

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**CARACTERIZACIÓN DEL EFECTO MEMORIA DE FORMA ASISTIDO BAJO  
ESFUERZOS CONSTANTES EN CINTAS DELGADAS DE TiNiCu**

**Por: OSCAR ORDAZ ALTAMIRANO**

**TESIS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

**SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN**

**JULIO DE 2019**



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

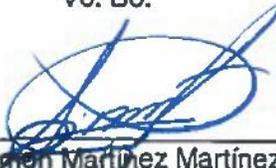
Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis **Caracterización del efecto de memoria de forma asistido bajo esfuerzos constantes en cintas delgadas de TiNiCu** realizada por el alumno(a) Oscar Ordaz Altamirano ,con número de matrícula 1570103 , sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidades en Materiales

El Comité de Tesis

  
Dr. Enrique M. López Cuellar  
Director

  
Dra. Beatriz C. López Walle  
Revisor

  
Dr. Luis A. López Pavón  
Revisor

Vo. Bo.  
  
Dr. Simón Martínez Martínez  
Subdirector de Estudios de Posgrado



## **Dedicatoria**

### **A mi Familia**

Por el apoyo incondicional que se me ha brindado y la oportunidad de haber materializado en este trabajo uno de los sueños más grandes de mi carrera profesional.

### **A mis Padres**

Ernesto Ordaz Matus y Gloria Altamirano Martin, quienes fueron indispensables, sobre todo en aquellos momentos difíciles, para ustedes.

Un agradecimiento especial a Fátima Fabiola Güemez Cancino, por su apoyo incondicional en la realización de este proyecto.

*“Nunca he perdido el sentimiento de contradicción que hay detrás de todo conocimiento.”*

Hermann Hesse.

## **Agradecimientos**

A mi asesor, el Dr. Enrique López Cuellar, quien con su gestión ha sido posible la concepción final de este trabajo, su amplio conocimiento y consejos fueron de gran ayuda para la realización de este proyecto, su compromiso y rigor académico están plasmados en estas páginas.

Agradezco al Consejo de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por su apoyo y patrocinio para la realización de este proyecto de tesis.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León, en especial a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, quienes desde más de 7 años me han brindado la oportunidad de conocer tanto, muchas gracias.

Al Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT) a todas aquellas personas, por su valiosa colaboración y aportación de información clave para este proyecto, así mismo por la confianza otorgada para el uso de todos los equipos y materiales que fueron puestos a mi disposición, muchas gracias.

A usted lector, por dedicar de su tiempo a leer estas páginas, en cada una de ellas están plasmados el esfuerzo y dedicación de un trabajo en conjunto que representa la fuente más sólida para la comprensión de este Proyecto.

*“Equipado con sus cinco sentidos, el Hombre explora el Universo que lo rodea y a sus aventuras las llama Ciencia.”* Edwin Powell Hubble.

Resumen	7
<b>1 INTRODUCCIÓN</b>	<b>8</b>
<b>1.1 Objetivos</b>	11
<b>1.1.1 Objetivo general</b>	11
<b>1.1.2 Objetivos específicos</b>	11
<b>1.2 Hipótesis</b>	11
<b>2 ANTECEDENTES Y FUNDAMENTOS</b>	<b>12</b>
<b>2.1 Fundamentos históricos de las aleaciones con memoria de forma (AMF)</b>	12
<b>2.1.1 Mecanismo del efecto de memoria de forma</b>	13
<b>2.1.2 Martensita termoelástica</b>	16
<b>2.1.3 Efecto de memoria de forma simple (EMFS)</b>	18
<b>2.1.4 Efecto doble de memoria de forma (EDMF)</b>	20
<b>2.1.5 Efecto de memoria de forma de doble sentido asistido (EMFDSA)</b>	22
<b>2.1.6 Martensita inducida por tensión: Efecto superelástico</b>	24
<b>2.2 AMF base NiTi y TiNiCu</b>	26
<b>2.3 Desarrollo de las cintas delgadas de AMF</b>	28
<b>2.3.1 Método de fusión por plasma (<i>skull push-pull</i>)</b>	28
<b>2.3.2 Fabricación de cintas por el método <i>melt spinning</i></b>	30
<b>2.4 Aplicaciones de las AMF</b>	32

2.4.1	Aplicaciones aeronáuticas	34
2.4.2	Aplicaciones aeroespaciales	37
2.4.3	Aplicaciones automotrices	38
2.4.4	Aplicaciones médicas	41
2.4.5	Aplicaciones comerciales	42
<b>3</b>	<b>SECCIÓN EXPERIMENTAL</b>	<b>45</b>
3.1	Introducción	45
3.2	Diagrama de actividades	45
3.3	Fabricación de las aleaciones con memoria de forma	46
3.3.1	Homogenización de la aleación por el método de fusión por plasma (PSPP)	46
3.3.2	Fabricación de las cintas delgadas TiNiCu por el método <i>melt spinning</i>	49
3.4	Técnicas de caracterización	50
3.4.1	Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	51
3.4.2	Microscopio electrónico de barrido (SEM)	52
3.4.3	Caracterización electromecánica	53
3.4.4	Caracterización termomecánica	56
3.5	Diseño, construcción y funcionamiento de la máquina de ensayos termomecánicos	58
3.5.1	Diseño	59

<b>3.5.2</b>	Descripción general de la máquina	61
<b>3.5.3</b>	Software implementado	64
<b>4</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	66
<b>4.1</b>	Caracterización microestructural	66
<b>4.2</b>	Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	73
<b>4.3</b>	Caracterización electromecánica	76
<b>4.4</b>	Caracterización termomecánica	84
<b>4.5</b>	Síntesis de resultados	92
<b>5</b>	<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	93
<b>5.1</b>	Conclusiones	93
<b>5.2</b>	Recomendaciones	94
<b>6</b>	<b>REFERENCIAS</b>	95
<b>7</b>	<b>ACRÓNIMOS Y SIGLAS</b>	100
<b>8</b>	<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b>	103
<b>9</b>	<b>ÍNDICE DE TABLAS</b>	108
<b>10</b>	<b>RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO</b>	109

## Resumen

Las aleaciones con memoria de forma (AMF) son materiales cuyas características son aprovechadas en el desarrollo de actuadores. No obstante, la adición de elementos aleantes a la matriz de la AMF deriva en una alteración de propiedades significativa para el efecto de memoria de forma; por ende, este trabajo tiene como principal objetivo el estudio termomecánico de cintas delgadas tomando en cuenta la medición de las variables físicas involucradas en el efecto de memoria de forma: deformación, tensión, temperatura y porcentaje de recuperación. Dicho efecto es explicado en la sección de antecedentes.

En este estudio se utilizó la aleación TiNiCu la cual se conformó por el método de fusión inducida al vacío y, para obtener la forma de cintas delgadas, se recurrió al método de solidificación rápida o *melt spinning* con una velocidad de rueda de 38 y 50 m/s.

En estudios previos, el Dr. Osvaldo Lomas Hernández, implementó una máquina de ensayos electromecánicos en la UANL, en la cual se estudió el comportamiento de cintas delgadas de NiTi bajo fatiga termomecánica hasta la ruptura [1]. Sin embargo, el estudio recurrió a un modelo de transferencia de calor para calcular las temperaturas de transformación en base a la densidad de corriente. En el presente trabajo de tesis se obtuvieron los valores de temperatura a través de una máquina de ensayos termomecánicos, facilitando la medición e interpretación de los datos. Para complementar el análisis, se recurrieron a otras técnicas de caracterización como calorimetría diferencial y microscopía electrónica.

Concluimos que fue posible obtener un elemento de aleación flexible y manejable, que puede ser activado por estímulos de temperatura, esfuerzo y corriente eléctrica para su futura utilización en el desarrollo de actuadores.

## 1. INTRODUCCIÓN.

Los materiales con memoria de forma se caracterizan por la capacidad de recuperar su forma original de una deformación significativa cuando se aplica un estímulo particular.

Estas características les permiten a las aleaciones con memoria de forma ser utilizadas como dispositivos actuadores, ya que el mecanismo puede ser activado por diferentes estímulos: temperatura, corriente eléctrica, campo magnético y por cargas mecánicas que generan un esfuerzo.

El efecto de memoria de forma está relacionado con el mecanismo de transformación de martensita reversible. El efecto se produce cuando a una temperatura baja, menor a la  $M_f$ , temperatura a la cual el material se encuentra completamente en fase martensita ( $T < M_f$ ), el material es deformado y posteriormente calentado a una temperatura alta, mayor que la  $A_f$ , temperatura a la cual el material se encuentra totalmente en fase austenita ( $T > A_f$ ) y en la cual el material recupera su forma inicial.

Hay tres grupos principales de sistemas AMF:

- Basado en Cu (CuAlNi, CuZnAl)
- Basado en NiTi (Nitinol, TiNiCu)
- Basado en Fe (FeMnSi, FeNiC, FeNiCoTi)

La mayoría de los metales y sus aleaciones comienzan a mostrar deformación plástica después de un 0.2% de elongación cuando se someten a cargas; sin embargo, las AMF pueden deformarse hasta un 8% sin llegar a su plasticidad [1], recuperando también su forma original cuando se elimina la tensión de la AMF en cuestión.

Las áreas de aplicación en donde se encuentran estos materiales existen en diversos campos, tales como la medicina, la aeronáutica, en el sector petroquímico, en el sector aeroespacial, entre otras.

El interés de este estudio es analizar las aleaciones con efecto de memoria de TiNiCu cuya finalidad es tratar de manipular las temperaturas de transformación, y observar cómo influyen los tratamientos térmicos en estas temperaturas.

Este trabajo se centra en caracterizar el efecto de memoria de forma de las cintas delgadas de TiNiCu que resulten en la comprensión del comportamiento de memoria de forma de doble sentido asistido (MFDSA) para su uso en el desarrollo de actuadores. Para ello, se analizaron cintas delgadas de aleación de memoria de forma TiNiCu y sus propiedades termomecánicas y microestructurales fueron caracterizadas a través de los métodos de calorimetría diferencial de barrido (DSC), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS), además del estudio del comportamiento mecánico bajo estímulos de corriente eléctrica y calor en las máquinas de ensayos electromecánicos y termomecánicos desarrolladas en los laboratorios del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT) de la FIME, UANL.

En el siguiente capítulo, segundo capítulo, se hace una descripción general del efecto de memoria de forma, se mencionan las aleaciones que presentan este fenómeno, principalmente las aleaciones de base NiTi, las cuales representan las bases teóricas del presente trabajo de tesis, así mismo se mencionan las ventajas y desventajas en comparativa con otras aleaciones que presentan el mismo efecto. Se analiza la estructura atómica en cada una de las fases, austenita y martensita, y la correlación de éstas con la temperatura. En este apartado se explican las cuatro temperaturas más importantes en el proceso de memoria de forma, tales como el inicio de la transformación martensítica ( $M_s$ ), cuando la transformación se ha completado casi en su totalidad ( $M_f$ ), la transformación de inicio de la austenita ( $A_s$ ) y cuando la transformación se completado ( $A_f$ ).

En el tercer capítulo se abordan las técnicas de experimentación y caracterización llevadas a cabo en esta tesis; también se introduce una descripción breve de cada técnica de caracterización llevada a cabo en este trabajo. Además, se explica a detalle la adaptación y mejora de la máquina de ensayos termomecánicos [1] y el programa implementado para adquirir y graficar los datos.

El cuarto capítulo se centra en el análisis de los resultados de las máquinas de ensayos electromecánicos y termomecánicos. Su objetivo es la comprensión de la activación del efecto de memoria de forma bajo estímulos eléctricos y de calor en la aleación TiNiCu, para su futura utilización y desarrollo en actuadores basados en el mecanismo de memoria de forma.

Finalmente, en el quinto capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones. En este capítulo se puede constatar el alcance del objetivo planteado en este trabajo.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo general**

Desarrollar una máquina de ensayos termomecánicos que permita determinar los puntos térmicos de transformación de fase a distintos niveles de carga para proporcionar una mejor comprensión sobre el mecanismo de memoria de forma y determinar la posible utilización de las cintas delgadas de TiNiCu (25-35  $\mu\text{m}$  de espesor) como elementos de respuesta en actuadores.

### **1.1.2 Objetivos específicos**

- Construir una máquina de ensayos termo y electromecánicos capaz de aplicar cargas mecánicas, control de temperatura y control eléctrico para estudiar las propiedades físicas y mecánicas de las cintas de AMF a ciclos prolongados.
- Analizar los datos obtenidos de las máquinas de ensayos termomecánicos y electromecánicos para caracterizar el efecto de memoria de forma de las cintas bajo diferentes cargas mecánicas y rangos de temperaturas.
- Caracterizar el comportamiento termodinámico de la muestra: las temperaturas de transformación se medirán por medio de un análisis DSC.
- Caracterizar la composición de la muestra: se usará un análisis EDX para determinar la composición de la aleación.
- Caracterizar la microestructura de la muestra: se utilizará microscopía electrónica de barrido (SEM) para informar la morfología y buscar precipitados en las cintas.

## **1.2 Hipótesis**

El desarrollo de la máquina de ensayos termomecánicos y electromecánicos permitirá facilitar el estudio del comportamiento de cintas delgadas de aleación TiNiCu de AMF bajo esfuerzos constantes, lo que resulta en una mejora para la comprensión del efecto de memoria de forma y la integridad mecánica del elemento actuador en condiciones de servicio.

## 2. ANTECEDENTES Y FUNDAMENTOS.

En este capítulo se describe de manera breve los puntos más importantes en la historia del desarrollo de las aleaciones con memoria de forma y su impacto tecnológico; de igual manera, se menciona detalladamente el mecanismo del efecto a escala microestructural y cómo este puede ser aprovechado en múltiples aplicaciones en diferentes ramos tecnológicos.

### 2.1 Fundamentos históricos de las aleaciones con memoria de forma (AMF)

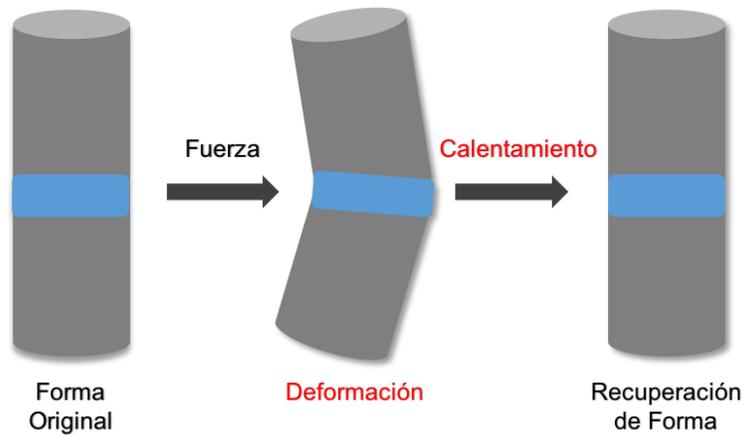
El descubrimiento del efecto de memoria de forma según Miyazaki y Otsuka se remonta a la década de los años 30 [38], cuando el químico sueco Gustav Arne Ölander observó el comportamiento pseudoelástico en una aleación de Au-Cd. Cuando un elemento de esta aleación era deformado plásticamente y se le aplicaba calor, éste podía recuperar su forma original. En 1938, Greninger y Mooradian experimentaron con una aleación de Cu-Zn y encontraron una relación entre el cambio de temperatura y la formación de una fase cristalina en la aleación [2]. Para 1951, Chang y Read estudiaron el mecanismo de memoria de forma y el fenómeno de formación de fases cristalinas mediante análisis de rayos X. En 1958, presentaron el primer dispositivo actuador en emplear el efecto de memoria de forma, la aleación del elemento era Au-Cd [3].

En 1961, en el laboratorio de artillería naval de E.U.A, el ingeniero metalurgista William J. Buehler logra desarrollar una aleación de Níquel-Titanio (NiTi) con proporciones casi equiatómicas Esta aleación proporcionaba las propiedades de memoria de forma con ventajas sobre la aleación de Au-Cd de Ölander. Estas ventajas consistían en una mayor capacidad de recuperación tras la deformación plástica, transición de fases más definida, más resistente a la corrosión y suponía un menor costo de fabricación. Buehler y su equipo de investigadores lo nombraron NiTiNOL (acrónimo de Ni-Ti-Naval Ordnance Laboratory) [4]. Es en este momento cuando estas aleaciones comienzan a adquirir mayor relevancia.

Después de la década de los 70s, las AMF han ido ganando terreno en el uso de aplicaciones biomédicas como el desarrollo de dispositivos stents para descongestionar arterias obstruidas, o elementos de control de flujos hidráulicos en sistemas aeronáuticos; en general, todo dispositivo de actuación que aproveche la energía contenida en trabajo puede ser utilizado en sistemas de automatización. En la última década se han estado desarrollando sistemas mecatrónicos que incluyen elementos de AMF para prótesis robóticas sustituyendo por completo los motores eléctricos, y reduciendo considerablemente el peso; esto le confiere una mayor versatilidad debido a su semejanza en la respuesta de actuación con los músculos humanos.

### **2.1.1 Mecanismo del efecto de memoria de forma.**

Como se mencionó anteriormente, las AMF poseen propiedades que contribuyen en gran medida al desarrollo de sistemas de automatización. El incremento en la demanda debido a su uso como actuadores en el campo de la robótica ha impulsado su crecimiento en materia de investigación. Entre dichas propiedades destacan el efecto de memoria de forma (EMF) y la superelasticidad (SE). Estos efectos pueden provocar un cambio de forma a nivel macroscópico que se deriva de una transición de fases (ver figura 2.1) conocido en las AMF como transformación de martensita termoelástica (TMTE) [3]. Esta transformación consiste en un desplazamiento en la red atómica debido a un cambio de fases que responde a la variación de temperatura y puede ser reversible, coexistiendo en una histéresis, la fase de baja temperatura o martensita y la fase de alta temperatura o austenita; ambas son distintas tanto en propiedades como en estructura cristalina [5].



**Figura 2.1.** Esquema representativo del efecto de la memoria de forma en el modo de flexión.

En los sólidos pueden presentarse dos mecanismos de transición de fases, una de manera lenta, en la cual existe difusión, donde una gran cantidad de átomos se desplazan aleatoriamente cambiando sus posiciones de equilibrio para formar una estructura más estable; y el segundo, de manera rápida o sin difusión, puesto que las velocidades de transformación son cercanas a la velocidad del sonido [6]. En las AMF la manera en la que ocurre el autoacomodamiento es sin difusión, ya que el desplazamiento de los átomos se da por un cizallamiento homogéneo de la red; esto supone que el desplazamiento de los átomos en la red se da en movimientos de corto alcance, menores a una distancia atómica.

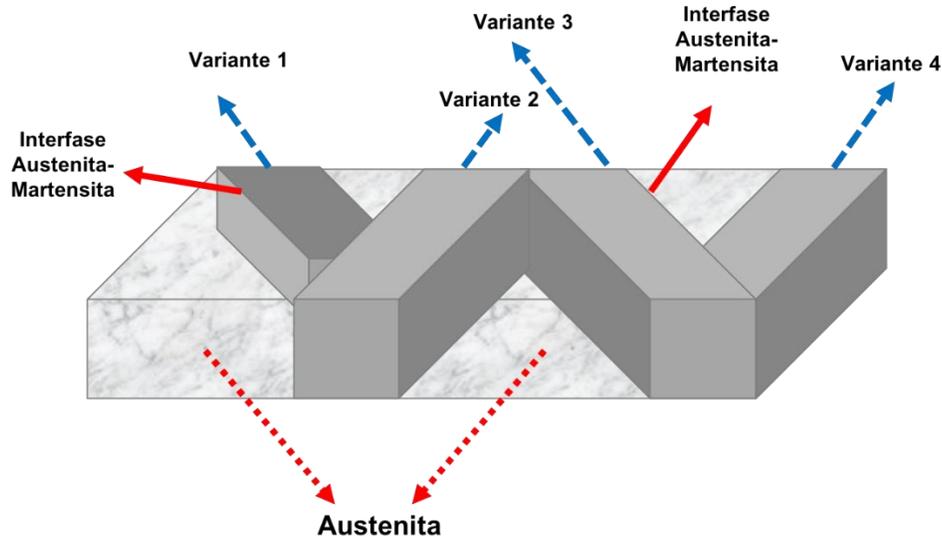
La transformación por cizallamiento que se esquematiza en la figura 2.2, se forma por un movimiento de la frontera que divide a la fase austenita de la fase martensita, y es independiente del tiempo; es decir, la cantidad de la nueva fase depende únicamente de la temperatura y no del tiempo a la que se mantuvo dicha temperatura. Las variantes corresponden a las estructuras cristalinas en el plano de hábito con distintas orientaciones. La mayoría de las variantes se forman durante el proceso de conformado del elemento de AMF. Estas orientaciones pueden ser favorecidas en dirección de las cargas aplicadas al elemento de AMF en un proceso llamado transformación martensítica por deformación. Este tipo de transiciones también son conocidas como martensíticas, debido a que se

conceptualizaron en primera instancia para la transformación del acero entre sus fases martensita (dura y frágil) y austenita (maleable y dúctil) [3].

Las AMF no sufren su transformación de fase de martensita a austenita o de austenita a martensita a una temperatura específica. La transformación de martensita a austenita y viceversa ocurren en un rango de temperatura; dicho rango de temperaturas dependerá de los procesos implícitos para conformar el elemento con memoria de forma, así como a los tratamientos térmicos a los que se someta.

En orden de menor a mayor temperatura, se describen los puntos que definen las fases de transformación en el efecto de memoria de forma:

- Martensita final ( $M_f$ ): temperatura a la que el material está completamente en fase martensítica donde no implica un cambio de forma si no se carga.
- Martensita inicial ( $M_s$ ): temperatura a la que, cuando se enfría la austenita, comienza a cambiar a martensita.
- Austenita inicial ( $A_s$ ): temperatura a la cual la martensita comienza a cambiar en austenita.
- Austenita final ( $A_f$ ): temperatura a la que el material está completamente en fase austenítica.



**Figura 2.2.** Cuando se reduce la temperatura desde la fase austenita se forman variantes de martensita y el autoacomodamiento ocurre por maclado. Cuando el elemento es deformado por debajo de  $M_f$ , sus fronteras de maclado se mueven y mantiene dicha deformación hasta ser calentado. Entonces, la recuperación de la forma empieza en  $A_s$  y es completada en  $A_f$  [9].

### 2.1.2 Martensita termoelástica

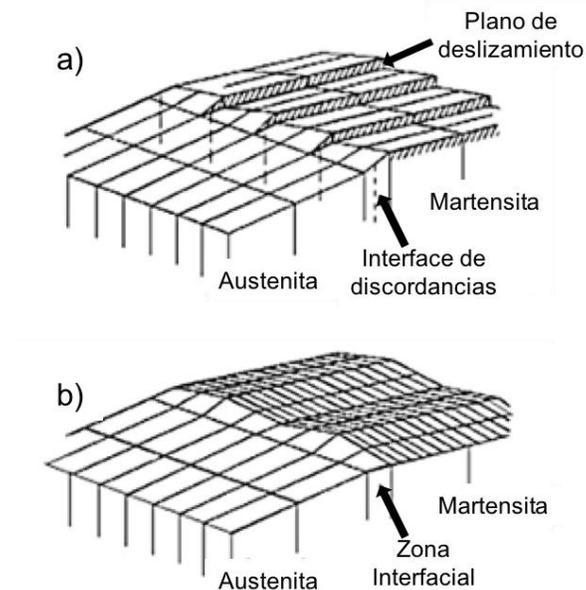
En esta sección abordaremos el mecanismo de autoacomodamiento de las AMF.

La concentración de energía debido a la transición de fases en la microestructura es liberada en forma de trabajo (cambio de forma) tras aportarse un estímulo calórico. Las colonias de martensita crecen con una fracción independiente del tiempo en una matriz de austenita mediante la reducción de temperatura y mantiene una relación de orientación entre su crecimiento y la de la matriz [8].

La frontera del maclado es un plano de simetría donde coexiste austenita y martensita y los átomos presentes en esta frontera poseen el mismo tipo y número de enlaces en ambas direcciones al igual que en el resto de la red atómica. La energía concentrada en estas fronteras es más alta que en el resto de la estructura cristalina. Debido a la alta movilidad de esta zona, las variantes están

favorecidas en la orientación de la carga aplicada, proporcionando un cambio de estabilidad reversible. El resultado de mover una frontera de maclado es convertir una orientación o variante en otra; esta variante será elegida como la más favorable orientada a la tensión aplicada [1,11].

