, B., Biskupski, P., Mroz, B., Mielcarek, S., Nó, M.L., San Juan, J.** Elastic properties of Cu–Al–Ni shape memory alloys studied by dynamic mechanical analysis. Pozman : Smart Materials and Structures, 2009.
- [31] **Gómez-Cortés, J.F., San Juan, J., López, G.A., Nó, M.L.,** Synthesis and characterization of Cu Al Ni shape memory alloy multiplayer thin films, 2013, Thin Solid Films
- [32] **Albuquerque, V.H.C., Melo, T.A de A, Gomes, R.M, de Lima, S.J.G, Tavares, J.M.R.S.** Grain size and Temperature Influence on the Toughness of CuAlBe. 2010, Materials Science and Engineering A, pp. 459-466.
- [33] **Recarte, V., Pérez-Landazábal, J.I., Ibarra, A., Nó, M.L., San Juan, J.,** High temperature β phase decomposition process in a Cu-Al-Ni shape memory alloy, Materials Science and Engineering A, 10 September 2003.
- [34] Instruction Bullentin, Strain Gage Installations with M-Bond 200 Adhesive, Micro-Measurements: 2011.
- [35] **Willert, C.E., Gharib M.,** 1991, "Digital Particle Image Velocimetry". Experiments in fluids. Vol. 10. Pp. 181-193.
- [36] **Jian-guo, L.I., Min, H. Mo, M.A., Wei, Y.E., Dong-you, L., Doung-ming, S., Bing-zhe, B., Hong-sheng, F.** Performance comparison of Al-Ti-C and Al-Ti-B master alloys in grain refinement of commercial and high purity aluminum. November 2005, Transactions of Nonferrous Metals-Society of China.
- [37] Norma ASTM E 112-96 **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**, ASTM International,
- [38] **Wang. Z, Liu, X.F., Xie, J.X.** Effect of γ_2 phase evolution on mechanical properties of continuous columnar-grained Cu-Al-Ni alloy. 2012, Materials Science and Engineering A
- [39] **Minemura, T., Andoh, H., Ikuta, I.,** Reversible color change in Cu-Al-Ni alloy ribbon associated with phase transformation. Japan 1987, Journal of Materials Science.
- [40] **Yang, G.S., Lee, J.K., Jang, W.Y.,** Microstructural evolution in Cu-Al-Ni alloy with ageing. Korea 2007, Solid State Phenomena Vols. 124-126
- [41] **Izadinia, M., Dehghani, K.** Microstructural evolution and mechanical properties of nanostructured Cu-Al-Ni- shape memory alloys. Abril 2012, International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials
- [42] **Nevin, S., Sel, N.,** Effects of thermal aging on transformation temperatures and some physical parameters of Cu-13.5 wt. Al-4 wt.% Ni shape memory alloy, Thermochimica Acta, 3 February 2012.
- [43] **Altomare, A., Caliendo, R., Dasilva, I., Giacomazzo, C., Moliterni, A.G.G., Rizzi, R ,** Applied Crystallografy, Proceedings of the XIX Conference, Kraków, Poland 2003
- [44] **Sánchez-Arévalo, F.M., Pulos, G.,** Use of digital correlation to determine the mechanical behavior of materials, Materials Characterization, 3 February 2008.
- [45] **Sánchez-Arévalo, F.M., García-Fernández, T., Pulos, G., Villagrán-Muniz , M.,** Use of digital speckle pattern correlation for strain measurements in a CuAlBe shape memory alloy, Materials Characterization, 14 January 2009.
- [46] **Sánchez-Arévalo, F.M., Pulos, G., Pérez-Cabeza de Vaca, R.,** Evolution of the stress-induced martensitic transformation in a CuAlBe shape memory alloy under uniaxial tension, Shape Memory Alloys.
- [47] **Martínez-Fuentes, R.J., Sánchez-Arévalo, F.M., García-Castillo, F.N., Lara-Rodríguez, G.A., Cortés.Pérez, J., Reyes-Solís, A.,** Micromechanical Behavior of CuAlBe Shape Memory Alloy Undergoing 3-Point Bending Analyzed by Digital Image Correlation, Shape Memory Alloys – Processing, Characterization and Applications, 2013.