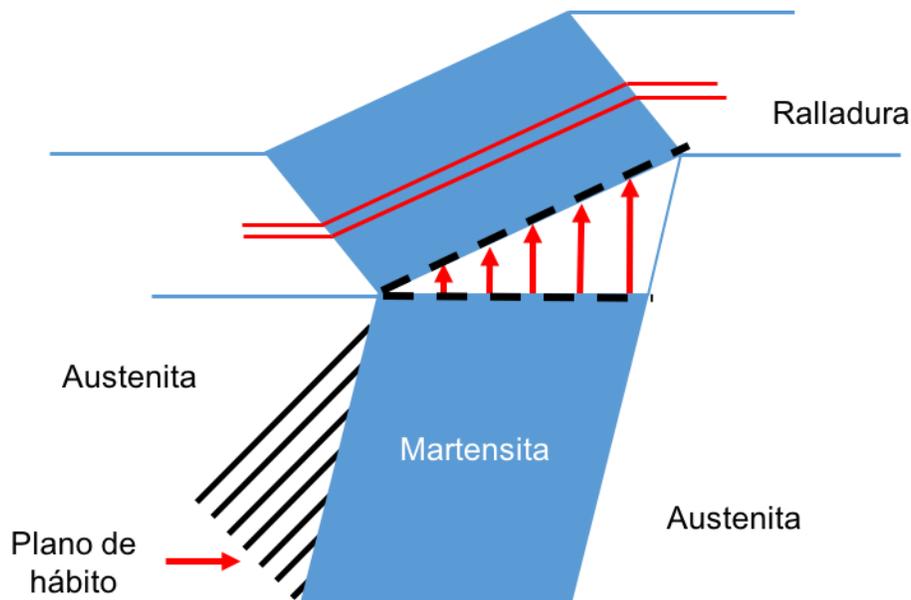
La transición de fases de austenita a martensita puede ser abordada en dos partes: deformación de la red cristalina y cizalladura invariable de la red. La primera consiste en una serie de movimientos de corto alcance en la red atómica. El resultado a partir de desplazamientos coordinados es la formación de la estructura martensítica [10]. Mientras tanto, la cizallada invariable en la red es un mecanismo de acomodación. En los aceros, el crecimiento de la martensita está dado por un cambio de volumen y forma, mientras que en las AMF se tienen solo cambios de forma. En la matriz de austenita, durante el crecimiento de las plaquetas de martensita se pueden presentar dos mecanismos de acomodamiento: por deslizamiento y por maclado. En la figura 2.3 (a), se observa los dos mecanismos de formación de la fase martensita; pero en el caso de las AMF, este mecanismo no puede acomodar cambios de volumen, así pues, el maclado [2.3 (b)] es el mecanismo de acomodamiento predominante.



**Figura 2.3.** Esquema de la estructura de la interfase Martensita-Austenita: a)

Martensita desplazada. b) Martensita maclada.

En la transformación martensítica, durante el crecimiento de las plaquetas de martensita, éstas adquieren la misma orientación de la red que la austenita circundante; a esto se le conoce como ordenación heredada. En la figura 2.4 se observa una representación gráfica de una plaqueta de martensita que se forma desde un monocristal de austenita y se observa que, al ser marcada por una línea imaginaria en la superficie de la fase austenítica, sufre un cizallamiento al formarse la martensita. En el proceso, cuando se mantiene en el rango de temperatura necesario para la transición martensítica, existe la coexistencia de ambas fases. Esta interfase entre la matriz austenítica y la martensita es conocida como plano de hábito y se trata de un plano bien definido cristalográficamente [12].

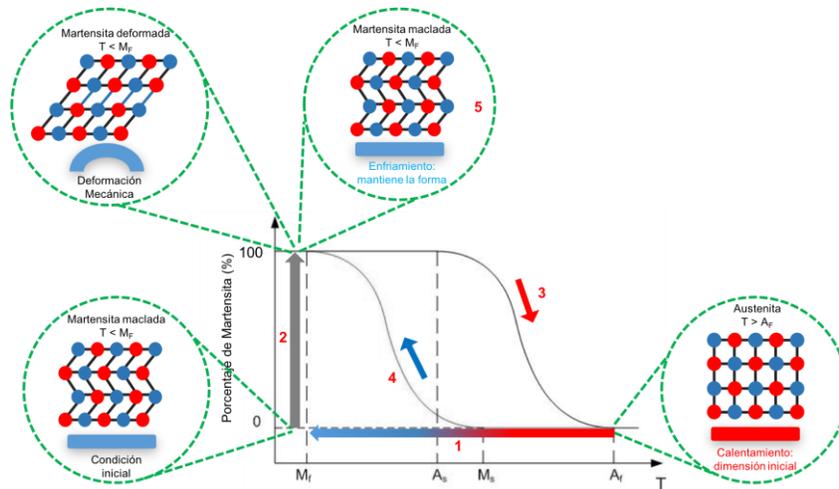


**Figura 2.4.** Representación macroscópica de una plaqueta de martensita en la fase madre de austenita [3].

### 2.1.3 Efecto de memoria de forma simple (EMFS).

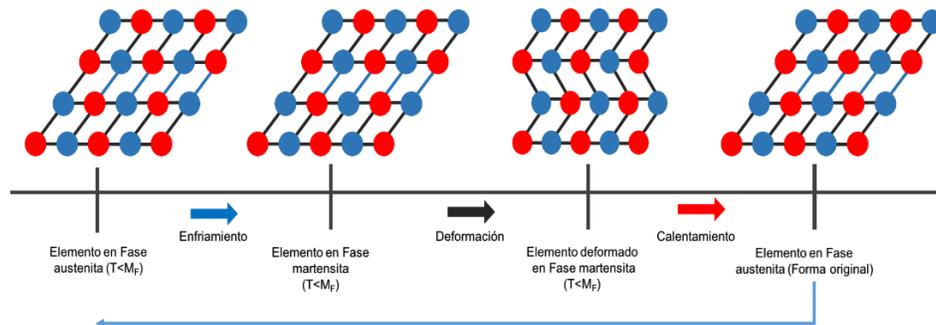
En este mecanismo, primero se “programa” al elemento deformándolo por encima de la temperatura de transformación austenítica, cuando el elemento se enfría, se puede deformar de manera diferente a la anterior, si lo calentamos por encima de  $A_s$ , automáticamente vuelve a su forma original “programada”, cuando la temperatura decrece el porcentaje de martensita aumenta pero conserva la forma [13], Este efecto puede verse con mayor detalle en el esquema de la figura 2.5.

1. Primero, el elemento de AMF es enfriado desde una temperatura por encima de  $A_f$  hasta una temperatura por debajo de  $M_f$ . En este punto se lleva a cabo una transición directa (austenita  $\rightarrow$  martensita), donde la fase martensita crece de una manera autoacomodada por maclado, minimizando la energía del sistema.
2. Se aplica una carga hasta deformar el elemento de AMF. Esta deformación resulta de la deformación elástica de la martensita ( $\epsilon_m$ ), así como de la reorientación de las variantes formadas durante el enfriamiento, las cuales se mueven con facilidad, de manera que se acomodan a la carga mecánica aplicada.
3. El elemento de AMF recupera parcialmente su forma inicial mediante la elevación de la temperatura por encima de  $A_f$ .
4. Una vez recuperada su forma se reduce la temperatura aumentando gradualmente el porcentaje de martensita en la aleación.
5. La temperatura se ha reducido por encima de  $M_f$  y el elemento ha cambiado a fase martensítica manteniendo su forma.



**Figura 2.5.** Gráfico representativo del efecto de memoria simple (EMFS) donde se muestran los cambios de estructuras en función de la temperatura

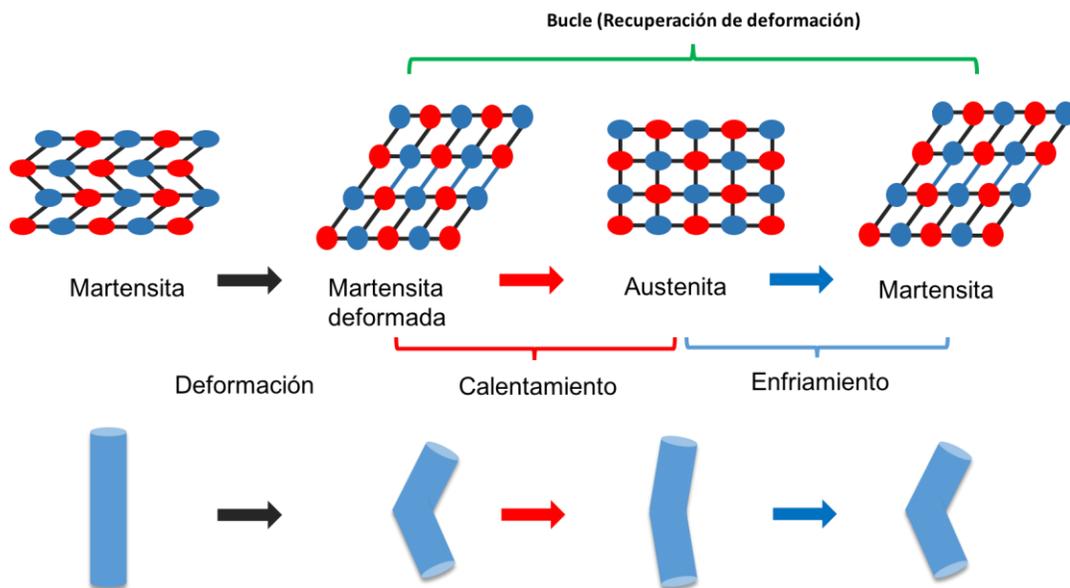
En la Figura 2.6 se observa una representación macroscópica de un cristal de austenita. Este efecto de memoria simple (EMFS) recupera parcialmente las deformaciones concentradas en los límites de maclas tras el incremento de temperatura. Si la carga mecánica se aplica con la intensidad para deformar la martensita elásticamente y favoreciendo a la orientación de las variantes se puede lograr una martensita mono-variante [16]. Pero si la carga aplicada es demasiado grande se puede producir deformación plástica u otro tipo de efectos que hagan que el proceso no sea totalmente reversible.



**Figura 2.6.** Efecto de memoria de forma simple: cuando el elemento está por debajo de la  $A_s$  puede deformarse y mantendrá esa forma hasta que se incremente la temperatura por encima de  $A_f$ . Al calentarse, la forma cambia a la “programada”.

### 2.1.4 Efecto doble de memoria de forma (EDMF).

El efecto doble de memoria de forma, o por sus siglas en inglés Two-Way Shape Memory Effect (TWSME), se lleva a cabo cuando el elemento de AMF es deformado y recupera su forma aumentando la temperatura por encima de  $A_f$ , es decir, el elemento existe en una forma por encima de una temperatura  $A_s$  y en una forma diferente debajo de ella. Estas formas son sensibles a los cambios de temperatura [18].



**Figura 2.7.** Efecto doble de memoria de forma.

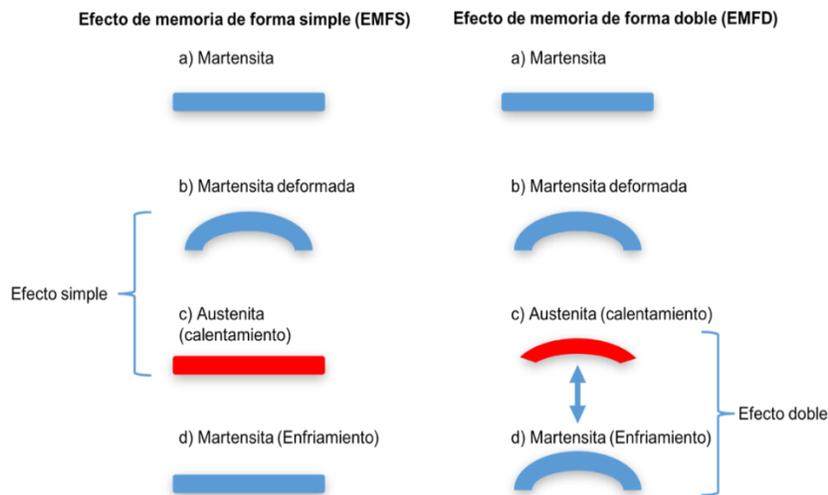
Se requieren tratamientos térmicos especiales para obtener el efecto doble de memoria de forma. En la actualidad existen dos procesos principales de adiestramiento para AMF, en donde se inducen micro tensiones al material durante la nucleación y la formación de la martensita. Se explican a continuación.

a) En el proceso de adiestramiento pasivo, se induce la formación de martensita por tensión, con la intensidad de deformar la martensita elásticamente provocando que algunas variantes se formen preferencialmente [17]. Cabe mencionar que si la carga aplicada es demasiado grande se puede producir deformación plástica u

otro tipo de efectos que hagan que el proceso no sea totalmente reversible.

b) En el proceso de adiestramiento activo, la fase martensita se forma por un proceso térmico. Ciclando este proceso se obtiene el adiestramiento de forma del elemento. En su retransformación sucesiva, memoriza, estabilizando a través del acondicionamiento la estructura martensítica con orientación preferente y una forma fría prefijada [19]. Este proceso también se conoce como efecto de memoria de forma de doble sentido asistida (EMDSA) y se detalla en el siguiente capítulo.

En la figura 2.8 se aprecia una representación comparativa del EMFS y el AMFD. Con el adiestramiento, el material logra recordar su forma durante las variaciones de temperatura a través de ciclos repetitivos. Este proceso consiste en favorecer la formación de variantes de martensita frente a otras que quedan impedidas por las dislocaciones [18].



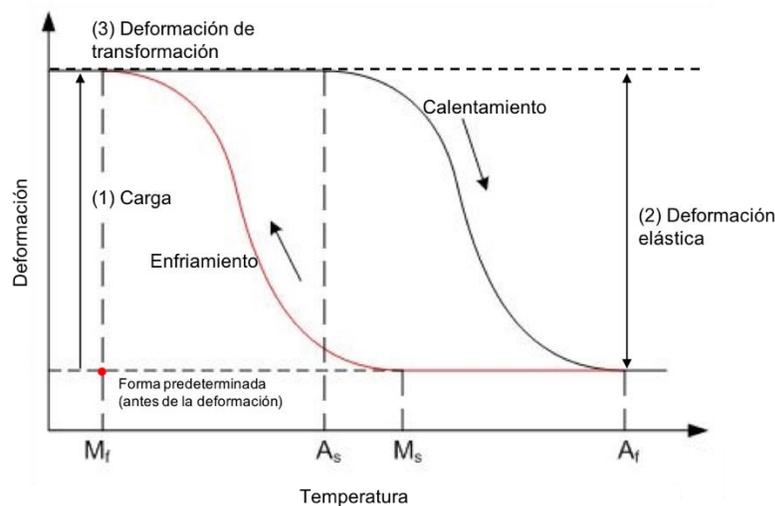
**Figura 2.8.** Esquema representativo comparando el EMFS y EMFD.

### 2.1.5 Efecto de memoria de forma de doble sentido asistida (EMDSA)

El efecto de memoria de forma de doble sentido asistido (EMDSA) se diferencia del efecto de memoria de forma simple por aplicar una tensión constante al elemento de AMF durante los ciclos termomecánicos; es decir, con la asistencia de una fuerza constante aplicada durante el ensayo se adquiere un proceso de

transición de fases bidireccional en el elemento. Con el efecto de memoria de forma el material será capaz de retraer la carga con que se genera la fuerza para tensionar y deformar al mismo. La tensión ejercida sobre el elemento de AMF deberá ser suficiente para deformar en fase martensítica, y limitada para no inducir una deformación plástica que contrarreste la transformación.

En la figura 2.9 se muestra un esquema representativo del EMDSA. La tensión (1) ejercida a la muestra deberá provocar una deformación elástica (2), siempre por debajo del límite elástico. Después de deformar, cuando el material es calentado por encima de la temperatura de  $A_f$ , la forma predefinida tras la deformación es recuperada. Ésta se vuelve a deformar con la asistencia de la carga aplicada hasta el estado martensítico (3) y se repite el ciclo. La deformación macroscópica que presenta el material durante el enfriamiento se debe a la formación de variantes de martensita orientadas en el sentido de la tensión ejercida.



**Figura 2.9.** Esquema representativo del EMDSA.

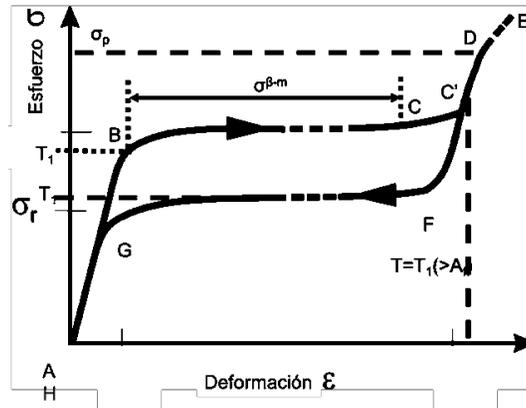
Con el incremento de la tensión ejercida al material se observa un incremento en las temperaturas de transformación. Este aumento de temperatura, por lo general, sigue un patrón lineal con respecto al esfuerzo, en donde la pendiente corresponde a la ley de Clausius-Clapeyron.

### 2.1.6 Martensita inducida por tensión: efecto superelástico.

La superelasticidad es una propiedad de las AMF independiente de la temperatura y se lleva a cabo cuando el material se encuentra encima de  $A_f$  y se aplica una tensión al material. Entonces, la martensita puede formarse por encima de  $M_s$  donde la energía necesaria para la transformación es ahora mecánica. La martensita formada bajo este proceso se llama martensita inducida por tensión (MIT).

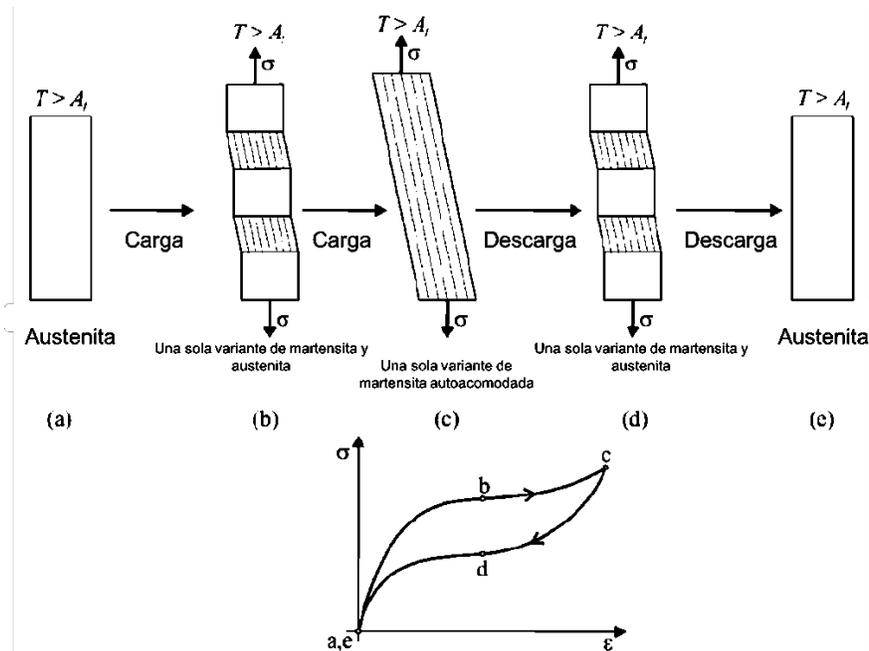
Por arriba de  $M_s$  la tensión necesaria para formar MIT aumenta al incrementar la temperatura; es decir, la variación en la tensión requerida para formar MIT aumenta linealmente con la temperatura por encima de  $M_s$  y, extrapolando la tensión, disminuye hasta cero para el valor  $M_s$ .

En la figura 2.10, la pendiente representada por  $A \rightarrow B$  muestra la deformación elástica en la fase austenita. El punto B corresponde a la tensión requerida ( $\sigma^{\beta \rightarrow m}$ ) para la introducción de las primeras variantes. Las variantes de martensita formadas entre los puntos B y C son las que fueron favorecidas por el cizallamiento en dirección al esfuerzo máximo generado [20]. Después, la transformación finaliza en el punto C. La pendiente entre B y C dice mucho acerca de la definición de la aleación para formar variantes en función del esfuerzo generado en la microestructura. El límite elástico de la martensita inducida por tensión ( $\sigma_p$ ) está marcado por el punto D. Cuando la tensión se incrementa, la martensita se deformará plásticamente hasta llegar al punto E, que se representa como el punto de fractura. Si la tensión se retira antes del punto D, es decir en C', la aleación regresará a su forma inicial. De C' a F corresponde la descarga elástica de la martensita. En F ( $\epsilon^{\beta \rightarrow m}$ ) ocurre la transformación inversa de la martensita a austenita. En el punto G la austenita es restaurada parcialmente y de G a H representa la descarga elástica de la austenita [1, 15].



**Figura 2.10.** Mecanismo superelástico de las AMF.

Las AMF presentan comportamiento de superelasticidad cuando al elemento de AMF se le induce la formación de martensita por tensión (MIT) en un rango de temperaturas entre  $A_F$  y  $M_D$  (temperatura máxima a la cual se puede inducir martensita por deformación). Cuando al elemento se le retira la tensión, éste recupera su forma inicial, obteniendo un proceso reversible para las deformaciones producidas. El mayor rendimiento de la reversibilidad de deformación se obtiene en valores aproximados a  $A_F$ . Por debajo de  $A_s$  el elemento está en fase martensítica y ya no puede recuperar forma; por encima de  $M_D$ , las AMF tienden a deformarse por deslizamiento al igual que las aleaciones convencionales. En la Figura 2.11 se observa el mecanismo superelástico de las AMF [7, 9].



**Figura 2.11.** Curva esfuerzo-deformación y representación macroscópica del efecto superelástico.

En esta sección se hizo una revisión general de los mecanismos involucrados en el efecto de memoria de forma. Se revisó la estructura atómica en cada una de las fases, austenita y martensita, la correlación de éstas con la temperatura; y se detallaron los rangos de temperaturas que indican los puntos de transformación de fases en el efecto de memoria de forma.

En el siguiente capítulo se mencionarán las aleaciones que presentan esta particularidad, principalmente las aleaciones de base NiTi; así mismo se describen las ventajas y desventajas en comparativa con otras aleaciones que presentan el mismo efecto.

## 2.2 AMF base NiTi y TiNiCu.

Existen diversas aleaciones que presentan propiedades de superelasticidad y memoria de forma, aunque solo un pequeño porcentaje han sido desarrolladas por la industria; NiTi, TiNiCu y CuZnAl son algunas de estas aleaciones. Hoy en día, la mayoría de los nuevos desarrollos y aplicaciones están basados en NiTi, TiNiCu y

NiTiNb. Las aleaciones de TiNiCu operan hasta en un máximo de 100°C, por lo que se requieren métodos de conformado o la adición de elementos que permitan a estas aleaciones tener un mayor rango operacional de temperatura. Por otro lado, tanto el Cu como el Ni presentan problemas de biocompatibilidad y uno de los retos más grandes de estas tecnologías es su inclusión en la medicina para implantes, prótesis y otras herramientas o dispositivos quirúrgicos.

Otro de los objetivos de agregar elementos ternarios es poder modificar la histéresis del comportamiento en el cambio de temperaturas. Aleaciones binarias como la de NiTi poseen un ancho de histéresis entre 25°C y 40°C, mientras que las aleaciones de TiNiCu poseen un ancho de histéresis de 70°C a 90°C, además de presentar una transformación premartensítica (fase R). Las aleaciones NiTi tienen una capacidad de memoria de hasta 14%; en tanto, las aleaciones ternarias con Cu reducen esta capacidad de memoria de forma hasta 4%-7%. La aleación binaria NiTi es más estable térmicamente y cuenta con mayor resistividad eléctrica. En comparación con la aleación ternaria de TiNiCu, el NiTi tiene una alta resistencia a la corrosión. Para desarrollo de aplicaciones médicas, el Cu está descartado. Las AMF ternarias de Cu pueden sufrir fallos intergranulares ya que su estructura granular intrínseca es muy basta. Aun con el desarrollo de diversas técnicas de refinación de la estructura granular, las propiedades siguen siendo deficientes en comparación con las aleaciones binarias de NiTi [15].

**Tabla 2.2.** Propiedades características de las AMF base TI-Ni.

Propiedad	Unidades	Valor	
		Martensita	Austenita
Resistencia a la corrosión	-	Similar a SS serie 300 o aleación de Ti	
Densidad	kg/m <sup>3</sup>	6450-6500	
Resistividad eléctrica	cm	76-80	82-100
Calor específico	J/kg K	836.8	836.8
Conductividad térmica	W/m K	8.6-10	18
Coefficiente de expansión térmica	m/m K <sup>-1</sup>	6.6 x 10 <sup>-6</sup>	11.0 x 10 <sup>-6</sup>
Esfuerzo último a la tensión	MPa	895 (Fully annealed) 1900 (Hardened)	
Módulo de Young	GPa	28-41	75-83
Límite de cedencia	MPa	70-140	195-690
Coefficiente de Poisson	-	0.33	
Susceptibilidad magnética	emu g	2.5	3.8

### 2.3 Desarrollo de cintas delgadas de AMF.

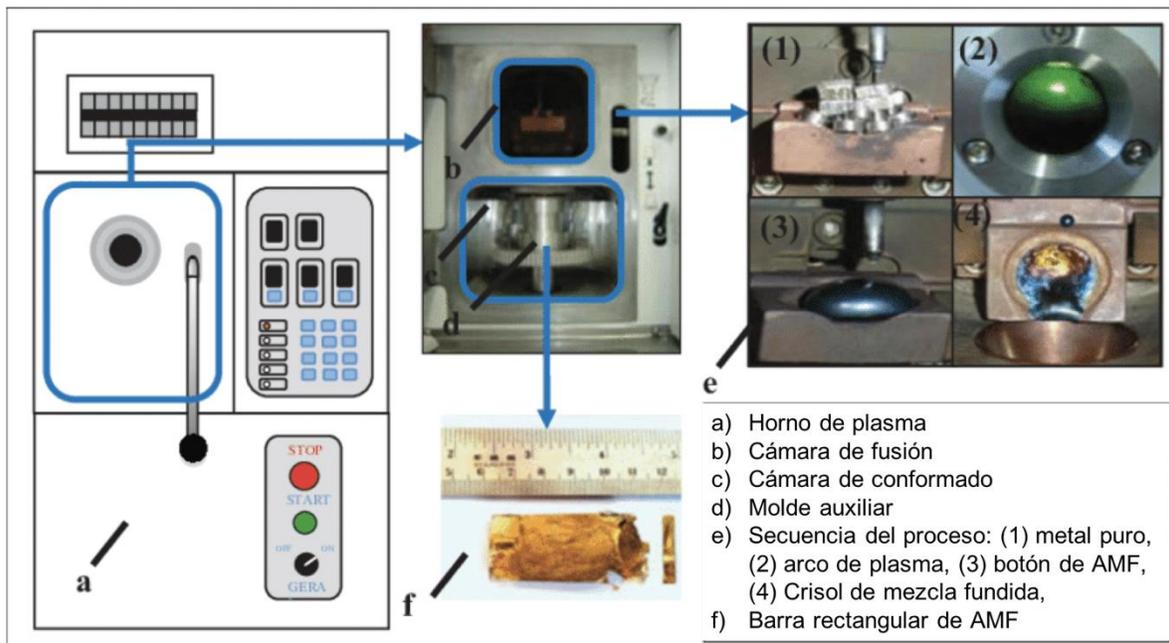
En la actualidad existen diversas técnicas de conformado de cintas delgadas para aleaciones especiales, donde el control de su composición elemental y otros aspectos como mecanismos de enfriamiento, nucleación y control de atmosfera juegan un papel muy importante para lograr el efecto de memoria de forma propicio. En los apartados siguientes se abordarán las técnicas de conformado para el desarrollo de las cintas delgadas utilizadas en este proyecto.

#### 2.3.1 Método de fusión por plasma (*skull-push-pull*).

Para la obtención de los botones de aleaciones con memoria de forma se utilizó el proceso de fusión por plasma *skull push-pull* (PSPP). Con esta técnica de conformado se puede lograr un control preciso en la adición de elementos, aún en cantidades muy pequeñas.

En la figura 2.12 se puede observar un esquema representativo del horno de fusión. El proceso de fusión por plasma *skull-push-pull* consiste en la fusión de

elementos puros formando un botón a través del calentamiento con un electrodo de tungsteno formando una flama de plasma en una atmósfera de argón. Cuando se obtiene la mezcla fundida, se inyecta en un molde cilíndrico de aluminio para obtener la forma de botones. Antes de la inyección al molde, el material es fundido por lo menos tres veces para homogeneizar la aleación final.



**Figura 2.12.** Esquema del horno de fusión por plasma.

En estudios previos se ha utilizado esta técnica para obtener aleaciones binarias, terciarias y cuaternarias basadas en los sistemas Ni-Ti y Cu-Al, lo que demuestra la viabilidad de esta técnica para conformar aleaciones con memoria de forma [5].

Algunas de las ventajas de utilizar esta técnica de conformado para las AMF son las siguientes:

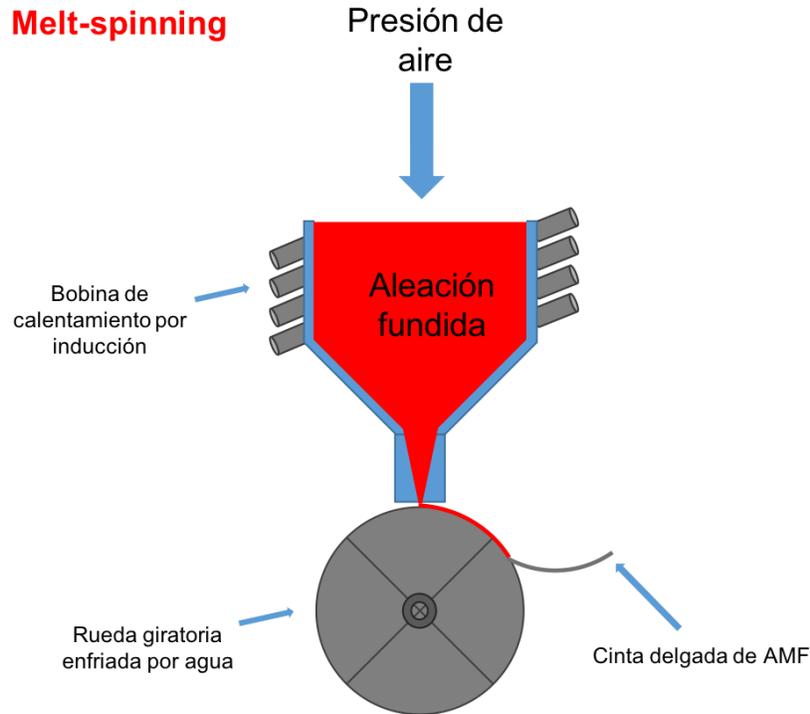
- Tasas de fusión rápidas

- Contaminación de carbono insignificante o nula
- Alta calidad del producto fundido por control de atmósfera
- Energía estable, menor fluctuación de voltaje
- Un menor costo de instalación y mantenimiento en comparación con métodos como VIM (fusión por inducción al vacío).
- Formación de una capa delgada de óxido de la aleación, lo que reduce la posibilidad de contaminación por el crisol.

### **2.3.2 Fabricación de cintas delgadas por el método *melt spinning*.**

Para la fabricación de las cintas delgadas de AMF analizadas en este estudio se utilizó la técnica de *melt spinning*. Este proceso de conformado fue elegido por las características morfológicas que se obtienen en la microestructura y que propician el efecto de memoria de forma en las cintas delgadas. El principio de funcionamiento consiste en la solidificación rápida de una mezcla fundida, para ello debe de existir un entorno de enfriamiento rápido; es decir, el área de contacto de la superficie donde solidificara la mezcla fundida deber ser capaz de absorber el calor rápidamente y, al mismo tiempo, tratar de mantener una amplia diferencia de temperatura respecto a la mezcla fundida, de modo que se consiga una alta velocidad de enfriamiento.

En la figura 2.13 se observa un esquema del proceso *melt spinning*. Se indican las partes principales de un sistema de *melt spinning* de rueda única. Un crisol contiene la mezcla fundida calentada por inducción a través de corriente eléctrica de alta frecuencia. Gas inerte es inyectado al crisol para que la mezcla fundida salga a chorro por una boquilla directo a la superficie de la rueda, la cual gira a una velocidad controlada a través de un eje de precisión para reducir la variación en el espesor de las cintas delgadas. Cuando la mezcla fundida entra en contacto con la superficie de la rueda, ésta solidificara rápidamente debido a la alta diferencia de temperatura entre las dos. La variación del espesor de las cintas dependerá de la distancia entre la boquilla y la velocidad de la rueda.



**Figura 2.13.** Esquema del proceso de conformado de cintas delgadas por *melt spinning*.

Las cintas delgadas con memoria de forma conformadas con la técnica de *melt spinning* poseen ciertas ventajas en donde se requieren geometrías muy delgadas que mantengan la integridad aún en condiciones de alta presión, temperatura elevada y fatiga, como en dispositivos de robótica. Esta técnica de fabricación permite el desarrollo de cintas delgadas con espesores por debajo a los 100  $\mu\text{m}$  [6].

Las AMF conformadas por este método mantienen temperaturas de transición más bajas e histéresis más elevadas que las AMF fabricadas con otras técnicas [1, 52]. Al elevar la velocidad circunferencial de la rueda se incrementa la velocidad de enfriamiento en la cinta delgada, propiciando la reducción de tamaño de grano, con esto se obtienen mejores propiedades mecánicas en resistencia a la fatiga en ciclos termomecánicos [32].

Utilizando el método de *melt spinning* para producir cintas delgadas, se observa

que la velocidad de enfriamiento es alta, lo que supone un tamaño de grano menor. Por otro lado, velocidades altas de giro ayudan a acumular una mayor densidad de dislocaciones, pero las temperaturas de transición decrecen [14].

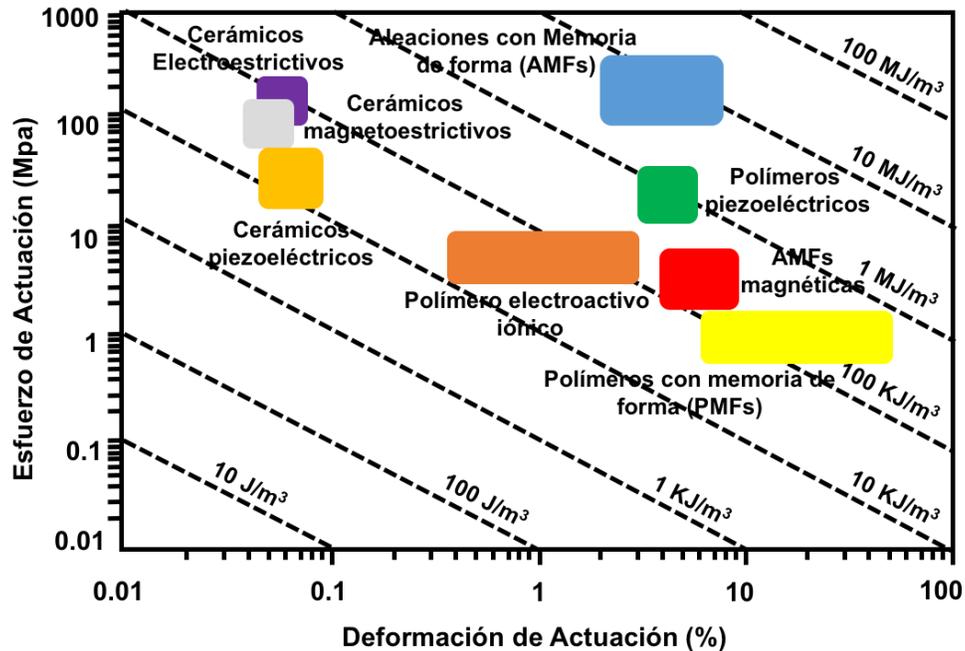
A medida que la velocidad de la rueda incrementa, el  $\sigma$  de la cinta delgada disminuye, alrededor de 20  $\mu\text{m}$  a 50 m/s, lo que provoca que las temperaturas de transformación disminuyan.

Una vez abordados los procesos de fusión y homogenización de la aleación, así como la técnica para el conformado de la AMF en cintas delgadas, a continuación, se describe brevemente aquellas aplicaciones que se han desarrollado a partir de AMF en los diferentes sectores industriales.

#### **2.4 Aplicaciones de las AMF.**

Las aleaciones con memoria de forma poseen propiedades que contribuyen en gran medida al desarrollo de aplicaciones en terrenos de electrónica y mecánica, donde los componentes con memoria son diseñados para ejercer fuerza en una amplia gama de movimientos, en ciclos prolongados. La creciente demanda debido al uso de actuadores en el campo de la robótica ha impulsado el desarrollo en materia de investigación. En los últimos años se han sustituido motores y otros componentes en sistemas de control y automatización por actuadores de AMF debido a la reducción en peso y componentes en estos sistemas, además de su resistencia mecánica y resistencia a la fatiga.

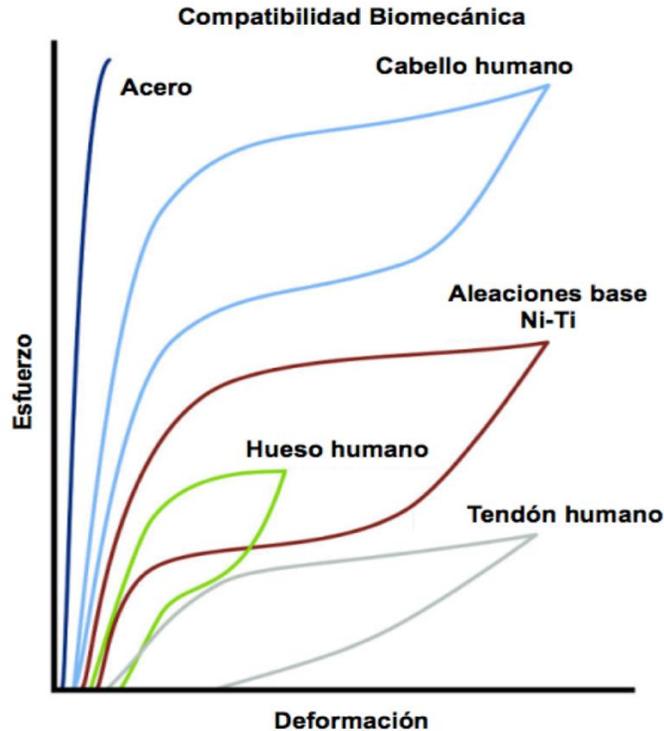
En la figura 2.14 se muestra un diagrama de energía de actuación de diferentes materiales inteligentes. Se puede observar la relación entre el esfuerzo de actuación y el porcentaje de deformación y energía requerida para ello. También podemos ver el posicionamiento de las AMF respecto a otros materiales que tienen la propiedad de memoria de forma y, de acuerdo con este gráfico, las AMF poseen los niveles de esfuerzo máximo más amplio que el resto, además de tener una recuperación de deformación relativamente alta.



**Figura 2.14.** Diagrama de densidad de energía de actuación.

Una vez comprendido el mecanismo de activación de las AMF y cómo la energía contenida, producto de la transición de fases, puede ser aprovechada en forma de trabajo mecánico, la clasificación de las AMF que a continuación se presenta, es en base a los sectores industriales donde se demanda más su desarrollo. Uno de los temas más discutidos en el desarrollo de las AMF es su biocompatibilidad para uso médico y su utilización en el campo de la biotecnología, es decir, que la AMF no produzca rechazo por parte del sistema inmunitario humano. Por otro lado, sus propiedades mecánicas deben ser compatibles con el órgano al que se incorpora, además de que sea fácil de esterilizar y manipular en cirugía.

En la figura 2.15 podemos observar una gráfica de esfuerzo-deformación donde se comparan comportamientos mecánicos de distintos compuestos orgánicos presentes en el cuerpo humano frente a una AMF de base TiNi. En esta comparación se puede constatar la capacidad que tienen los implantes de AMF en mantener las propiedades mecánicas de huesos y tendones al ser sustituidos parcial o completamente.



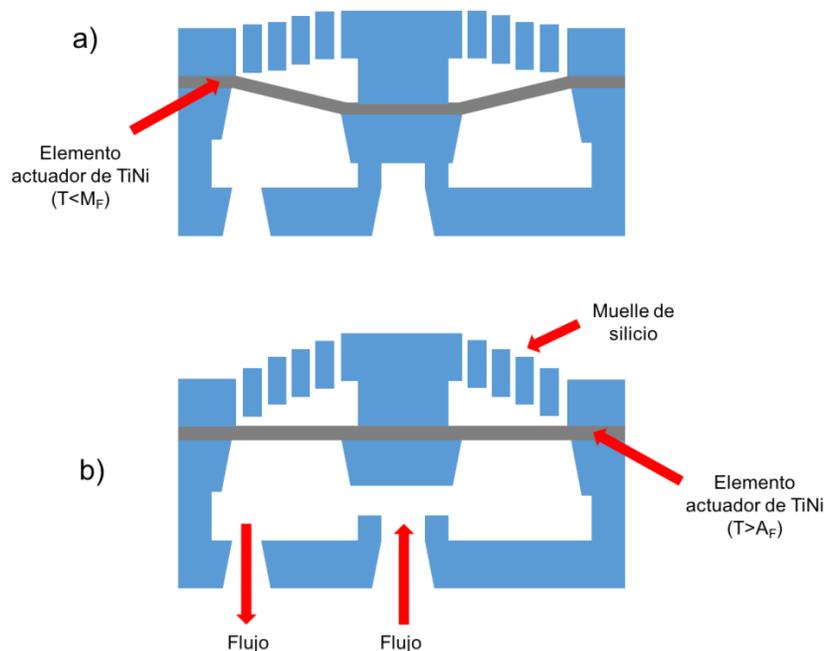
**Figura 2.15.** Comportamiento biomecánico de distintos materiales.

### 2.4.1 Aplicaciones aeronáuticas

Con un gran enfoque a la multifuncionalidad y la adaptabilidad, los materiales inteligentes y las estructuras adaptativas son ahora temas con dominios extensos en la teoría y se han estudiado enormemente en muchas líneas de investigación para explotar las capacidades de estos materiales inteligentes en aplicaciones aeronáuticas y aeroespaciales [23]. Gracias a la implementación de actuadores en la industria militar-aeronáutica que se dio en la década de los setentas, se ha logrado introducir una amplia gama de componentes que integran desde sistemas hidráulicos, hasta amortiguadores de vibración. El uso de materiales inteligentes como las aleaciones con memoria de forma da la oportunidad de diseñar aditamentos mecánicos que superan con creces las características de otras aleaciones con funcionalidades limitadas.

El primer dispositivo en aprovechar el efecto de memoria de forma fue para usos de uniones y cierres donde se utilizó el efecto de recuperación inmediata. La

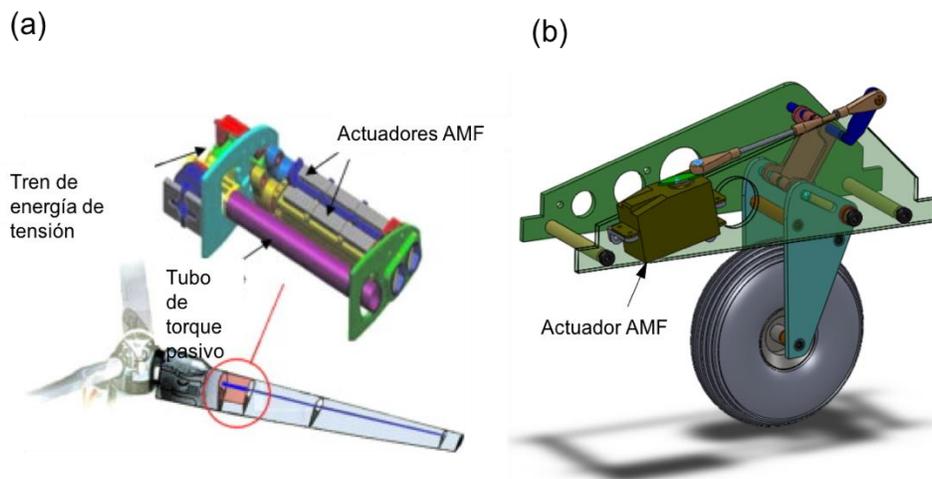
compañía Raychem Corp., dedicada a la industria aeronáutica y de telecomunicaciones, desarrolló en la década de los 70s acoplamiento para tubos con memoria de forma. El concepto era sencillo, el diámetro menor de acoplamiento era apenas 3% menor al diámetro del tubo al que sería unido, al calentar al contacto, se enfría desde el estado martensítico logrando una expansión del 8%, obteniendo una gran fuerza de unión entre los tubos. Una representación gráfica de este dispositivo puede ser observada en la figura 2.16. Las aleaciones más usuales para estas aplicaciones son aquellas que mantienen una funcionalidad a temperatura ambiente, para ello deben utilizarse aleaciones con memoria de forma que posean un gran ancho de histéresis, como la aleación NiTiNb. Estas aleaciones mantienen su estabilidad en temperaturas por debajo de los  $-30^{\circ}\text{C}$  a los  $150^{\circ}\text{C}$  y la cantidad de movimiento generado por el efecto de memoria de forma es limitado. Estas aleaciones de histéresis ancha se suelen usar para fabricación de anillos y otros elementos donde se requiere gran fuerza de fijación [24].



**Figura 2.16.** Microválvula con actuador de AMF desarrollado por Raychem Corp, (a) el elemento actuador está por debajo de la temperatura  $M_F$  y mantiene cierta

forma para impedir el flujo, (b) el elemento actuador está por encima de la temperatura  $A_F$ , cambia de forma permitiendo el flujo [15].

Gracias al desarrollo de componentes de AMF implementados en aviones caza por la industria militar americana en la década de los 70s, el uso de las AMF ha ganado terreno en la industria aeronáutica comercial, su utilización es requerida en componentes de líneas hidráulicas, además de la incorporación de actuadores en válvulas, ampolletas de seguridad, infladores, alerones, reductores de vibración, conectores estructurales, etc. [25]. En la figura 2.17 se observan algunos ejemplos de aplicaciones aeronáuticas. Del lado izquierdo se muestra una pala de rotor retráctil. Consiste en un soporte estructural para el aspa que posee un módulo aerodinámico externo que al ser activado se extiende, incrementando su diámetro y produciendo una mayor fuerza de sustentación, y al retraerse se reduce dicha fuerza, cuando el viento es más fuerte. Del lado derecho se observa un tren de aterrizaje retráctil que cambia de posición con un dispositivo actuador de AMF [24].

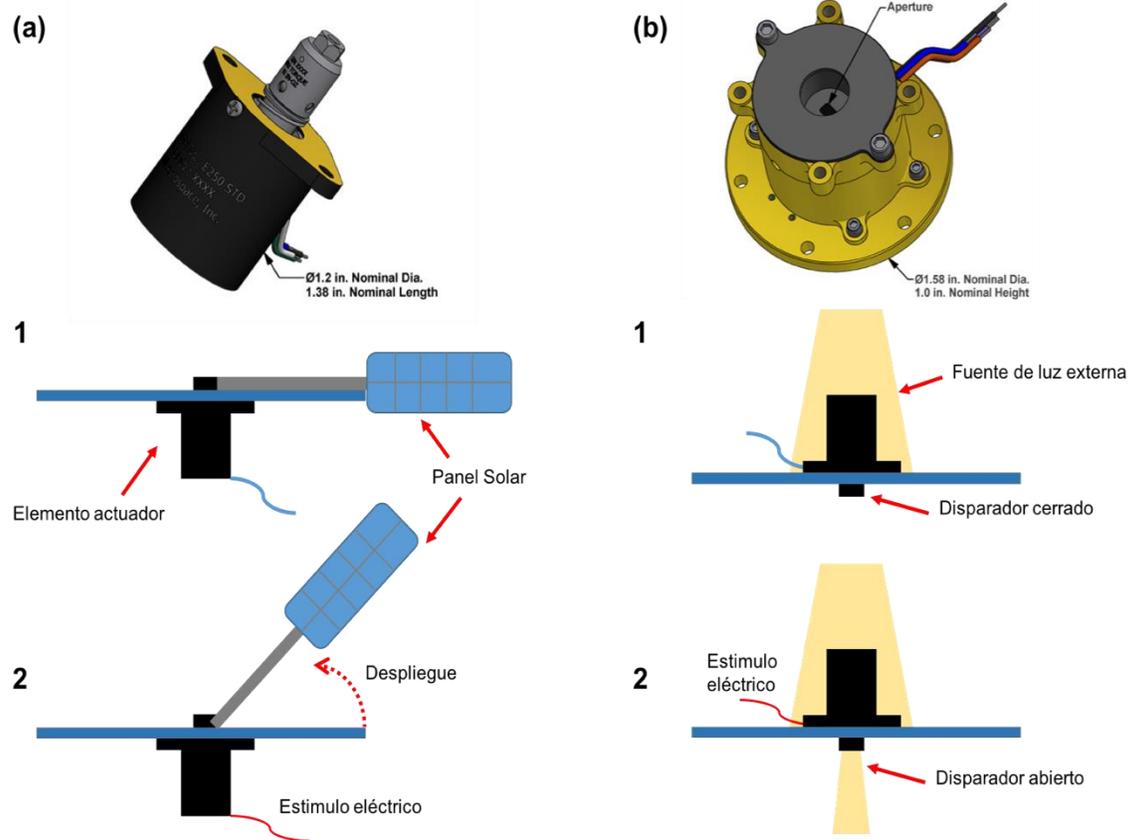


**Figura 2.17.** Aplicaciones de AMF en la industria aeronáutica: (a) pala de rotor retráctil y (b) tren de aterrizaje retráctil.

### **2.4.2 Aplicaciones aeroespaciales**

En el desarrollo de actuadores para aplicaciones aeroespaciales el mecanismo de actuación no difiere mucho del mecanismo de activación en aplicaciones aeronáuticas de uso comercial, la diferencia radica en los procesos de conformado y de selección de materiales y tratamientos térmicos de las AMF, ya que la industria aeroespacial requiere de desarrollos más complejos y materiales de mayor resistencia. De hecho, la diferencia más notable entre el desarrollo de actuadores convencionales y los de grado aeroespacial radica en la configuración de las temperaturas de activación del mecanismo de actuación, puesto que las condiciones de servicio de estos dispositivos son extremas, pudiendo soportar temperaturas que oscilan entre los  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  y los  $122\text{ }^{\circ}\text{C}$  en el espacio exterior [26]. Para el desarrollo de aeronaves, satélites y sondas espaciales, la industria aeroespacial ha diversificado el uso de mecanismos a base de memoria de forma para explotarlo en diversas aplicaciones tales como actuadores para el despliegue de paneles solares, antenas de radiofrecuencia, mecanismos de liberación de eyectores, obturadores ópticos, etc.

En la figura 2.18 se puede observar dos dispositivos actuadores de la compañía TiNi Aerospace. El primero, en la figura 2.18(a), es un mecanismo de liberación de expulsión (ERM). Su función consiste en desplegar paneles de solares de la estructura de la aeronave. El actuador posee una alta capacidad de retención de carga; se puede usar para soportar y liberar cargas de hasta 4000 lbf. En la figura 2.18(b), se observa un obturador óptico que se desarrolló por primera vez para SWRi (Instituto de Investigación del Suroeste), en San Antonio, Texas, para la misión New Horizons a Plutón. Gracias al mecanismo de actuación, se proporciona un medio simple y efectivo para dejar que la luz entre en instrumentos sensibles. La cubierta de apertura se abre al comando y se puede restablecer manualmente para admitir pruebas en tierra [27].



**Figura 2.18.** Aplicaciones de actuadores de AMF en la industria aeronáutica: (a) mecanismo de liberación de expulsión (ERM) y (b) obturador óptico.

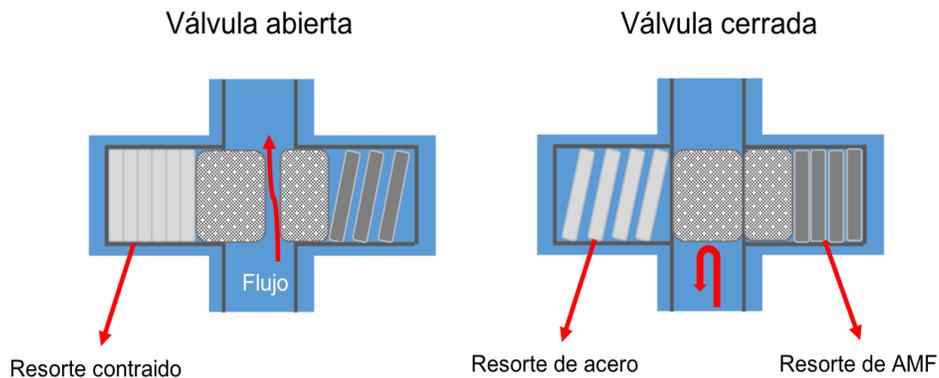
### 2.4.3 Aplicaciones automotrices

En la industria de la automoción, el desarrollo de dispositivos actuadores como sensores y válvulas con el uso de elementos de AMF ha ido en aumento debido a la demanda en los sistemas de seguridad y rendimiento del vehículo. El control de la potencia en la actuación eléctrica puede mantener posiciones y niveles de fuerza específicas. Este es el principio básico para desarrollar dispositivos con una potencia que sustituya a los motores eléctricos y solenoides.

Un dispositivo actuador de AMF es capaz de concentrar la liberación de energía en el calentamiento de la aleación; al liberar esta energía con un estímulo eléctrico

se generará desplazamiento por la fuerza, es decir, trabajo. Este proceso de activación tiene la finalidad de generar un efecto sobre un proceso automatizado.

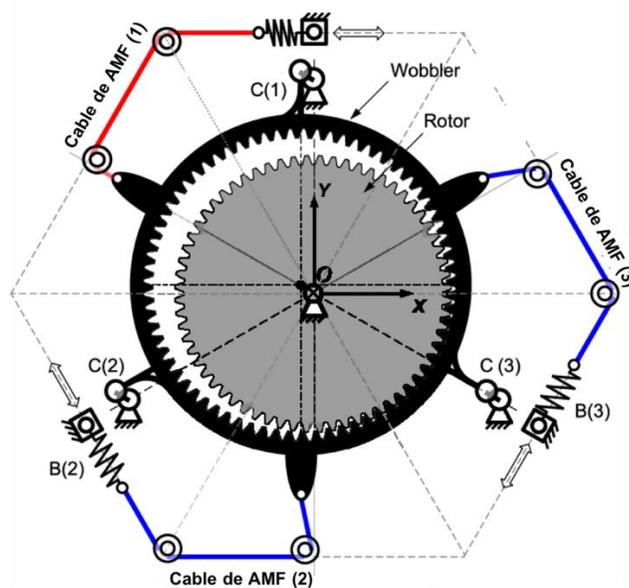
En la figura 2.19 se observa un actuador tipo válvula utilizado para el control de presión en la transmisión de un automóvil. Se aprovecha el mecanismo de transformación de martensita que se produce a una temperatura baja ( $T < M_f$ ), a la cual el resorte de acero mantiene comprimido al resorte de AMF para obstruir el paso del fluido. Cuando la temperatura de la transmisión y el fluido incrementan ( $T > A_f$ ), el resorte de AMF se contrae permitiendo el paso del fluido. Cuando la temperatura decrece, el resorte de AMF se expande cerrando el flujo.



**Figura 2.19.** Dispositivo actuador de AMF en una válvula de transmisión automática [28].

Además, se han desarrollado válvulas conformadas con materiales compuestos que junto con las AMF integran un mecanismo para el control de vibraciones y atenuación de ruidos en estructuras que requieren una alta integridad mecánica. Las limitaciones a las cuales se enfrentan estos dispositivos son las temperaturas de operación. La dificultad radica en el control del tiempo y enfriado. Para que el proceso funcione, es necesario que  $M_f$  esté por encima de la temperatura operativa. Los actuadores comerciales más utilizados poseen una temperatura de  $M_f$  alrededor de  $70^\circ\text{C}$  [28].

En la figura 2.20 se observa un diseño conceptual de un actuador rotativo bidireccional, con un mecanismo de accionamiento giratorio diseñado en base al principio de funcionamiento del motor de pasos oscilantes. Este mecanismo de accionamiento consiste en un conjunto de engranajes y cigüeñales que funciona para convertir la expansión y contracción de los cables SMA en un movimiento de rotación de alto par, es decir, se aprovecha el movimiento que se genera con el efecto de memoria de forma, concentrando la liberación de energía en el calentamiento de los cables de AMF. Si la fuerza que se opone es vencida por la AMF, habrá un desplazamiento por el cambio de geometría del elemento y, por ende, una retracción de la fuerza, lo que permite al dispositivo actuador mover el sistema de engranes [49].



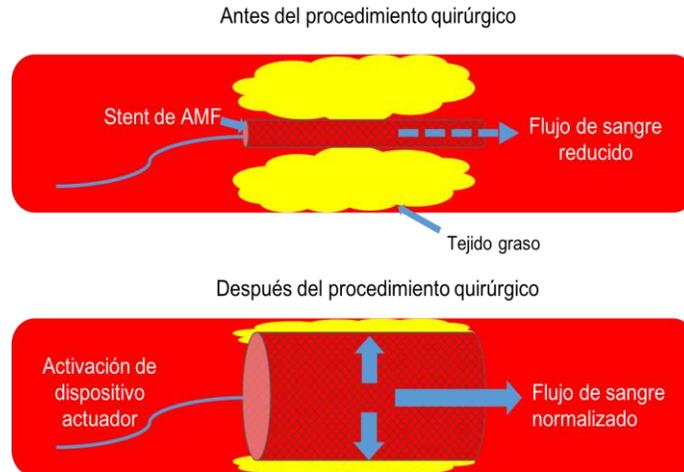
**Figura 2.20.** Esquema de un motor rotativo bidireccional. Al activar el efecto de memoria de forma con un estímulo eléctrico a los cables de AMF, se generará desplazamiento producto de la energía liberada en la transformación [49].

#### **2.4.4 Aplicaciones médicas**

El desarrollo de las AMF ha generado gran interés en el campo de la medicina en las últimas décadas, impulsado por la amplia variedad de aplicaciones industriales que requieren esta tecnología. En la actualidad, es posible encontrar estos desarrollos de AMF en equipos médicos, herramientas quirúrgicas e implantes dentales. Para diversas aplicaciones, el costo para la producción de AMF aún representa un precio muy elevado [27].

El uso de las AMF en el desarrollo de instrumentos quirúrgicos ha ido en aumento debido a los beneficios que ofrecen sus propiedades como flexibilidad, resistencia y torsionabilidad. Se han desarrollado cápsulas endoscópicas que se pueden utilizar como desencadenantes de la acción de la biopsia [26].

Se utiliza el efecto de memoria de forma en un dispositivo llamado estent, capaz de restablecer la capacidad de flujo de cualquier conducto corporal afectado de estrechamiento. Se puede observar una representación gráfica de este dispositivo auto-expandible de AMF en la figura 2.21. Este dispositivo permite restablecer el flujo en estructuras anatómicas tubulares como vasos, arterias coronarias, carótidas y femoral, aorta, vías urinarias, conductos biliares, tráquea, esófago y colon, entre otros, llegando a reemplazar técnicas de revascularización como baipás. Estudios estadísticos revelan que la implantación de estent cubre alrededor del 90% en este tipo de procedimientos quirúrgicos en Estados Unidos [41].



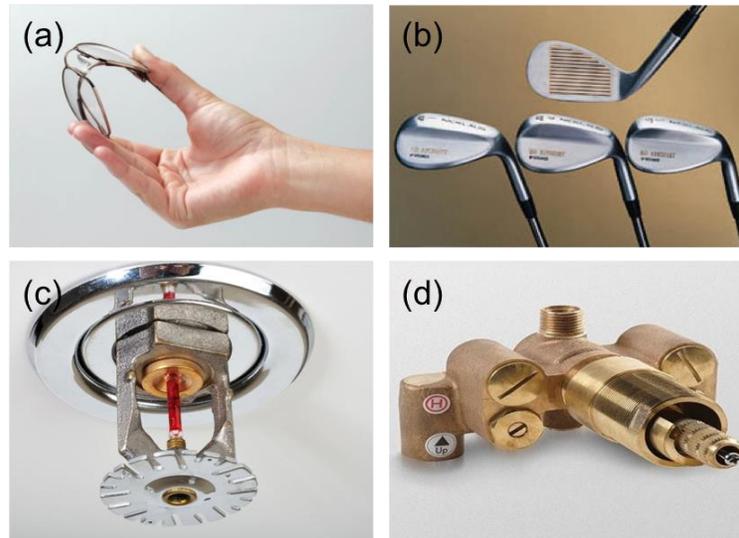
**Figura 2.21.** Estent auto-expandible para restablecer la capacidad de flujo de una arteria.

La gama de aplicaciones para AMF ha crecido en las últimas décadas en la rama de la odontología. Un ejemplo es la prevalencia de aparatos dentales ortopédicos que utilizan las AMF para ejercer fuerzas constantes de movimiento en los dientes. El arco de Nitinol fue desarrollado en 1972 por el ortodoncista George Andreasen. Dicha aleación tiene memoria de forma modelada, que se expande y contrae dentro de rangos de temperatura del cuerpo humano y de su programación geométrica.

#### 2.4.5 Otras aplicaciones comerciales

También se ha visto un crecimiento en el desarrollo de artefactos de uso diario como sujetadores, anillos, válvulas o armazones para lentes, al ser una aleación relativamente liviana, resistente ante la corrosión y oxidación, además de operar en condiciones de alta presión y temperatura. Por ejemplo, en 1996, el Comité de Estándares de la Sociedad Americana de Ingenieros de Sanidad estableció que el flujo de agua debe reducirse automáticamente al alcanzar una temperatura de 50°C. Es por ello por lo que en la actualidad se pueden encontrar varias marcas de válvulas para la regulación de flujo de agua como regaderas, lavamanos, válvulas de paso, entre otras. En este dispositivo actuador la transformación de fase se completa a los 50°C, lo que permite una reducción de flujo del 25% en 5

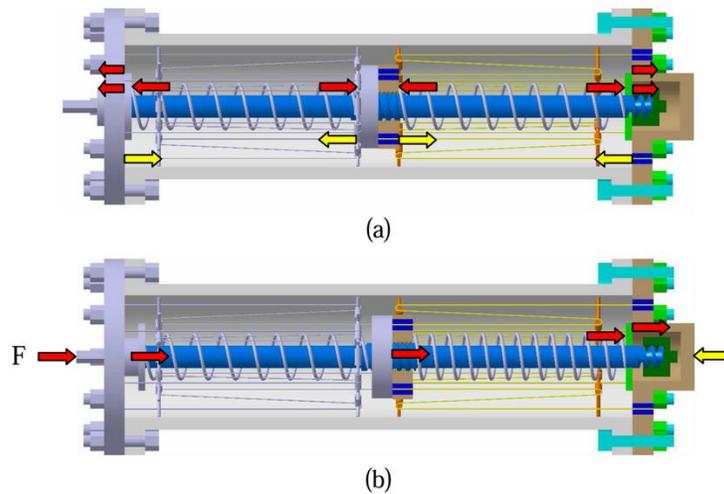
segundos, donde el elemento actuador se encuentra contraído. El flujo se restablece cuando la temperatura recae a los 38 °C, que es cuando el resorte se encuentra expandido [28]. En la figura 2.22 se pueden observar algunos usos más comunes de los AMF para usos comerciales.



**Figura 2.22.** Aplicaciones comerciales de las AMF: (a) lentes de armazón de Titanio-Níquel, (b) palos de golf con deformación reversible, (c) sistema de alarma contra incendios, (d) válvula de regulación de flujo.

En sistemas contra incendio el efecto de memoria de forma se utiliza para detectar el cambio de temperatura. El dispositivo actuador posee un cable de CuZnAl que cambia de dimensiones lineales en función de la temperatura, con lo que se activa una señal de alarma al sistema. Finalmente hay una tendencia a utilizar sensores electrónicos de precisión para detectar las variaciones de temperatura [31].

En la figura 2.23 se observa un micro-amortiguador. Este dispositivo actuador tiene la capacidad de disipar la energía para aplicaciones de amortiguación pasiva, es decir, se mantiene rígido en condiciones normales y el efecto se activa con un estímulo particular, donde la energía puede disiparse mediante la conversión de energía mecánica a térmica.



**Figura 2.23.** Micro-amortiguador con actuación de memoria de forma: (a) antes de la carga, (b) durante la carga [50].

En este capítulo se creó una base teórica ideal que ayuda a comprender el efecto de memoria de forma, sus mecanismos de activación y cómo estos pueden ser aprovechados en el desarrollo de aplicaciones en diferentes sectores industriales. También fueron explicados algunos de los procesos de conformado de AMF más utilizados. Así mismo, se abordaron aquellos aspectos históricos que fueron decisivos en la implementación de esta tecnología.

Después de una descripción detallada en el marco teórico, se presenta a continuación el capítulo 3 de este estudio, donde se abarca un seguimiento del proceso de experimentación, así como una descripción a detalle del uso de la máquina de ensayos termomecánicos y las técnicas de caracterización realizadas.

### 3. SECCIÓN EXPERIMENTAL.

#### 3.1 Introducción.

En este apartado se introduce de manera detallada el proceso de experimentación del trabajo de tesis, que abarca el desarrollo de las cintas de aleación TiNiCu con memoria de forma, las diferentes técnicas de caracterización aplicadas, así como una descripción a detalle sobre el funcionamiento y modificación de la máquina de ensayos termomecánicos. Las pruebas experimentales fueron llevadas a cabo en los laboratorios del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT) perteneciente a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME) de la Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL); para la obtención de las cintas delgadas fue necesaria la colaboración de la *Universidad Federale de Campina Grande, Brasil*.

#### 3.2 Diagrama de actividades

La figura 3.1 muestra el diagrama de actividades llevadas a cabo en el desarrollo experimental de este trabajo de tesis. Una descripción detallada de las mismas se presenta en las secciones siguientes.



**Figura 3.1.** Diagrama del proceso experimental para el desarrollo de esta tesis.

### **3.3 Fabricación de las aleaciones con memoria de forma.**

Las cintas delgadas de AMF TiNiCu fueron elaboradas en la Universidad Federal de Campina Grande (Aprígio Veloso 882-Bodocongó C.P. 10069, Campina Grande, Paraíba, Brasil). La composición elemental de las aleaciones presentó buenas características para el proceso de fusión por plasma (mejor homogenización, aleaciones libres de oxidación) [5, 6]. La selección de estos elementos (Ti56.5%-Ni36.5%-Cu7%) para conformar la aleación final fue gracias a los trabajos de tesis realizados por el Doctor Enrique López Cuellar en “Fatiga por ciclos térmicos bajo tensión de cables de memoria de forma TiNiCu después de varios tratamientos termomecánicos” (en francés) [51], y el Doctor Osvaldo Emmanuel Lomas González en “Desarrollo y Caracterización de un Material Compuesto basado en una aleación con Memoria de Forma y un Polímero Híbrido” [1]. La aleación TiNiCu mantiene las propiedades de memoria de forma de la aleación NiTi [3]. La adición del cobre le añade resistencia a la aleación pudiendo soportar mayores cargas y esfuerzos de hasta 300 MPa. A su vez, mejora la integridad de las cintas delgadas en condiciones de fatiga e inhibe la fase R. La recuperación de las cintas delgadas es, en promedio, de un 3 a 4%, lo que lo hace ideal para aplicaciones como microactuadores [14].

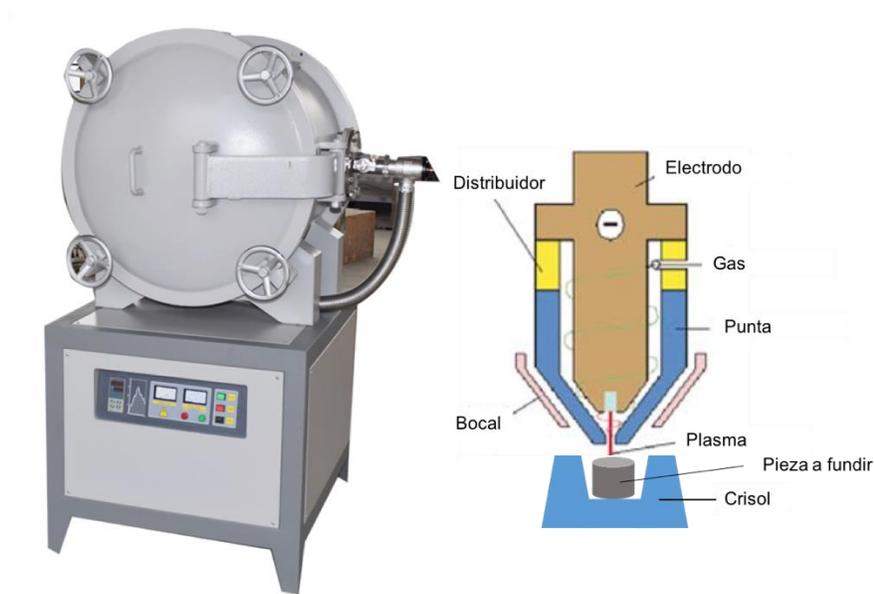
#### **3.3.1 Homogeneización de la aleación por el método de fusión por plasma (PSPP)**

Para la elaboración de los lingotes de aleación TiNiCu se utilizó el método de fusión por plasma o *plasma skull push-pull* (PSPP), de la marca Discovery All. Se optó por desarrollar una aleación cuyas temperaturas de transformación martensítica y austenítica fuesen cercanas entre sí y a una temperatura de activación cercana a los 10 grados Celsius; esto debido a las condiciones de servicio a las que funcionarían los actuadores.

El equipo de fusión Discovery All cuenta con dos electrodos de tungsteno que forman un arco eléctrico en atmosfera controlada con gas inerte, argón (Ar). En la figura 3.2 se observa la máquina de fusión por plasma y un esquema representativo del interior del horno. Este equipo utiliza un haz de electrones de

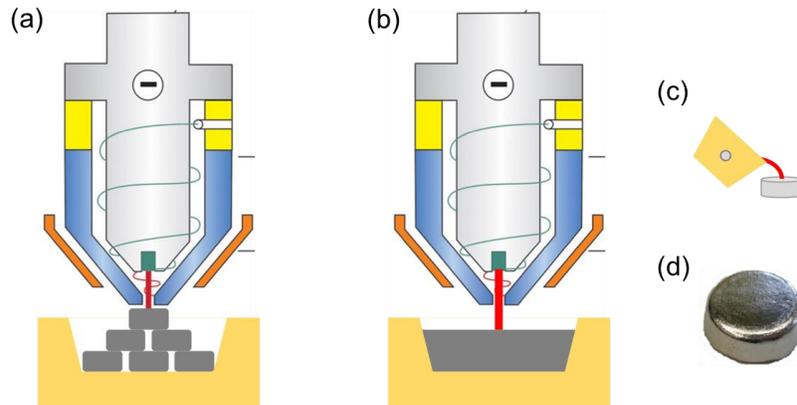
baja velocidad que se descarga desde un cátodo de plasma. Se utilizan dos electrodos de tungsteno; estos son enfriados por un intercambiador de calor, por el cual circula agua. Para concentrar el calor se utiliza un refractario exterior poroso que actúa como aislante y un refractario interior que es un crisol de alúmina. Se utiliza argón de alta pureza garantizando una fusión en condiciones inertes. Otro de los materiales que se usan en la fusión es el fundente, el cual cubre el metal y ayuda a aislar la atmósfera; esto contribuye a bajar las pérdidas por oxidación.

Algunas ventajas que tiene por encima de otros métodos convencionales de fusión son las tasas de fusión rápidas, contaminación de carbono despreciable o nula, control y calidad del vacío, energía estable, menor fluctuación de voltaje, menor costo de instalación de hornos en comparación con métodos como fusión por inducción al vacío (VIM) [5]. Una vez seleccionados los elementos metálicos, estos se colocan en el crisol de cobre y se irradian mediante arco eléctrico con el gas inerte (Ar) y los electrodos de tungsteno. La aleación contenida en el molde toma forma de botón. Cuando la pieza se ha enfriado, se retira del molde y se voltea para repetir el proceso con el fin de homogeneizar la distribución de los elementos en la aleación.



**Figura 3.2.** A la izquierda: horno de plasma *skull push-pull*; a la derecha: esquema representativo del interior de dicho horno de fusión.

En la Figura 3.3 se observa un esquema del funcionamiento del horno de fusión por plasma: a) los elementos aleantes son colocados debajo de un electrodo de tungsteno con anillo-disco rotatorio, b) formación de una flama de plasma en la atmosfera de argón que fundirá los elementos y d) solidificación de la aleación en forma de botón. Antes de la inyección al molde, el material es fundido varias veces, por lo menos cinco, para homogeneizar el producto final [14].



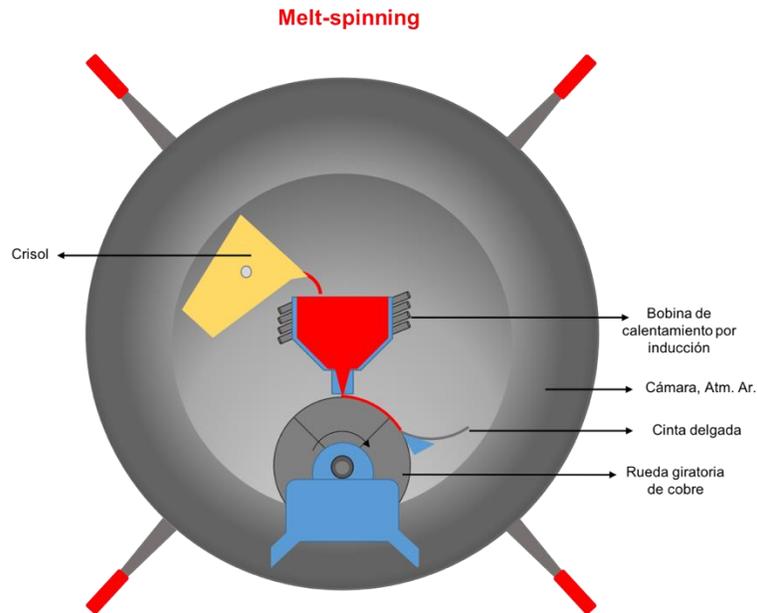
**Figura 3.3.** Proceso de fusión por plasma: (a) elementos Ni, Ti y Cu en el crisol, (b) fusión por plasma, (c) vaciado de la aleación fundida en un crisol de aluminio, (d) pastilla de aleación [5].

### 3.3.2 Fabricación de las cintas delgadas TiNiCu por el método *melt spinning*

El equipo de fusión por *melt spinning* consta de instalaciones eléctricas capaces de suministrar hasta 4.2 MW a la bobina de inducción que rodea al crisol dentro de la cámara de fusión. El equipo cuenta con un sistema de vacío y suministro de gas inerte (Ar) que ayuda a controlar y reducir considerablemente fenómenos de oxidación y se alcanzan presiones muy bajas ( $10^{-3}$  torr o 0.000001 atm), eliminando gases y elementos volátiles indeseables, reduciendo el riesgo de contaminación para el material de fusión [5, 6].

Una vez alcanzada la homogeneidad en la aleación TiNiCu por el método *skull push pull* (PSSP), se procedió a conformar las cintas delgadas por el método *melt spinning*. Como se mencionó en la sección X.X, este proceso consta en fundir por inducción los botones obtenidos por PSSP en una atmosfera de argón a 200 mbar, a una temperatura de 1350°C en un crisol de cuarzo. Posteriormente, se vacía la mezcla fundida a través de una boquilla inferior de 1 mm de diámetro a la superficie de la banda de rodamiento de una rueda giratoria de cobre. La distancia entre la boquilla de vaciado y la banda de rodamiento de la rueda fue aproximadamente de 0.5 mm. Un esquema representativo de la máquina se muestra en la figura 3.4. La velocidad tangencial del giro de la rueda, las

dimensiones de las cintas, y su composición, se presenta en la tabla 3.1.



**Figura 3.4.** Esquema de la máquina de solidificación rápida, *melt spinning*, para fabricar cintas delgadas.

**Tabla 3.1.** Características de las cintas usadas en este trabajo.

Composición de la aleación	Velocidad de la rueda (m/s)	Espesor ( $\mu\text{m}$ )	Ancho (mm)
M1: Ni-Ti-Cu 56.55-35.52-7.93 Wt%	38	30 $\pm$ 5	1.39-1.48
M2: Ni-Ti-Cu 53.84-38.90-7.26 Wt%	50	25 $\pm$ 5	1.28-1.36

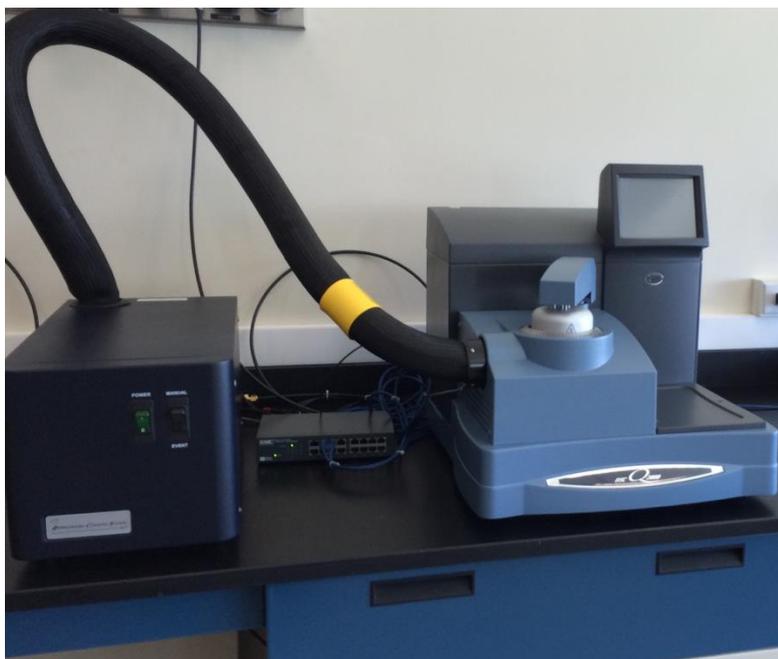
### 3.4 Técnicas de caracterización

Se recurrieron a diferentes técnicas de caracterización para analizar las cintas delgadas de TiNiCu. Se utilizó calorimetría diferencial de barrido (DSC) para obtener las temperaturas de transformación y observar la variación de la entalpía con la transición de fases en muestras conformadas a diferente velocidad de giro

de rueda por el método de *melt spinning*. Para analizar la microestructura y morfología de las cintas delgadas se usó la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM), así como el análisis de la composición química de las muestras con la herramienta de dispersión de energía mediante rayos X (EDX) con que cuenta el SEM. Así también, se realizaron ensayos electromecánicos y termomecánicos para medir el efecto de memoria de forma y su comportamiento a los ciclos de fatiga. Cada una de las pruebas de caracterización se describe a continuación.

#### **3.4.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).**

Para este estudio se utilizó un calorímetro diferencial de barrido (DSC) de la marca Texas Instruments, modelo Q2000 (ver figura 3.5), ubicado en los laboratorios del CIIDIT. El equipo está equipado con un sistema de enfriamiento de nitrógeno líquido. Este equipo se maneja a través del programa Proteus. El rango de temperatura aplicado a las muestras fue de 20°C (273 K) a 120°C (393 K) con una rampa de 2°C/min. La masa de las muestras varió entre 5 y 8 mg.



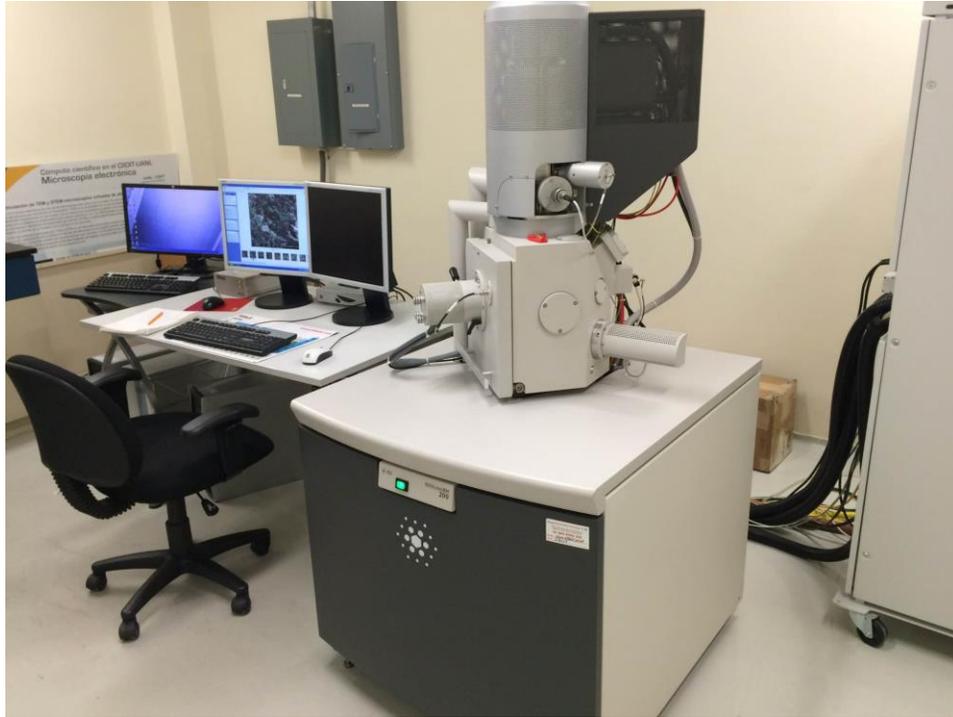
**Figura 3.5.** Calorímetro diferencial de barrido (DSC) Q2000 de TA instruments.

### **3.4.2 Microscopio electrónico de barrido (SEM).**

La técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) fue utilizada para analizar la microestructura y morfología de las cintas delgadas de TiNiCu. Se usó un Microscopio NovaNanoSEM 200 de la Marca FEI, ubicado en las instalaciones del CIIDIT (ver figura 3.6). Este microscopio cuenta con una resolución de alto vacío para muestras conductoras de 1.0 nm y es capaz de generar una diferencia de potencial de hasta 30 KV.

Para esta técnica, las muestras fueron preparadas para ser analizadas bajo las mismas dimensiones (1.5 mm x 5 mm) con variación en los espesores, esto con el fin de apreciar la disposición de los granos y ver el efecto de la tensión sobre estos; debido al peso y tamaño de las películas delgadas estas fueron aseguradas con cintas conductoras adhesivas de carbón. Las imágenes capturadas se obtuvieron en modo de bajo vacío. Para valorar las dimensiones de las cintas se utilizaron magnificaciones de 100x y entre 20,000 X y 240,000 X para observar morfología y microestructura con un voltaje acelerador entre 10 y 15 kV.

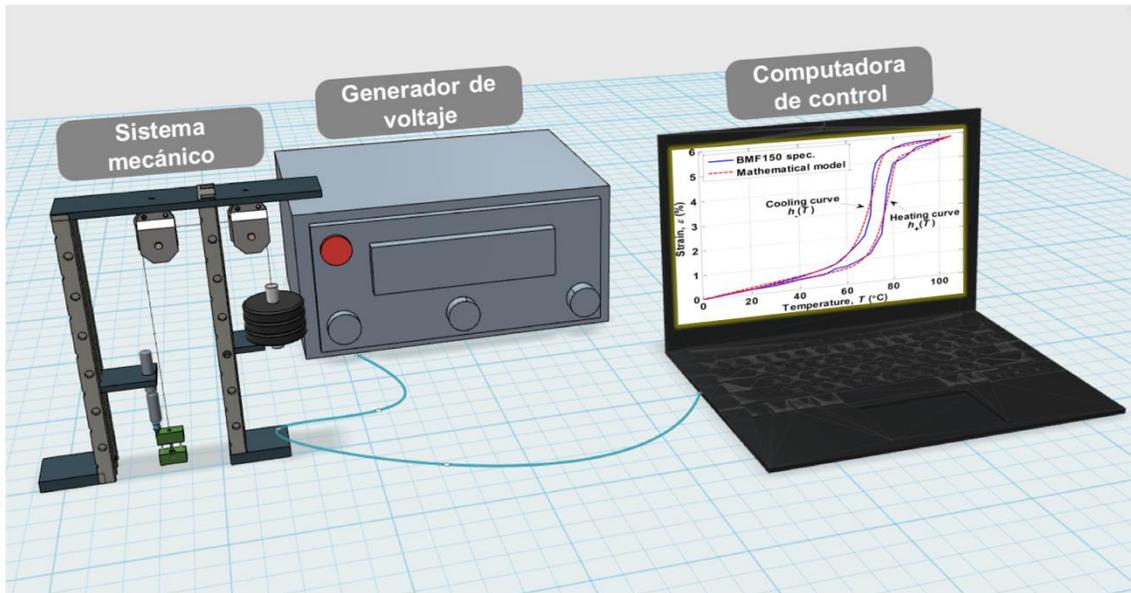
El equipo está integrado con un sistema de microanálisis por energía dispersiva por rayos X (EDS), el cual fue utilizado para el análisis elemental de las muestras. Con esta técnica es posible medir semicuantitativamente la composición química de los precipitados, dendritas e inclusiones y estimar su abundancia relativa en las cintas delgadas.



**Figura 3.6.** Microscopio electrónico de barrido SEM con un sistema de microanálisis por energía dispersiva por rayos X (EDS).

### **3.4.3 Caracterización electromecánica**

El efecto de memoria de forma constituye uno de los aspectos más importantes para el desarrollo de actuadores y otros dispositivos que aprovechen este mecanismo. Establecer los valores de densidad de corriente, deformación y temperatura que ocurren durante el mecanismo de transformación martensítica es de gran importancia. Para ello, en estudios previos se desarrolló una máquina capaz de medir estos valores [1], ver figura 3.7. Con esta técnica se logra datar con gran precisión el comportamiento de las muestras que se encuentran bajo carga constante a modo de tensión. Para lograr la transformación, las muestras se calientan por efecto Joule, imprimiéndoles una corriente eléctrica de manera cíclica que va de 0.7 a 1 A, aplicando un voltaje de 1.2 a 1.5 V. El enfriamiento posterior ocurre por convección natural con el ambiente, una vez que cesa el flujo de corriente eléctrica.

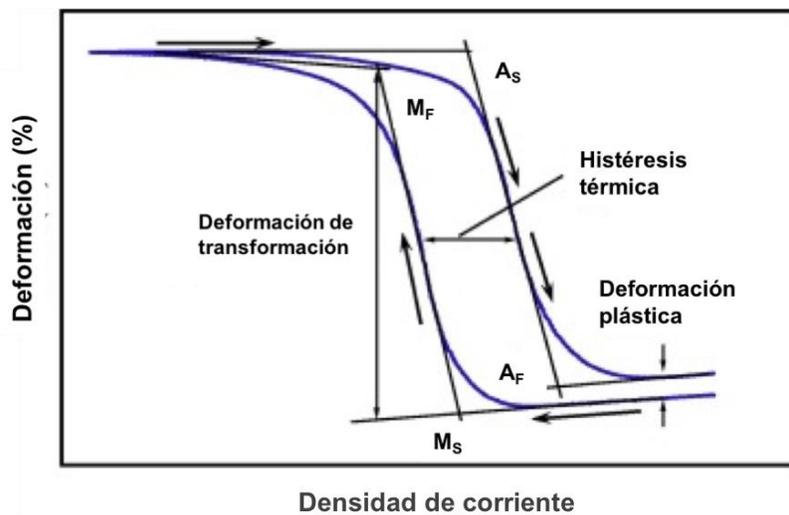


**Figura 3.7.** Esquema representativo de la máquina de ensayos electromecánicos y los componentes necesarios para su funcionamiento.

Para este trabajo se utilizaron diferentes valores de carga a modo de tensión sobre las cintas delgadas con el fin de analizar el comportamiento de las muestras por medio de las curvas de histéresis que se obtienen como resultado de la transformación martensítica debido a los ciclos de calentamiento-enfriamiento. Durante la transformación ocurren cambios microestructurales favorecidos por el cizallamiento. Dichos cambios se ven reflejados en cambios dimensionales macroscópicos. Estas deformaciones reversibles que varían su valor en función de la intensidad de corriente se pueden datar gracias al sensor de posición o transformador diferencial de variación lineal (LVDT).

Gracias a esta máquina de ensayos electromecánicos, se puede caracterizar el efecto de memoria de forma en distintas aleaciones. Las aleaciones son sometidas a cargas constantes durante ciclos de calentamiento por efecto joule, obteniendo curvas con valores de deformación en función de densidad de corriente. De este modo, es posible medir valores de recuperación y temperaturas de transformación.

Para llevar a cabo el ensayo electromecánico, primero se ingresan los valores de corriente (A) y voltaje (V) para calentar la muestra por efecto Joule. Para las cintas delgadas, fue programada una rampa que incrementase el voltaje y la corriente a de 0 a 0.9 mV/s y 1 A. Estos son los valores necesarios para alcanzar la temperatura de transformación  $A_f$ . Posteriormente, se mantiene la corriente por unos segundos con el fin de homogeneizar la temperatura en toda la muestra y transformar completamente. Después, se le aplica la carga mecánica que será constante durante el ensayo, el sistema está programado para disminuir la corriente eléctrica gradualmente hasta 0 A con el fin de alcanzar una temperatura por debajo de  $M_f$  y formar la microestructura martensítica. Este proceso se puede llevar a cabo de manera cíclica. Las muestras M1: 38 m/s as-spun y M2: 50 m/s as-spun se sometieron a cargas constantes con valores de 100 a 300 MPa obteniendo curvas como la que se muestra en la figura 3.8.



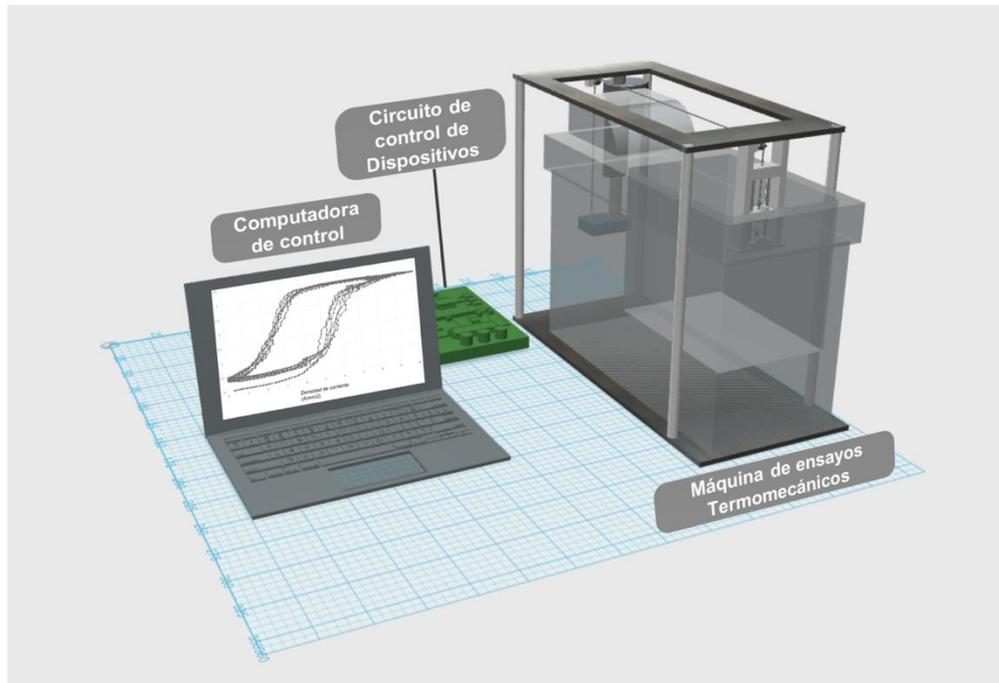
**Figura 3.8.** Curva representativa de un ensayo electromecánico y la ubicación de los puntos de transformación.

#### **3.4.4 Caracterización termomecánica**

Como se ha mencionado anteriormente, el grupo de investigación de AMF está llevando a cabo diversos estudios de las aleaciones con memoria de forma para ser utilizadas en el desarrollo de actuadores, con el fin comprender el mecanismo que ocasionan los cambios de fase en estos materiales, al ser sometidos a diferentes tipos de condiciones mecánicas y térmicas.

Para determinar el comportamiento de las AMF, en este proyecto se desarrollaron dos máquinas que permiten hacer ensayos sobre las cintas delgadas, una en modo electromecánico, donde el calentamiento es aportado por efecto Joule a través de una corriente y la otra en modo termomecánico, donde la temperatura es controlada a través de un baño térmico. En la figura 3.9 se puede observar los elementos básicos para llevar a cabo el ensayo termomecánico.

El programa de adquisición de datos cuenta con dos modos de ensayo para hacer las pruebas. El primero, de ciclos rápidos, donde el material es expuesto a rampas constantes que permiten lograr los propósitos planteados para el estudio de las cintas delgadas de AMF. Por un lado, el sistema de tensión a carga variable es el encargado de inducir los esfuerzos axiales en las cintas delgadas. Esto se logra a través de un actuador hidráulico capaz de generar 1500 N de carga. Por otro lado, el control de temperatura se realiza a partir del sistema de acondicionamiento térmico de un baño recirculador; este sistema permite seleccionar y configurar rutas de temperaturas específicas, teniendo la posibilidad de estudiar otras AMF que trabajan en rangos de transformación diferentes.

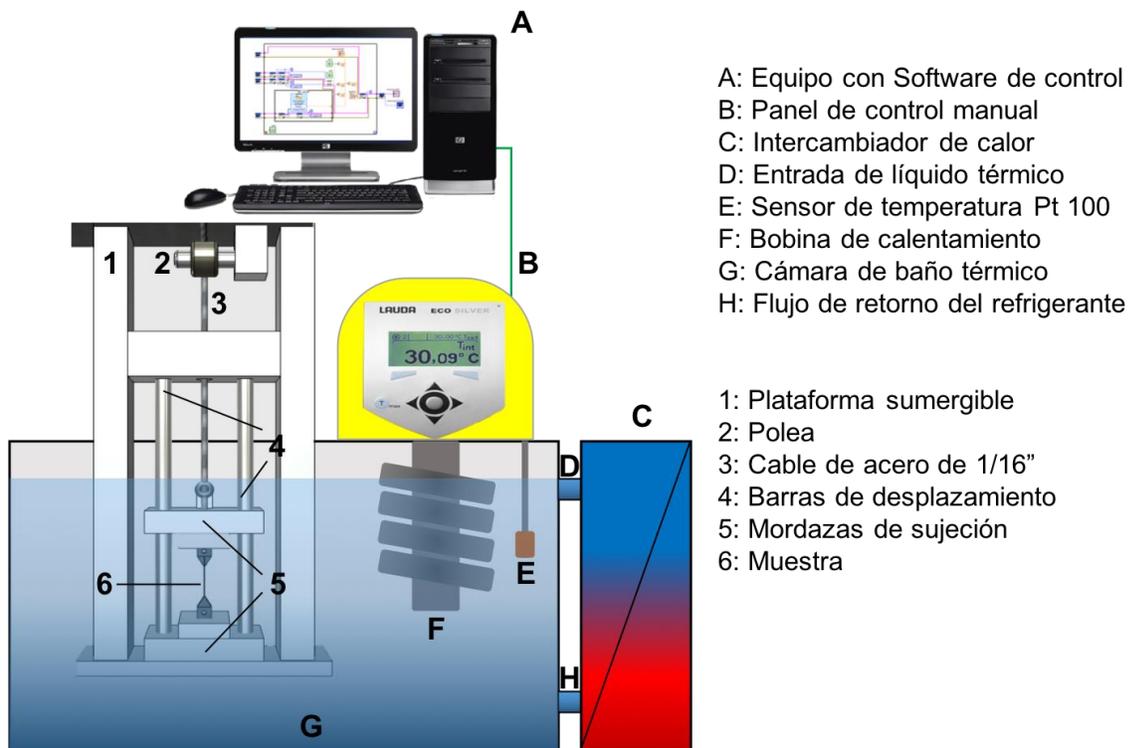


**Figura 3.9.** Esquema representativo de la máquina de ensayos termomecánicos y los componentes básicos para su funcionamiento.

El sistema de acondicionamiento térmico está basado en un proceso de intercambio de calor, donde la temperatura del fluido (etilenglicol) en el que está sumergida la cinta delgada, se regula por medio del sistema de circulación de alta potencia del baño recirculador, a través de la información obtenida del sensor de temperatura. Un esquema de este proceso puede observarse en la figura 3.10.

El sistema de adquisición de datos permite configurar las variables de temperatura, tiempo, y velocidad de flujo en el baño recirculador. Una vez determinadas las condiciones térmicas del experimento, el controlador (PC) adquiere el valor inicial de temperatura a través del sensor del baño donde se encuentra sumergida la muestra. Este valor es comparado con el valor establecido por el usuario en el programa y alcanzado a través del sistema de refrigeración/calefacción. Una vez alcanzada la temperatura del baño, el ensayo es iniciado siguiendo la ruta de temperatura elegida por el usuario. De este modo,

la temperatura del baño en torno a la muestra se mantiene regulada durante el experimento.



**Figura 3.10** Esquema representativo del control de temperatura a través del baño recirculador LAUDA-420.

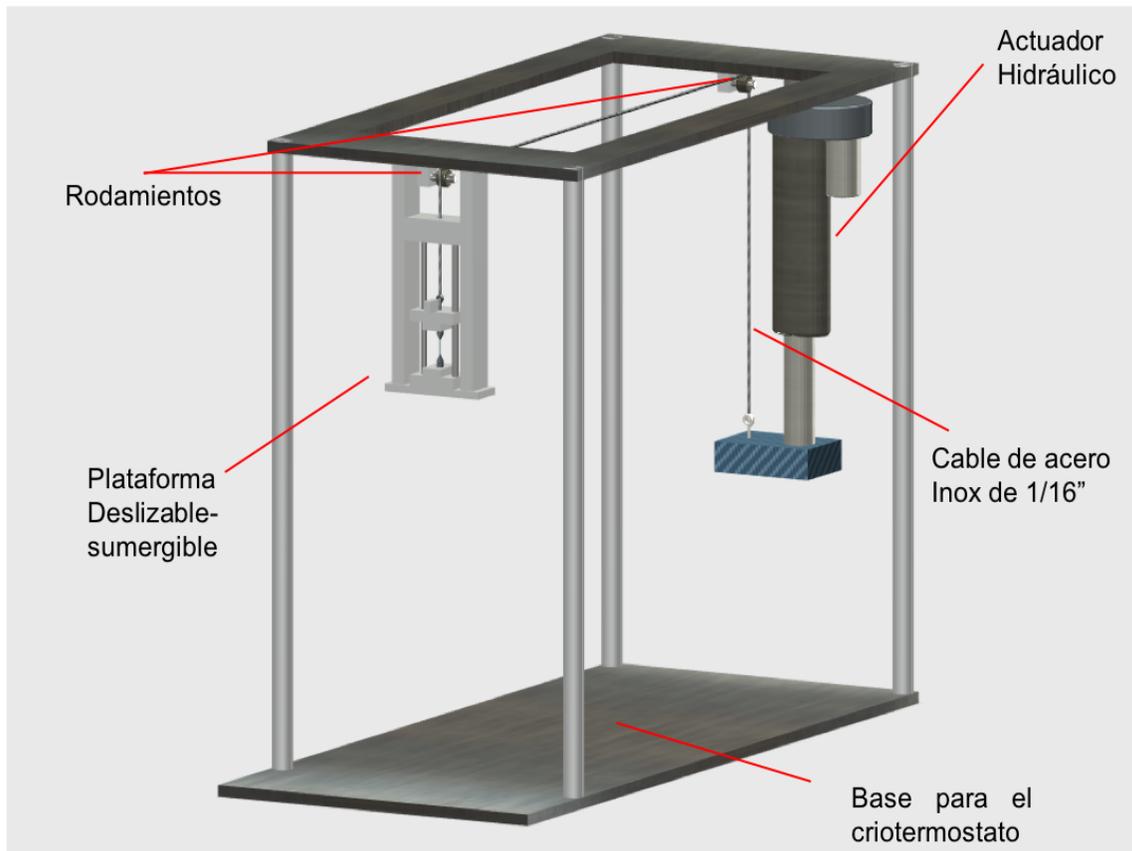
### 3.5 Diseño, construcción y funcionamiento de la máquina de ensayos termomecánicos.

Con el objetivo de determinar el comportamiento de memoria de forma en las cintas de TiNiCu se desarrolló una máquina que permite realizar ensayos termomecánicos. El mecanismo de la máquina consiste en la deformación de las cintas por tensión a carga constante mientras se controla la temperatura del baño recirculador en modo cíclico. Los datos obtenidos en los ensayos permiten graficar curvas de histéresis gracias a la medición de la deformación y temperatura; esta última se relaciona directamente con los datos obtenidos del DSC para ubicar las transformaciones de martensita y austenita.

### **3.5.1 Diseño**

Para la impresión de los elementos estructurales se utilizó el programa de diseño 123D Design Autodesk. Debido a las condiciones de servicio en las que opera la máquina, se imprimieron piezas de polietileno de alta densidad, con bajo coeficiente de dilatación térmica y gran resistencia a la tracción; se utilizó una impresora 3D marca MakerBot.

La estructura de soporte se diseñó de manera que pudiese mantener integrado los sistemas que componen la máquina de ensayos termomecánicos, teniendo en cuenta las fuerzas que generan la carga constante (carga máxima de 117.6 N) y las vibraciones que provoca el funcionamiento del baño recirculador. Para este fin, la estructura fue conformada en hierro nodular debido a su alta resistencia a la deformación. Se diseñó en base a las dimensiones del baño recirculador LAUDA 420. La estructura cuenta con un módulo de tensión de muestra movable, cuya posición puede ajustarse para sumergirse en el baño térmico. Tanto los rodamientos como el actuador hidráulico se encuentran soldados a la estructura, los componentes mencionados en este párrafo se muestran en la figura 3.11.



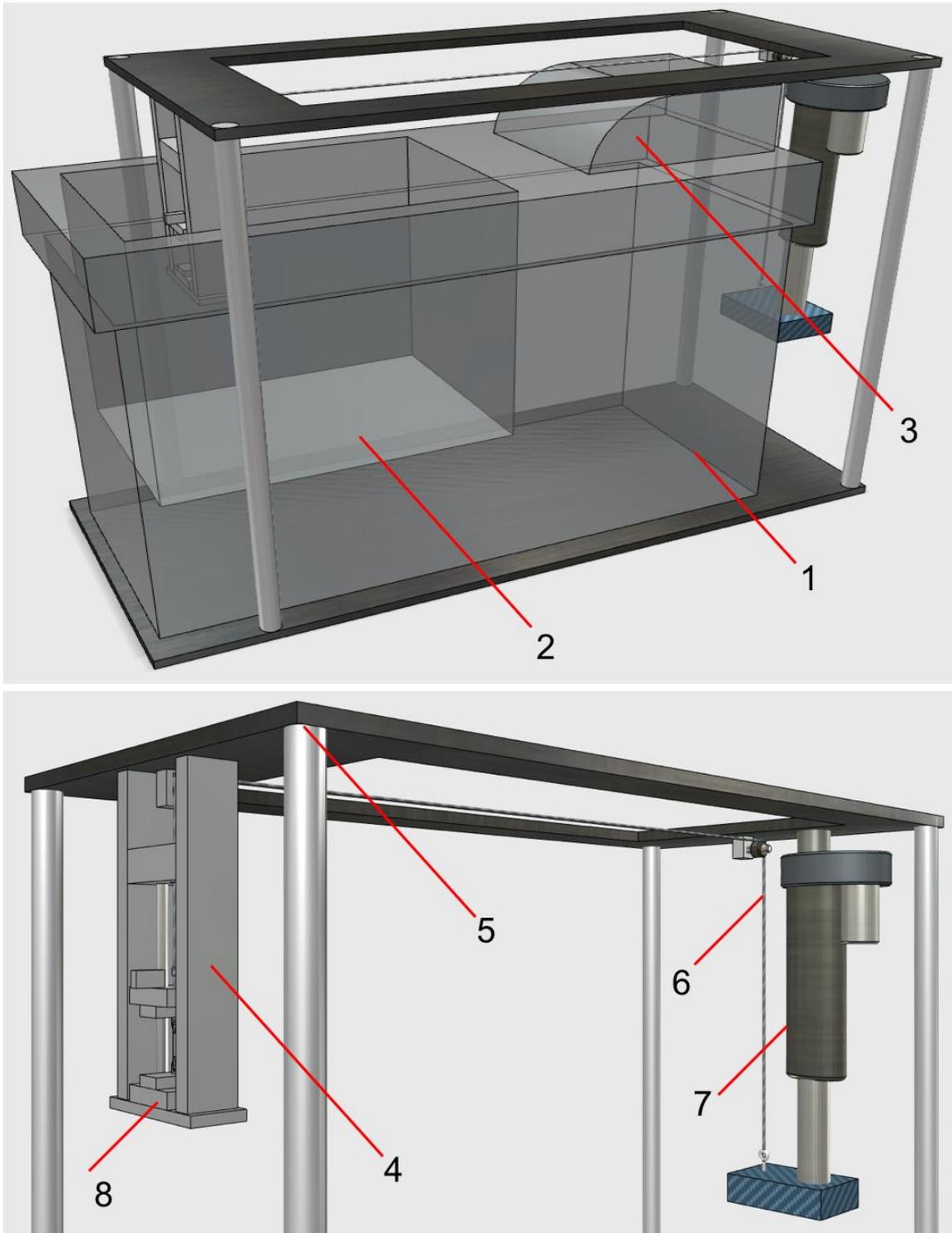
**Figura 3.11.** Modelo computarizado de la estructura de soporte de la máquina de fatiga termomecánica.

La estructura de soporte está diseñada para tolerar una carga máxima de 117.6 N sin que se presente una deformación considerable. Este valor es el resultado del producto vectorial entre la fuerza que genera el actuador y la longitud del cable de acero entre los dos rodamientos. Para fuerzas por encima de este valor, se obtendrían termogramas con un ruido considerable producto de la deformación de la estructura., Este elemento estructural se diseñó teniendo como criterio fundamental la medición de deformaciones mínimas, ya que se necesita una gran precisión en la adquisición de los datos debido a las dimensiones micrométricas de las cintas.

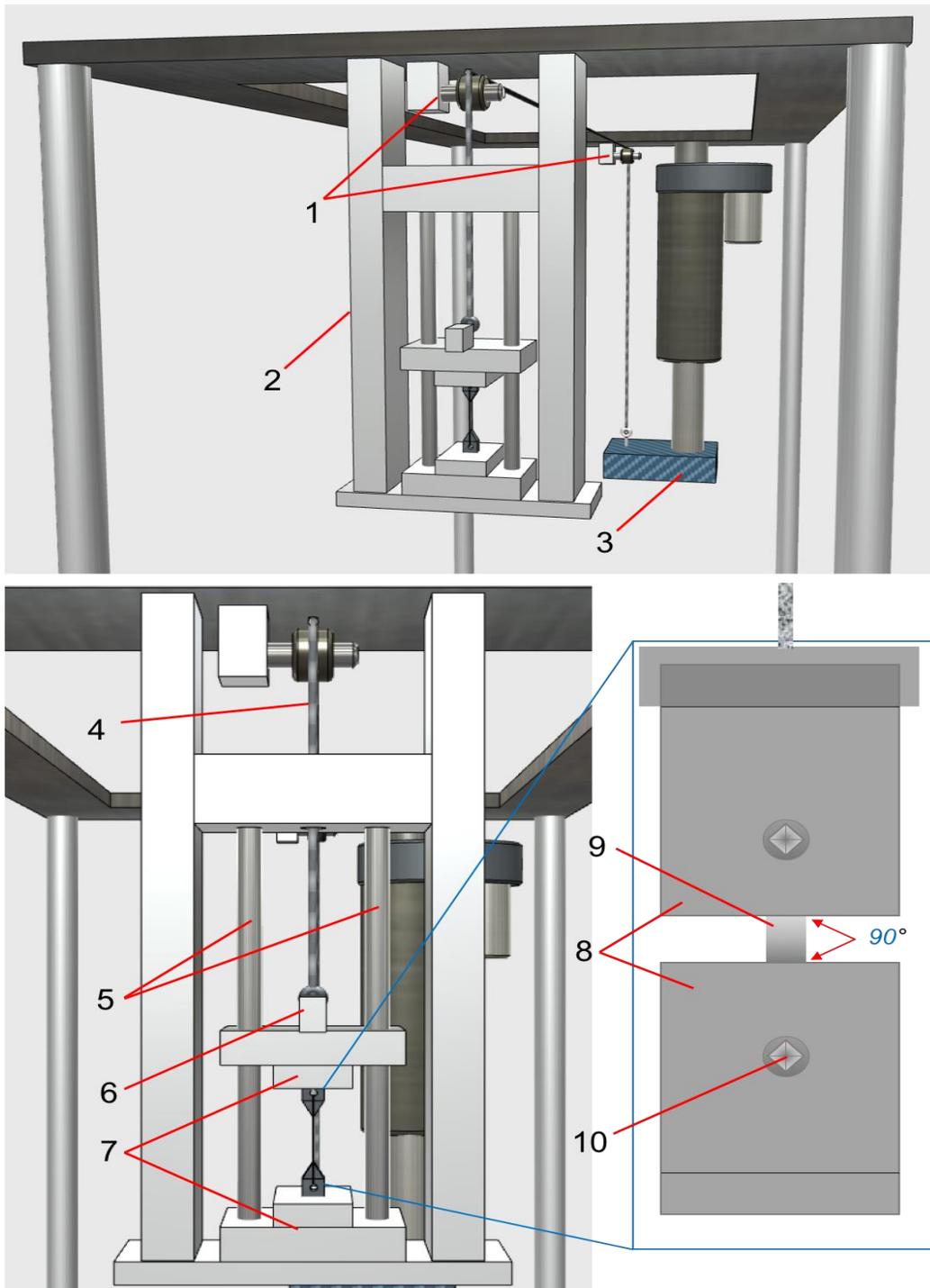
### **3.5.2 Descripción general de la máquina**

En las figuras 3.12 y 3.13 se presenta un diseño computarizado de la máquina de fatiga termomecánica elaborado mediante 123D Design Autodesk. En la figura 3.12, la mordaza inferior (8) está unida a la plataforma de inmersión (4). El módulo sumergible cuenta con dos posiciones respecto a la estructura de soporte (5): la primera posición facilita el ajuste de las mordazas sobre la cinta, y la segunda posición sirve para sumergir el módulo donde se encuentra amordazada la muestra al baño térmico (2). La temperatura del baño es controlada por el baño recirculador Lauda RE-420 (1); la carga puede ser variable y se genera a través del actuador hidráulico (7) que se controla desde la PC y el software. También hay un controlador manual (3).

En la figura 3.13 la cinta delgada (9) se encuentra en posición vertical sujeta de los extremos mediante mordazas (8). La mordaza superior se encuentra conectada a un cable de acero (4), éste pasa a través de los rodamientos (1) al brazo de suspensión (3) y las guías de cabezal (5) que contribuyen a direccionar el movimiento producto de la deformación por tensión, y están sujetos a la plataforma de inmersión (2). Esto le confiere al procedimiento un desplazamiento suave y estable. Por último, el cabezal móvil (6) tiene una libertad de movimiento en el eje Y de 85 mm; ésta se desliza a través de las guías de cabezal (5). Dicho cabezal se compone de la mordaza superior para sujetar la muestra (9) y una superficie superior de contacto para colocar el sensor de posición LVDT.



**Figura 3.12.** Esquema de la máquina de fatiga termomecánica. 1. Baño recirculador Lauda 420, 2. Cámara de baño térmico, 3. Panel de control manual, 4. Plataforma de inmersión, 5. Estructura de soporte, 6. Cable de acero inoxidable, 7. Actuador hidráulico. 8. Mordaza inferior.

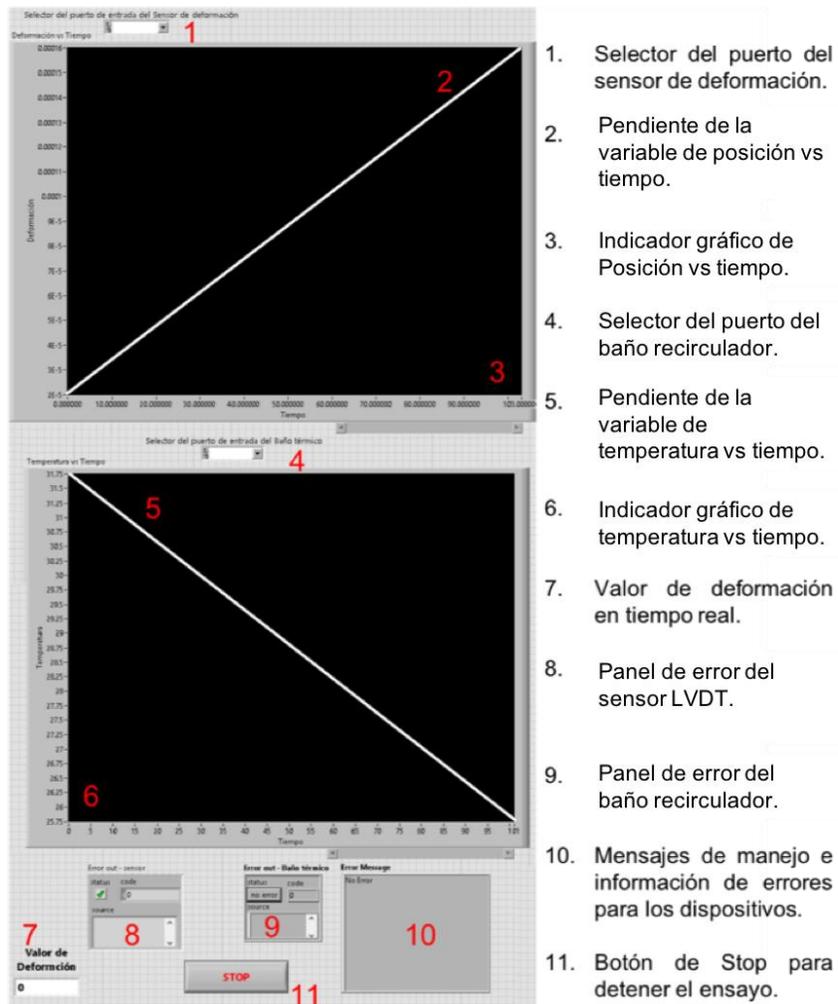


**Figura 3.13.** Esquema de la máquina de fatiga termomecánica. 1. Rodamientos, 2. Plataforma de inmersión, 3. Brazo de suspensión, 4. Cable de acero Inoxidable, 5. Guías de cabezal, 6. Cabezal móvil, 7. Sujetadores de mordazas, 8. Mordazas desmontables, 9. Muestra, 10. Tornillos de sujeción.

### 3.5.3 Programa implementado.

El programa implementado para el control de la máquina de ensayos termomecánicos fue desarrollado mediante LabVIEW 8.0. El programa permite controlar la fuerza suministrada por el actuador hidráulico, y configurar la temperatura y velocidad de flujo del baño recirculador. Durante el ensayo, la deformación de la muestra es datada por el sensor de posición, y los valores de temperatura son adquiridos por el sensor del baño térmico. La graficación de estos datos resulta en termogramas, donde se observa la variación de la longitud de la muestra en función de la temperatura.

En la figura 3.14 se muestra la interfaz del programa de control de la máquina de ensayos termomecánicos. En la parte superior del panel se encuentra un elemento de selección (1) y (4), este permite elegir el puerto que conecta al sensor de posición LVDT y el baño recirculador. En el centro de la interfaz del programa se observan dos indicadores gráficos (3) y (6) donde se muestran los datos obtenidos por los sensores de posición y temperatura. Las pendientes (2) y (5) corresponden a la lectura de un ensayo, las variables de posición y temperatura están graficadas en función del tiempo. Debajo del indicador gráfico de temperatura (6), se encuentran los paneles indicadores de error, el de la derecha corresponde al indicador del sensor LVDT (8) y el de la izquierda al indicador del sensor de temperatura del baño recirculador (9), en estos se indican los errores que aparecen en código y la fuente de procedencia en el sistema de control. Una caja de mensajes de errores (10) describe el error en el sistema y su posible solución. Por último, un botón “Stop” (11) de emergencia, para detener el ensayo de manera rápida, inhabilitando sensores y el flujo del baño térmico.



1. Selector del puerto del sensor de deformación.
2. Pendiente de la variable de posición vs tiempo.
3. Indicador gráfico de Posición vs tiempo.
4. Selector del puerto del baño recirculador.
5. Pendiente de la variable de temperatura vs tiempo.
6. Indicador gráfico de temperatura vs tiempo.
7. Valor de deformación en tiempo real.
8. Panel de error del sensor LVDT.
9. Panel de error del baño recirculador.
10. Mensajes de manejo e información de errores para los dispositivos.
11. Botón de Stop para detener el ensayo.

**Figura 3.14.** Interfaz del programa de control de la máquina de ensayos termomecánicos.

En este capítulo se detallaron los procesos de experimentación del trabajo de tesis, así como la descripción de las técnicas de fusión de la aleación y el conformado de las cintas delgadas de TiNiCu. También se describieron aspectos generales de diseño y funcionamiento de las máquinas de ensayos electromecánicos y termomecánicos, así como el programa de control implementado.

Después de este punto, se presenta a continuación el capítulo 4, donde se describirá de manera detallada los resultados obtenidos por las técnicas de

caracterización y los ensayos termomecánicos y electromecánicos mencionados en el capítulo anterior, así como el análisis e interpretación de estos.

## **4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En el siguiente apartado se mostrarán los resultados recopilados durante el proceso de experimentación y caracterización, así como una breve descripción de los ensayos llevados a cabo en la máquina de fatiga termomecánica desarrollada para este proyecto, de modo que el análisis e interpretación de los resultados se vean fortalecidos con estas pruebas.

### **4.1 Caracterización microestructural**

En este apartado se describen las características morfológicas y microestructurales de las cintas delgadas de AMF TiNiCu. La técnica utilizada para analizar la microestructura de la aleación fue Microscopía Electrónica de Barrido y para obtener un análisis de los elementos presentes se utilizó la técnica de espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) con el que cuenta el equipo NovaNanoSEM 200.

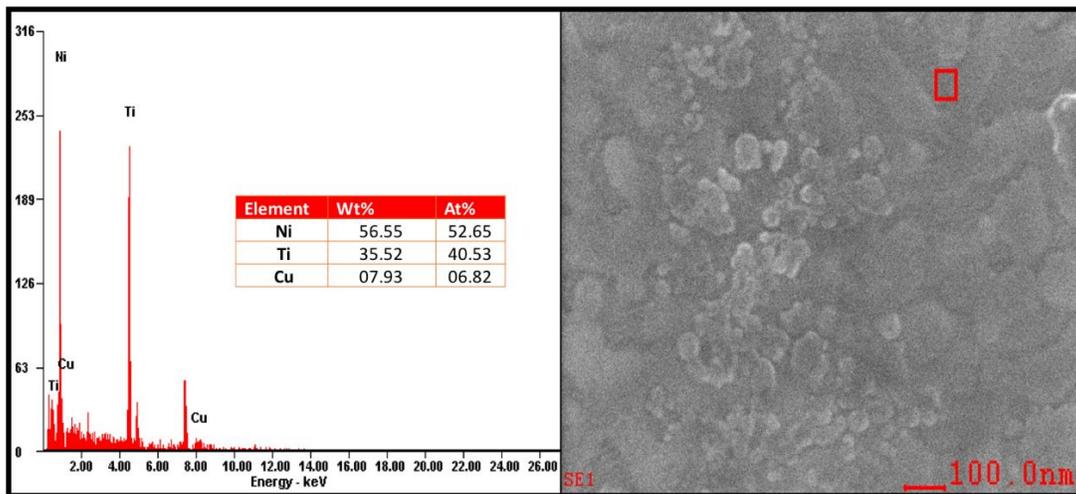
Las cintas delgadas de AMF elegidas para este proyecto de investigación, son las que mostraron las propiedades óptimas de memoria de forma en estudios anteriores [5]. Fueron elegidas dos tipos cintas con una mínima variación en su contenido elemental y con una diferencia de velocidades en el giro de la rueda en su proceso de conformado con *melt spinning*. Estas aleaciones no tuvieron un tratamiento térmico previo (*as-spun*). Las características de composición elemental y de velocidad de la rueda en el proceso de conformado de las cintas de AMF se presentan en la tabla 4.1.

**Tabla 4.1.** Composición elemental de las cintas TiNiCu.

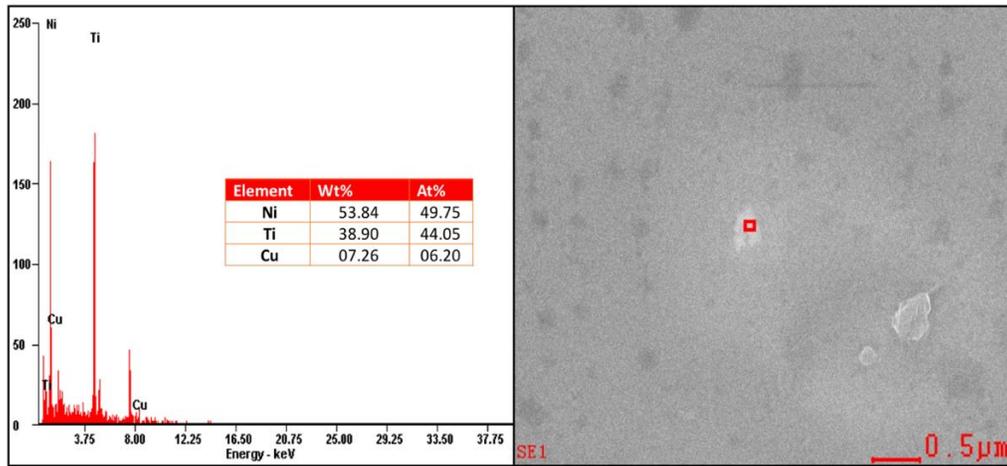
Aleación	Velocidad de rueda	% at. Ni	% at. Ti	% at. Cu
M1: TiNiCu 56.55-35.52-7.93 Wt%	38 m/s	52.65	40.53	06.82
M2: TiNiCu 53.84-38.90-7.26 Wt%	50 m/s	49.75	44.05	6.20

El análisis de composición elemental de las cintas con memoria de forma visto en la tabla 4.1, es la composición química con la que fueron desarrolladas las aleaciones en la *Universidade Federal de Campina Grande, Brasil*.

Los valores obtenidos mediante análisis de EDS en las cintas M1 y M2 conformadas a diferentes velocidades se pueden observar en las figuras 4.1 y 4.2, respectivamente. Los valores de composición química obtenidos previo al proceso de *melt spinning* son análogos a los valores de composición de las muestras M1 y M2 analizados posteriormente al proceso de conformado de las cintas de AMF [5, 6].



**Figura 4.1.** Análisis de composición química por técnica de EDS de la cinta de AMF M1: 38 m/s as-spun.

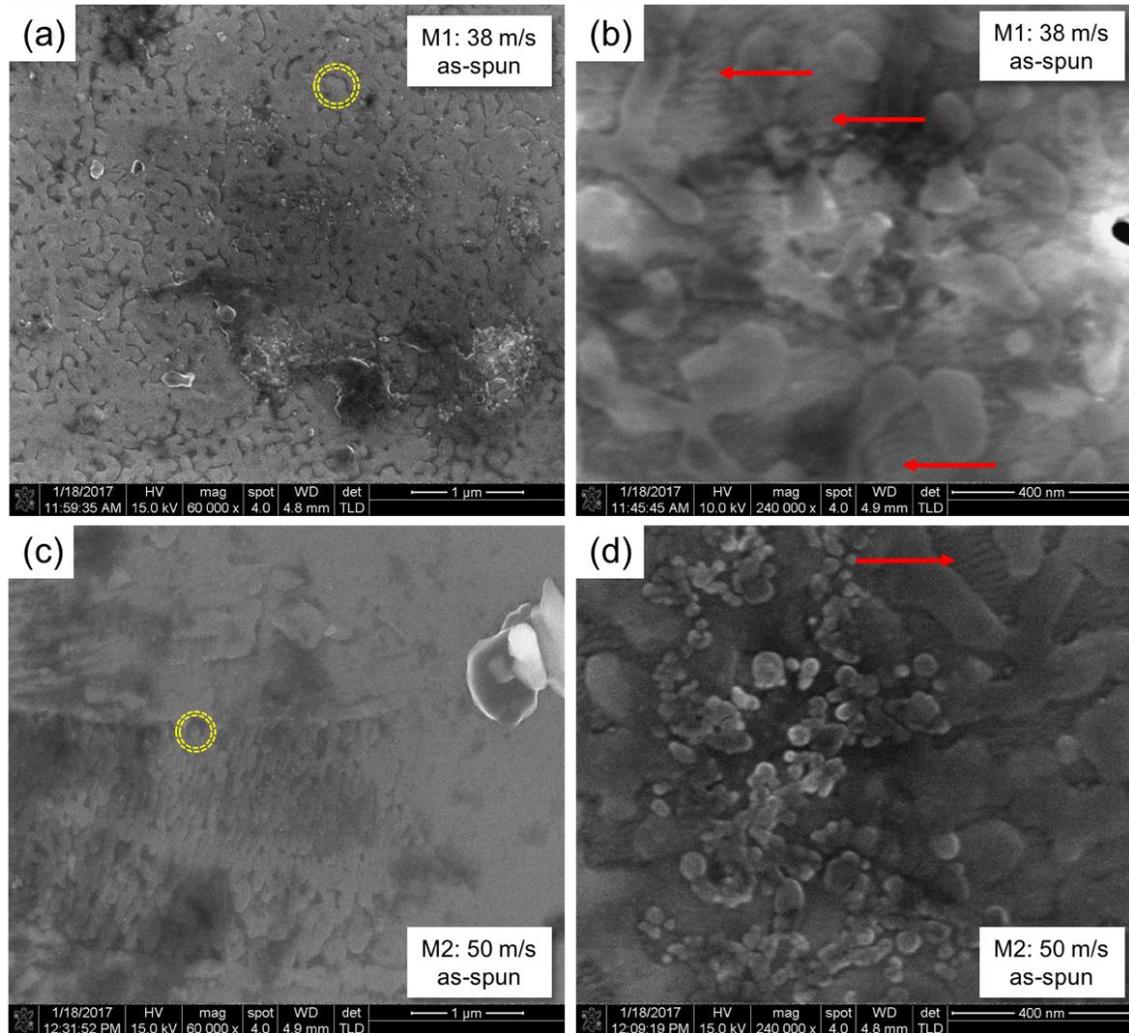


**Figura 4.2.** Análisis de composición química por técnica de EDS de la cinta de AMF M2: 50 m/s as-spun.

Mediante microscopia electrónica se pudo observar la morfología de las cintas de AMF. En la figura 4.3 se muestran las cintas M1 y M2, respectivamente. En el inciso (a), correspondiente a la cinta M1, se identifica con líneas punteadas amarillas una dendrita con un contenido mayor de Ni respecto a la matriz, analizado por EDS y un tamaño de dendritas promedio de  $0.13 \mu\text{m}$ . En el inciso (c), para la cinta M2, el tamaño promedio de dendritas es de  $0.09 \mu\text{m}$ . Esto sugiere que, con el incremento de la velocidad de la rueda, el flujo de aire sobre el sustrato propicia un mayor enfriamiento, lo que deriva en una nucleación acelerada, obteniendo así un tamaño menor de dendrita [6]. Así mismo, el incremento de la velocidad en el conformado de las cintas fabricadas mediante *melt spinning* supone un aumento significativo de los defectos en la microestructura, especialmente pequeños precipitados y en densidad de dislocaciones [32].

Por otra parte, en los incisos (b) y (d), se indican con flechas rojas la presencia de plaquetas de martensita en el interior de los granos. De acuerdo con la teoría, estas plaquetas se presentan en variantes, cuentan con la misma estructura cristalina y sólo se diferencian por sus planos de hábito y orientación. Cuando en

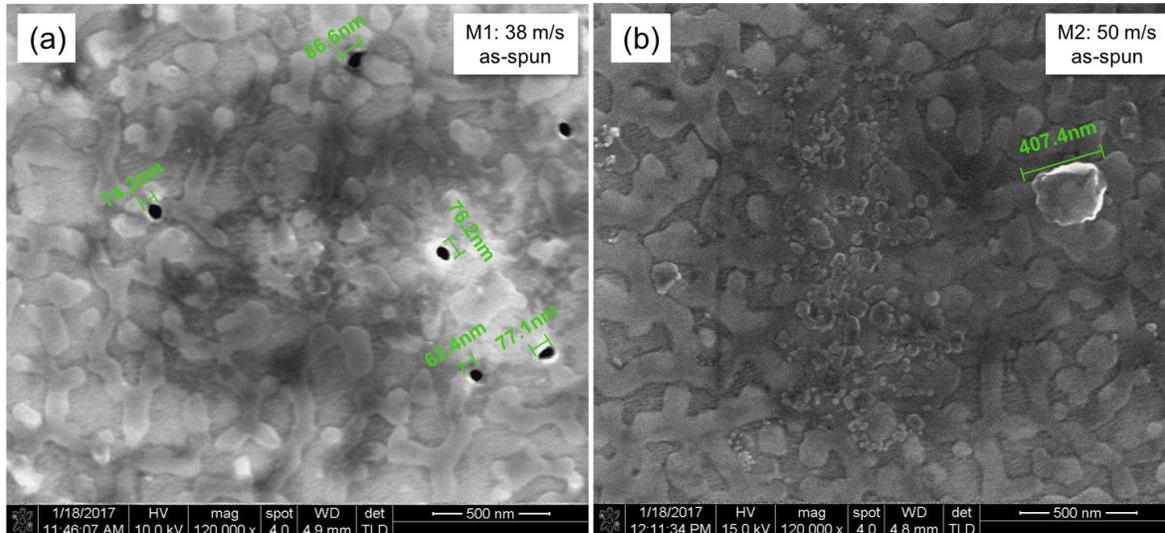
la muestra se genera un esfuerzo ( $\sigma$ ), algunas de las variantes serán favorecidas, produciendo deformación en la dirección del esfuerzo, generando así una deformación macroscópica en la cinta [17].



**Figura 4.3.** Imágenes obtenidas del SEM de las cintas de AMF, donde (a) y (b) son la muestra M1 conformada a una velocidad de rueda de 38 m/s as-spun; (c) y (d) son la muestra M2 conformada a una velocidad de rueda de 50 m/s as-spun. Las líneas punteadas amarillas muestran una dendrita en la microestructura y las flechas rojas señalan las colonias de martensita.

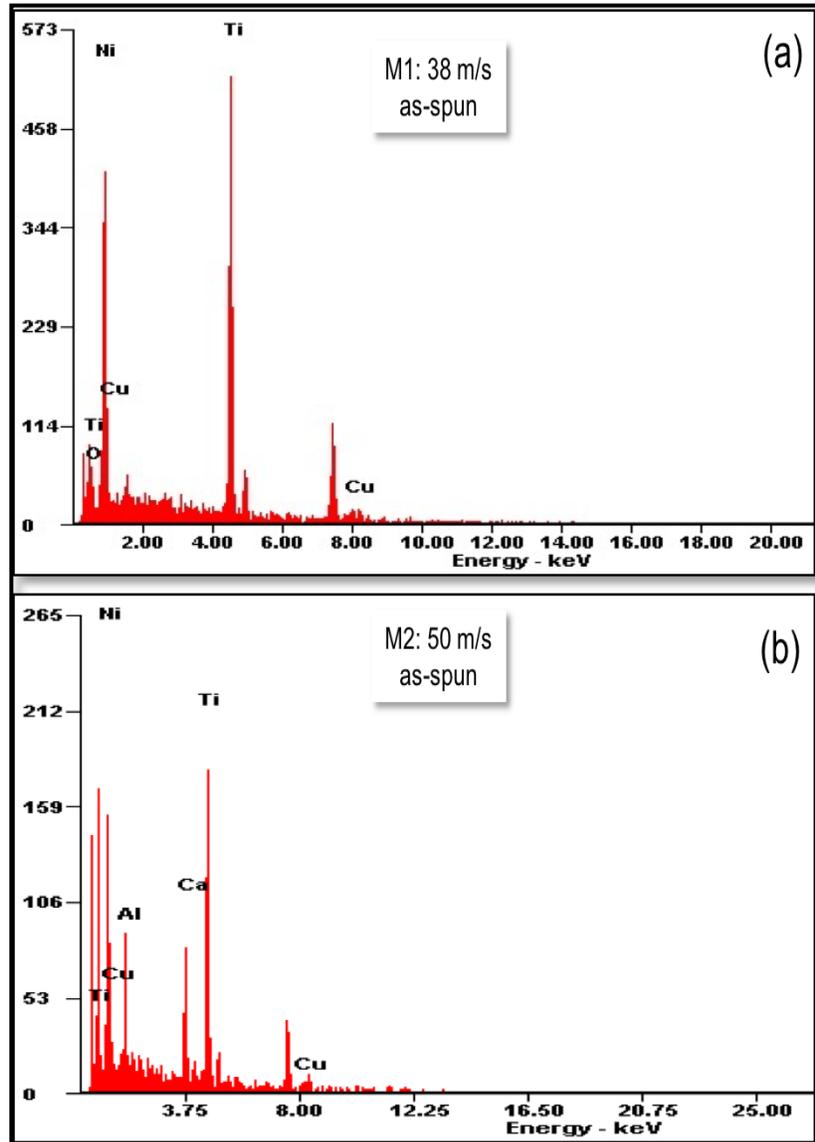
En la Figura 4.4 se pueden observar los precipitados entre las dendritas. Para la M1 as-spun en el inciso (a), se observan tamaños de precipitados de entre 70 y 120 nm. Para la M2 as-spun, se presenta un crecimiento considerable de

precipitados que van de 300 a 410 nm. Como puede observarse en la figura, existe una gran cantidad de precipitados pequeños.



**Figura 4.4.** Observación de la condición de precipitados mediante SEM en (a) M1: 38 m/s y (b) M2: 50 m/s.

En la figura 4.5 se muestran los diagramas correspondientes a la identificación elemental de los precipitados presentes en las muestras M1 y M2, respectivamente, en donde se puede observar que la composición química cambia respecto con el tamaño de los precipitados. Los valores resultantes del análisis cuantitativo de los precipitados de las muestras M1 y M2 se presentan en las tablas 4.2 y 4.3, respectivamente.



**Figura 4.5.** Análisis de la composición química de los precipitados. (a) Precipitado en M1: 38 m/s as-spun. (b) Precipitado en M2: 50 m/s as-spun.

Los precipitados en M1 as-spun y M2 as-spun son más ricos en Ni que en titanio. Por otra parte, el contenido de Cu aumenta conforme el tamaño del precipitado decrece. De la misma manera se analizó la composición química de la matriz en las aleaciones M1 y M2 en función de la velocidad de la rueda (ver tablas 4.2 y 4.3), no se encontraron diferencias significativas.

En estudios previos González y Salinas [1, 5] reportaron la formación de la fase R en sus aleaciones. La fase R o premartensítica da lugar a una transformación que

tiene una temperatura más elevada que la martensita final y debe su presencia gracias a precipitados ricos en Ni en la matriz de la AMF favoreciendo el mecanismo de deformación. Para las aleaciones utilizadas en este estudio los precipitados que se han formado no son de un tamaño considerable ( $0.2 \mu\text{m}$  -  $1 \mu\text{m}$ ) para la formación de una fase R. Esto se puede validar en el termograma del ensayo DSC en la figura 4.6 donde el pico correspondiente a la transformación martensítica está bien definido y no se presentó el doble pico característicos de la fase R.

La adición de elementos ternarios, como el Cu, sustituyendo los átomos de Ni o de Ti afecta las propiedades térmicas y mecánicas. Esto se observa en la transformación martensítica de muestras con porcentajes mayores al 5 % at. de Cu, donde se ha observado un descenso considerable en las temperaturas de transformación. Esto puede deberse a la afinidad que tiene el cobre para conducir calor, por lo que mejora ampliamente la capacidad de respuesta en el mecanismo de memoria de forma a través de los ciclos termomecánicos. En aleaciones ternarias como TiNiCu con un 5% at. de Cu se forman partículas de  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  y en aleaciones ricas en Ni y con mayor cantidad de Ti disminuye la fase  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  [5].

**Tabla 4.2.** Composición de precipitados de M1: 38 m/s as-spun.

<b><i>Elemento</i></b>	<b><i>Ti (% at.)</i></b>	<b><i>Ni (% at.)</i></b>	<b><i>Cu (% at.)</i></b>
<b>Precipitados grandes (~1 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	37.87	52.61	4.47
<b>Precipitados medianos (~0.4 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	43.22	51.25	5.54
<b>Precipitados pequeños (~0.2 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	41.62	52.19	6.18

**Tabla 4.3.** Composición de precipitados de M2: 50 m/s as-spun.

<b>Elemento</b>	<b>Ti (% at.)</b>	<b>Ni (% at.)</b>	<b>Cu (% at.)</b>
<b>Precipitados grandes (~2 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	38.97	41.96	2.53
<b>Precipitados medianos (~1 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	30.20	40.31	3.72
<b>Precipitados pequeños (~0.5 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	42.23	44.72	5.51

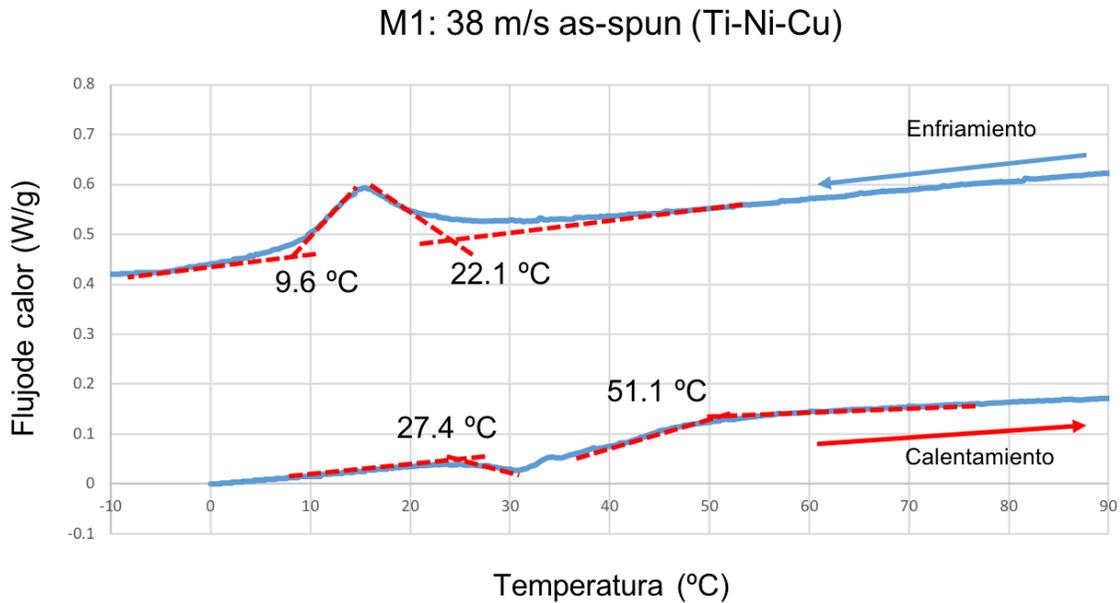
#### **4.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

Mediante el análisis térmico diferencial (DSC) se logró caracterizar las propiedades térmicas de las cintas de aleación TiNiCu. Con la obtención de curvas de flujo calorífico *versus* temperatura es posible calcular las entalpías de transiciones y así obtener las temperaturas de transformación martensítica. Los datos obtenidos en este ensayo de calorimetría se correlacionan con los datos de los ensayos termomecánicos de la máquina implementada. Para la implementación de esta técnica de caracterización se utilizó el equipo DSC marca Texas Instruments modelo Q2000 ubicado en el CIIDIT.

Para llevar a cabo los ensayos de calorimetría se midieron y cortaron secciones de cinta de las muestras M1 y M2 de 3 mm x 3 mm, sin tratamiento térmico inicial, de manera que la masa total de cada muestra fuese de 5 mg aproximadamente. Las secciones de cinta se encapsularon en aluminio con el fin de evitar que las muestras al calentarse pudieran moverse y caer dentro de la celda del DSC. Para cada muestra se realizaron dos ciclos en el DSC en flujo de nitrógeno, asegurando así la reproducibilidad del experimento. El DSC fue configurado para establecer los ciclos en una rampa de temperatura lineal de -10 °C a 120 °C a 5 °C/min para las muestras M1.

En la figura 4.6 se observa el registro del ensayo de calorimetría correspondiente a la cinta M1. En la gráfica se observa la transformación de manera simple y sin

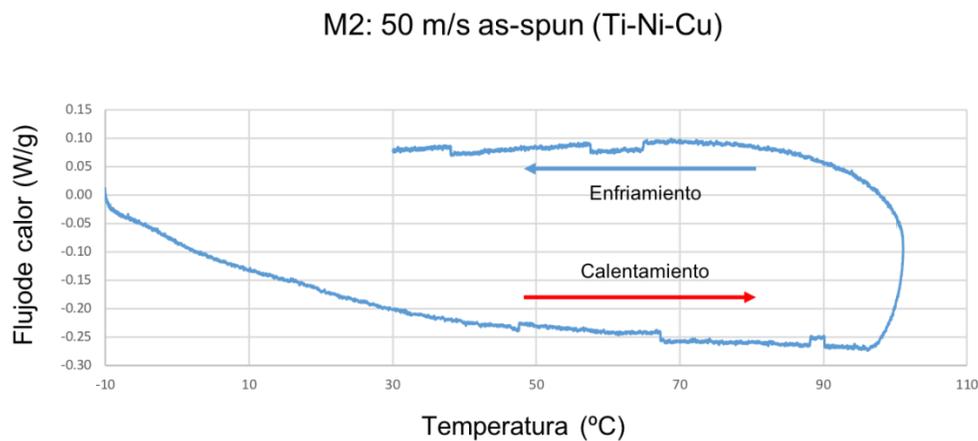
presencia de la fase R como en estudios previos [38]. Es decir, solo con la presencia de dos fases, la austenita y la martensita, presentando la transformación martensítica reversible (TMR), lo que sugiere entonces que estarán presentes en la cinta las propiedades de efecto de memoria de forma [32].



**Figura 4.6.** Curva DSC de la cinta con memoria de forma M1 38 m/s as-spun.

En el termograma correspondiente a la M1 se puede observar en la pendiente de calentamiento un pico de transformación de B2 a B19' menos pronunciado que el pico de enfriamiento. Esto puede deberse a dos factores: los defectos propiciados por el proceso de conformado de *melt spinning* y la inducción de martensita por deformación. Lo anterior se puede atribuir a que las muestras utilizadas para el DSC fueron extraídas de cintas con ciclos de fatiga de la máquina termomecánica; esto, con la finalidad de visualizar las diferencias de una muestra antes y después de los ensayos termomecánicos. En la tabla 4.4 se observan las temperaturas del inicio y fin de las transformaciones de fases obtenidas por esta técnica.

Por último, los resultados de DSC de la muestra M2 as-spun son presentados en el termograma correspondiente a la figura 4.7. En este caso no fue posible identificar los picos característicos de transformación en la AMF. Las posibles causas pudieron ser: la masa de la muestra era insuficiente para inducir el efecto y detectar la transformación, la muestra pudo haber superado su límite elástico durante los ensayos y con ello la pérdida del efecto de memoria de forma. Cabe mencionar que las cintas conformadas a 50 m/s en *melt spinning* son más frágiles dado su menor espesor y contienen defectos como muescas y pequeños orificios que pueden ser vistos a simple vista. Debido a estos defectos macroscópicos se cree que tanto el efecto de memoria de forma como la integridad de la cinta durante los ensayos se vieron afectados.



**Figura 4.7.** Curva DSC de la cinta con memoria de forma M2 50 m/s as-spun.

**Tabla 4.4.** Temperaturas de transformación de la AMF M1 en el ensayo DSC.

Muestra	Calentamiento			Enfriamiento		
	Pico °C	A <sub>s</sub> °C	A <sub>f</sub> °C	Pico °C	M <sub>s</sub> °C	M <sub>f</sub> °C
M1: 38 m/s as-spun	36.2	27.4	51.1	15	22.1	9.6

En estudios anteriores, Osvaldo Gonzáles [1] ha indicado que con el aumento de velocidad de giro de la rueda en el proceso de conformado de *melt spinning* se obtiene un incremento en las temperaturas de transición. Esto se debe al proceso en cuestión, ya que durante el conformado se propician defectos por límites de grano, precipitados y dislocaciones en el material, las cuales retardan el mecanismo de autoacomodamiento, incrementando los valores de temperatura para llevar a cabo la transformación. También se ha reportado que, en aleaciones ricas en Ti, al aumentar la velocidad de la rueda, los valores de las transformaciones aumentan, debido a que el Ti favorece el crecimiento de grano [6].

### **4.3 Caracterización electromecánica**

En esta sección abordaremos la caracterización electromecánica aplicada a la aleación con memoria de forma de TiNiCu con la máquina de fatiga electromecánica desarrollada anteriormente para el estudio de las AMF [6, 30], pero modificada para no solo obtener información de la transformación por efecto Joule, sino también poder inducirla con un cambio en la temperatura.

En capítulos anteriores se ha abordado el tema de memoria de forma respecto al mecanismo de transformación martensítica y la capacidad que tiene este efecto al ser activado a través de un incremento en la temperatura o por medio del efecto Joule. Analizando los datos obtenidos de este ensayo electromecánico se puede determinar los porcentajes de deformación, así como la energía eléctrica necesaria para activar el efecto en esta aleación. Este análisis cuantitativo permitirá conocer los puntos de transformación y recuperación mecánica para un posible uso de esta AMF en diferentes aplicaciones y desarrollo de actuadores. Pero más allá de esto, el uso de esta máquina de fatiga electromecánica permitirá caracterizar diversas aleaciones con memoria de forma con diferentes geometrías como microbarras, microalambres o microcintas. Cabe mencionar que, para el rediseño y construcción de la máquina bajo cambios de temperatura, se hicieron modificaciones que permiten controlar la temperatura con un baño recirculador y

además variar el esfuerzo mecánico desde una PC y software. Las pruebas de variación de esfuerzos, es decir, superelásticas no son presentadas en este trabajo, pero el equipo cuenta con esa versatilidad.

Con ese equipo modificado, las cintas delgadas se sometieron al ensayo electromecánico, el cual consiste en mantener a la muestra con una carga constante a modo de tensión mientras se le imprime una corriente en ciclos para activar el efecto de memoria forma, con este ensayo se puede verificar el efecto superelástico y aplicar el efecto de memoria de forma de doble sentido asistido (EMFDSA).

En la figura 4.8 se observa una curva característica generada a partir del comportamiento de la cinta de AMF con la máquina de pruebas electromecánicas con el calentamiento por efecto Joule. En ésta, se puede observar el doble efecto de memoria de forma (EDMF), la estabilización de la curva se ve alcanzada tras varios ciclos. La máquina de ensayos electromecánicos tiene como finalidad medir la capacidad del efecto de memoria de forma de las cintas delgadas en estudio. La prueba consiste en inducir una transformación de fases martensita-austenita a través de la impresión de una corriente eléctrica mientras que al material en cuestión le es aplicada una carga constante a modo de tensión.

En la figura 4.8 se presenta una curva típica a 300 MPa. Esta fue obtenida en un ensayo electromecánico de las cintas de AMF por efecto Joule a la muestra M1 as-spun. Los valores de densidad de corriente y deformación a 0 MPa o sin carga, son los equivalentes a los puntos de transformación encontrados por DSC; de esta manera, es posible hacer una correlación directa entre temperatura y densidad de corriente.

Para obtener los valores de corriente eléctrica necesaria para llevar a cabo la transformación, se procedió a deformar la cinta de AMF seguido de una impresión de corriente eléctrica. Aumentando gradualmente este valor, los cambios de dimensiones (contracción o recuperación parcial de forma) se presentaban hasta

estabilizarse. Al no detectar movimiento por el sensor LVDT se infiere que la transformación ha concluido. Este valor de corriente será el necesario para transformar en los ciclos electromecánicos.

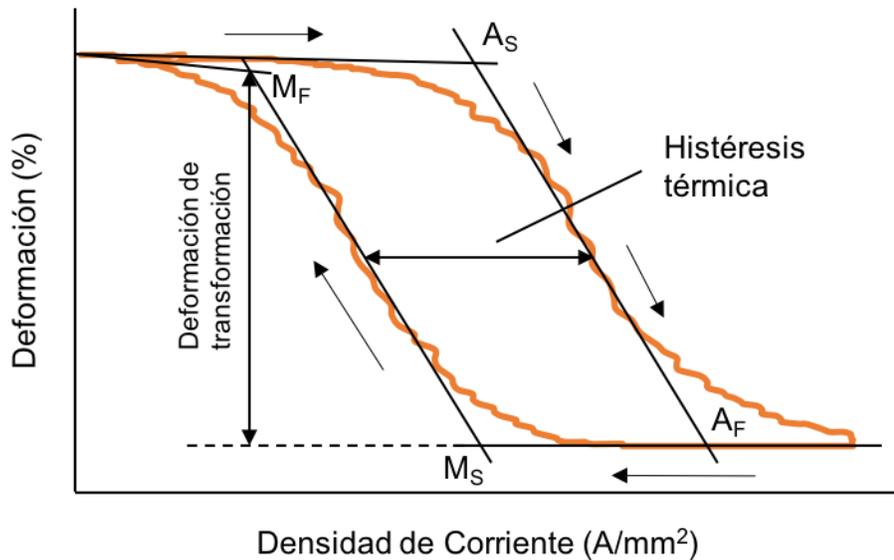
Además, se puede analizar las variaciones en composición elemental, así como aspectos de transformación y microestructura debido a la variación de velocidad de la rueda donde se conforman las cintas de AMF.

En la tabla 4.5 se presentan algunos de los valores más importantes en el mecanismo del efecto de memoria de forma. En la curva se puede observar la histéresis y el porcentaje de deformación en función de la densidad de corriente eléctrica. En este caso no se reportan temperaturas de transformación, sino densidades de corriente de transformación.

**Tabla 4.5.** Valores y su descripción del mecanismo de memoria de forma.

<b>Símbolo</b>	<b>Valor</b>
$\epsilon_m$	Porcentaje de deformación de la martensita.
$\epsilon_r$	Porcentaje de recuperación de la forma.
$\epsilon_p$	Porcentaje de deformación plástica después de cada ciclo.
DCMs	Inicio de la transformación martensítica en función de la densidad de corriente.
DCMf	Final de la transformación de fase martensítica en función de la densidad de corriente.
DCAs	Inicio de la transformación de fase austenítica en función de la densidad de corriente.
DCAf	Final de la transformación austenítica en función de la densidad de corriente.

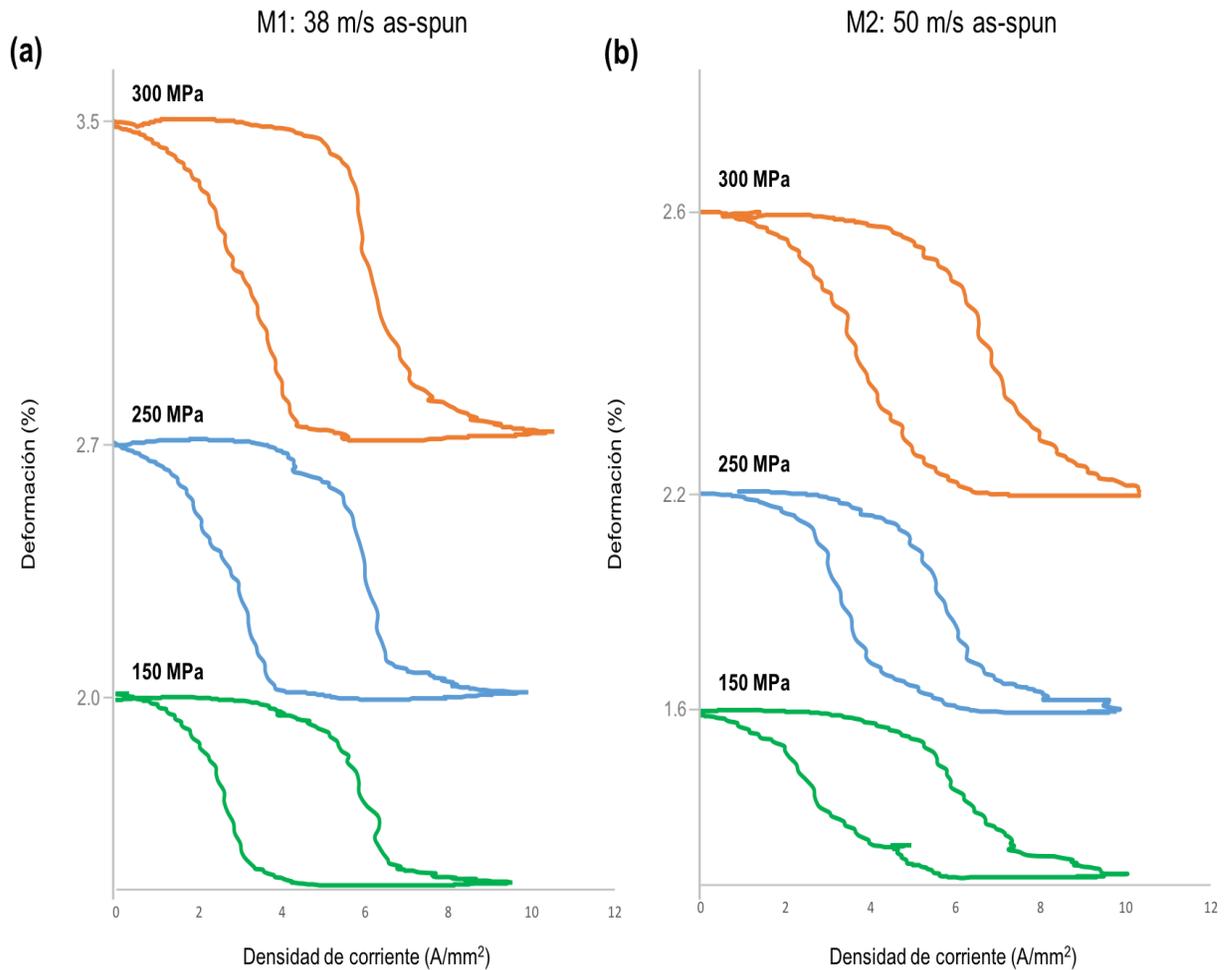
Del ensayo de caracterización electromecánica se pueden obtener los valores de densidad de corriente eléctrica para llevar a cabo la transformación de fases en la AMF, así como también otros datos como el porcentaje de deformación y recuperación de la cinta tras haber completado los ciclos termomecánicos.



**Figura 4.8.** Curva del registro de la deformación en función de la densidad de corriente eléctrica durante el ensayo en la máquina electromecánica a 300 MPa.

En la figura 4.9, en las muestras M1 y M2, los valores de deformación o recuperación parcial aumentan a medida que incrementa el esfuerzo. Esto se debe a que el incremento de carga induce la formación de martensita por deformación y favorece a las variantes a orientarse en dirección a la tensión aplicada, lo que aumenta el porcentaje de recuperación [1]. Por otra parte, al comparar las muestras entre M1 y M2, se observa que hay una disminución del porcentaje de deformación o recuperación parcial al mismo nivel de esfuerzo, esto se puede deber en gran medida al incremento en la velocidad de la rueda en donde fueron conformadas, ya que, a mayor velocidad de la rueda, la introducción de defectos es superior y menor tamaño de grano, lo que disminuye el porcentaje

de recuperación [5, 6].



**Figura 4.9.** Curvas de deformación en función de la densidad de corriente eléctrica para diferentes valores de carga constante. (a) M1 y (b) M2.

La transformación martensítica se da por cizallamiento, es decir, sin difusión. Se forma por un desplazamiento de la frontera que divide a la fase austenita de la fase martensita. Este esfuerzo modifica el equilibrio termodinámico. La variación en la temperatura de transformación incrementa linealmente con el esfuerzo inducido requerido para producir martensita inducida por tensión. El esfuerzo

generado actúa como una variante termodinámica y conduce a una ley como la de Clausius-Clayperon entre el esfuerzo aplicado ( $\sigma$ ) y la temperatura de equilibrio ( $T_0$ ).

En la tabla 4.6 se reportan las temperaturas de transformación durante el ciclo termomecánico para las muestras M1 y M2. Estos datos pueden ser utilizados para estimar el grado de recuperación de la cinta en función del esfuerzo aplicado y la densidad de corriente necesaria para que se lleve a cabo la transformación.

**Tabla 4.6.** Valores de densidad de corriente de las muestras M1 y M2 respecto a las cargas constantes aplicadas en las AMF.

Carga (MPa)	M1: 38 m/s as-spun				M2: 50 m/s as-spun			
	Densidad de corriente (A/mm <sup>2</sup> )							
	DC <sub>As</sub>	DC <sub>Af</sub>	DC <sub>Ms</sub>	DC <sub>Mf</sub>	DC <sub>As</sub>	DC <sub>Af</sub>	DC <sub>Ms</sub>	DC <sub>Mf</sub>
150	3.2	7.5	4.1	0.4	4.3	8.9	5.8	0.32
250	3.9	8.1	5.2	0.2	4.4	9.2	6.6	0.65
300	4.0	9.6	5.8	0.4	5.1	9.4	7.4	0.9

En la tabla 4.7 se presentan los valores comparativos de las densidades de corriente de transformación a 0 MPa y las temperaturas de transformación obtenidos por el DSC para la cinta M1. Como ya se mencionó, para la cinta M2, no fue posible obtener la temperatura de transformación, debido a que el pico de transformación no pudo ser revelado claramente.

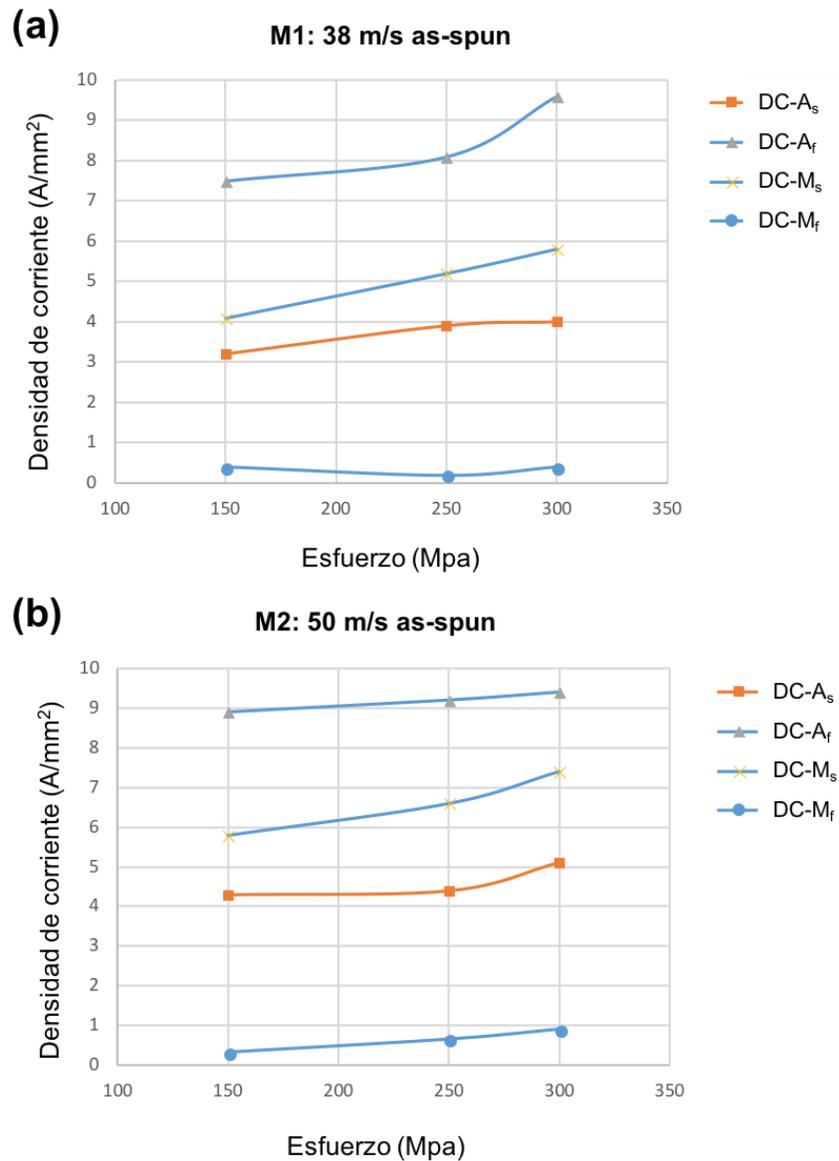
**Tabla 4.7.** Valores de densidad de corriente eléctrica y temperaturas de transformaciones en la muestra M1.

Transformación	M1: 38 m/s, as-spun	
	Densidad de corriente (A/mm <sup>2</sup> )	Temperatura DSC (°C)
M <sub>s</sub>	4.1	22.1
M <sub>f</sub>	0.4	9.6
A <sub>s</sub>	3.2	27.4
A <sub>f</sub>	7.5	51.1

En la figura 4.10 se puede observar que con el incremento de la carga aplicada a modo de tensión sobre las cintas de AMF, la corriente eléctrica necesaria para que ocurran las transformaciones será mayor. Esto se puede traducir de tal manera que el incremento del esfuerzo generado por las tensiones causa un aumento proporcional en los valores de las temperaturas de transformación. Estos resultados confirman el comportamiento esperado en base a la teoría revisada anteriormente [37]. En la figura 4.10 se puede observar una gráfica de densidad de corriente *versus* la carga constante aplicada a las cintas de AMF.

Las temperaturas de transformación se reportan a partir de los 150 MPa hasta los 300 MPa para las cintas M1 y M2. Se toman en cuenta los resultados con los ensayos de densidad de corriente y baño térmico (figuras 4.10 y 4.13). Estas ayudan a determinar el comportamiento descrito por la ley de Clausius Clapeyron

ya que, al aumentar los esfuerzos inducidos, las temperaturas de transformación tenderán a aumentar.



**Figura 4.10.** Densidad de corriente bajo diferentes esfuerzos constantes para las cintas TiNiCu: (a) M1, (b) M2.

#### **4.4 Caracterización termomecánica**

En esta sección revisaremos la caracterización termomecánica aplicada a una aleación con memoria de forma de TiNiCu con ayuda de una máquina y un programa de control para la adquisición de datos desarrollado por alumnos de la línea de investigación de AMF. Con esta técnica se obtendrán datos que permitan graficar el comportamiento termomecánico de las cintas con memoria de forma respecto a los estímulos generados durante el ensayo.

En capítulos anteriores se ha abordado el tema de memoria de forma respecto al mecanismo de transformación martensítica y la capacidad que tiene este efecto al ser activado a través de un incremento en la temperatura [3]. La transferencia de calor por convección a través de un baño térmico puede ser posible ya que se puede inducir calor a través del baño de etilenglicol a la cinta delgada. El calor que recibe el fluido es generado y regulado por la resistencia y el sistema de circulación del baño recirculador y genera el calor suficiente para llevar a la transformación de fases a la cinta delgada. Analizando los datos obtenidos de este ensayo termomecánico, se puede determinar los porcentajes de deformación de las cintas, así como la energía necesaria para activar el efecto en esta aleación. Este análisis cuantitativo permitirá esclarecer el uso de esta AMF en diferentes aplicaciones y desarrollo de actuadores.

Las cintas delgadas se someterán al ensayo termomecánico el cual consiste en mantener a la muestra con una carga constante a modo de tensión mientras ésta es calentada/enfriada en ciclos por el baño recirculador para activar el efecto de memoria forma.

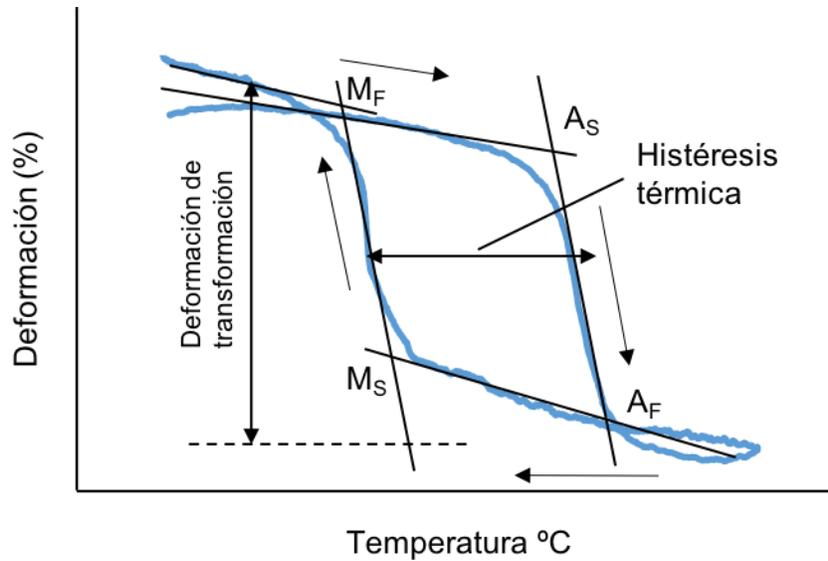
Para este estudio se utilizó una máquina desarrollada en los laboratorios del CIIDIT por alumnos de postgrado, descrito de manera breve en el apartado 3.5 en la presente tesis. Se trabajó en el diseño y construcción de la máquina para análisis termomecánico que trabaja bajo el mismo principio en el análisis del

efecto de memoria de forma que la máquina de ensayos electromecánicos, con la diferencia de que esta máquina permite activar el efecto de memoria a través de parámetros de tensión (cargas constantes) y temperatura (baño de etilenglicol). Esto pueden ser configurado desde un programa de control, también implementado.

En la figura 4.11, se observa una curva característica de una cinta delgada con 250 MPa de carga constante. Ésta fue generada por el sistema de adquisición de la máquina de ensayos termomecánicos. Se puede observar el efecto doble de memoria de forma (EDMF). La estabilización de la curva se ve alcanzada tras varios ciclos.

Para obtener los valores de temperatura necesarios para llevar a cabo la transformación se procedió a deformar la cinta de AMF, seguido de la configuración de la ruta de calentamiento/enfriamiento con el baño recirculador, para ubicar la temperatura de  $A_F$  en la aleación. La temperatura se controla aumentando gradualmente, lo que produce una contracción o recuperación parcial de forma. Ésta se presenta hasta estabilizarse. Al no detectar movimiento por el sensor LVDT, se infiere que la transformación ha concluido: éste será el valor de temperatura necesario de alcanzar para completar la transformación.

En el ensayo de caracterización termomecánica se obtuvieron los valores de temperatura para llevar a cabo la transformación de fases en la AMF, también se obtuvieron otros datos como porcentaje de deformación y recuperación de la cinta tras haber completado los ciclos termomecánicos.



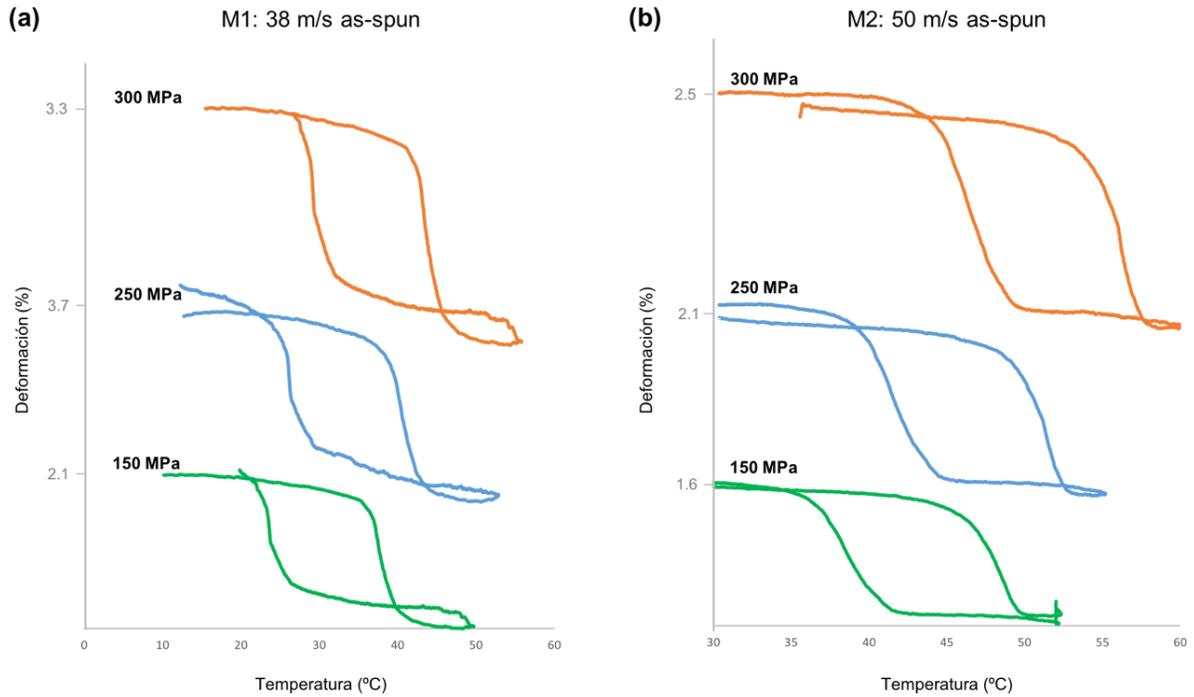
**Figura 4.11.** Curva del registro de la deformación en función de la temperatura durante el ensayo en la máquina termomecánica a 250 MPa.

En la figura 4.12 se observan dos gráficas de temperatura contra porcentaje de deformación. La figura 4.12(a) corresponde a la M1 38 m/s as-spun y la figura 4.12(b) a la M2 50 m/s as-pun. Cada pendiente presenta los valores de transformación del efecto de memoria de forma. Se puede observar que hay una tendencia al aumento de los valores de temperatura de transformación respecto al incremento del esfuerzo en las cintas. Mientras que en el inciso (b) hay un incremento significativo de los valores de temperaturas de transformación, esto se puede deber a que se necesitan valores de temperatura más altos para transformar debido a la concentración de defectos por el incremento de la velocidad de rueda donde fue conformada la cinta.

En la figura 4.12 se observa que a medida que aumenta la tensión en las muestras M1 y M2, la temperatura necesaria para que ocurran las transformaciones será mayor, estos resultados confirman el comportamiento esperado en base a la teoría revisada anteriormente.

Las curvas características de las cintas M1 y M2 se muestran en la figura 4.12. Se observa que las temperaturas de transformación aumentan a medida que se incrementa el esfuerzo por tensión. Esto se puede atribuir a que el incremento de carga induce la introducción de maclas (MIT), es decir, a la agrupación en forma simétrica de los cristales; por ello, un número mayor de variantes inducidas de martensita se encuentran estables a temperaturas más altas. Cabe mencionar que la gráfica del comportamiento es parecida a la datada con la máquina de ensayos electromecánicos. En el inciso (b) se observa que hay una disminución del porcentaje de deformación o recuperación parcial, respecto a las curvas del inciso a). Esto puede deberse en gran medida al incremento en la velocidad de la rueda en donde fueron conformadas, ya que, a mayor velocidad de la rueda, la introducción de defectos es superior [6].

Partiendo de los resultados obtenidos, se puede asumir que las cintas delgadas de AMF presentan mayor sensibilidad a la conducción de corriente eléctrica en la máquina de ensayos electromecánicos que a la transferencia de calor a través de convección que ofrece la máquina de ensayos termomecánicos. Esto debido al tiempo de respuesta de los mecanismos de transferencia de calor y el favorecimiento de la conducción eléctrica por la adición de cobre.



**Figura 4.12.** de deformación en función de la temperatura en diferentes valores de carga constante para (a) la M1 y (b) M2.

Los valores de temperatura de transformación reportados se pueden observar en la tabla 4.8 y la figura 4.13. Estos datos son importantes para comparar los valores obtenidos del ensayo del DSC y ubicar los valores de temperatura de transformación en el mecanismo de memoria de forma.

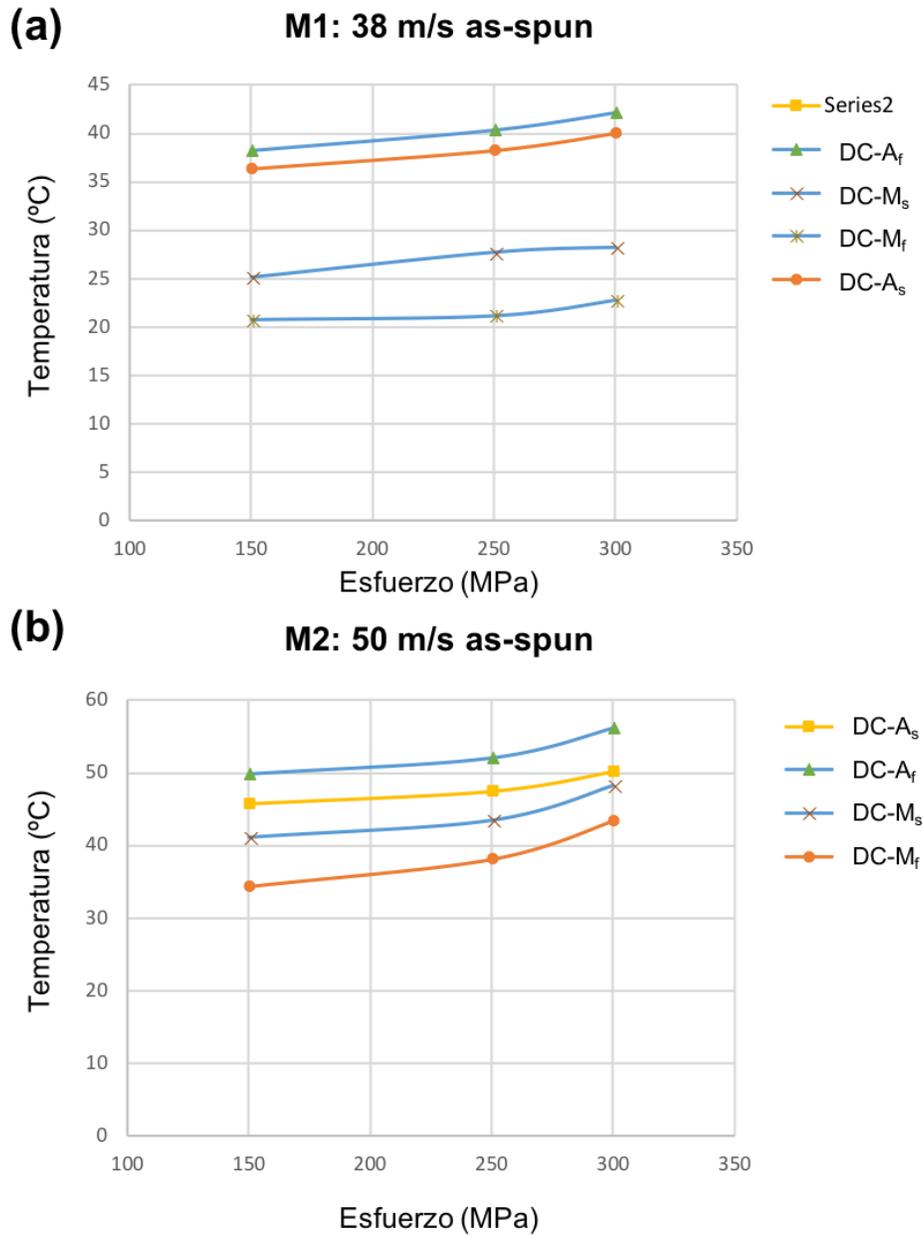
**Tabla 4.8.** Valores de temperaturas de transformación de las muestras M1 y M2 respecto a las cargas constantes aplicadas en las AMF.

Carga (MPa)	M1: 38 m/s as-spun				M2: 50 m/s as-spun			
	Temperatura (°C)							
	A <sub>s</sub>	A <sub>f</sub>	M <sub>s</sub>	M <sub>f</sub>	A <sub>s</sub>	A <sub>f</sub>	M <sub>s</sub>	M <sub>f</sub>
150	36.3	38.2	25.2	20.8	45.8	49.9	41.2	34.4
250	38.2	40.3	27.7	21.2	47.5	52.1	43.5	38.1
300	40	42.1	28.2	22.8	50.2	56.2	48.2	43.3

**Tabla 4.9.** Valores de densidad de temperatura por ensayo termomecánico y temperaturas de transformaciones registradas en DSC en la muestra M1.

Transformación	M1: 38 m/s, as-spun	
	Temperatura Ensayo Termomecánico (°C)	Temperatura DSC (°C)
M <sub>s</sub>	22.1	17.8
M <sub>f</sub>	9.6	4.2
A <sub>s</sub>	27.4	24.7
A <sub>f</sub>	44.8	51.1

En la figura 4.13 se puede observar una gráfica de temperatura en función de la carga constante aplicada a las cintas de AMF.



**Figura 4.13.** Temperaturas de transformación bajo diferentes esfuerzos constantes para las cintas TiNiCu: (a) M1, (b) M2.

## 4.5 Síntesis de resultados

Antes de mostrar las conclusiones, se presenta un pequeño resumen de cuál ha sido el trabajo realizado. Como se ha comentado, el objetivo de este estudio radica en una mejor comprensión acerca de los mecanismos de transformación en el efecto de memoria de forma a través de diferentes técnicas de caracterización. Se puede declarar que dicho objetivo se ha cumplido. Los resultados obtenidos tras las técnicas de caracterización, los ensayos termomecánicos y electromecánicos revelan que el material desarrollado responde al comportamiento característico de una aleación con memoria de forma, cuya activación puede ser llevada a cabo a través de un cambio de temperatura, la impresión de una corriente eléctrica o bien por inducir la fase martensítica por tensión.

Podemos resumir el trabajo realizado del siguiente modo:

1. Se ha creado un medio teórico ideal.
2. Se ha desarrollado una máquina de ensayo termomecánico capaz de determinar el comportamiento de memoria de forma a través de la obtención de curvas de histéresis.
3. Se han analizado las muestras mediante ensayos electromecánicos, obteniendo los valores de transformación por densidad de corriente.
4. Se ha llevado a cabo el análisis termodinámico (DSC) de la muestra, obteniendo así las temperaturas de transformación de fases.
5. Se ha utilizado el método de análisis EDX para determinar la composición elemental de la aleación.
6. Se ha analizado la microestructura de la muestra a través de microscopía electrónica, con ello se complementa la interpretación de las características morfológicas y su relación con el comportamiento de memoria de forma.

## 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1 Conclusiones

La interpretación de los resultados obtenidos en este proyecto permite establecer las siguientes conclusiones:

- Mediante los valores de densidad de corriente y temperatura en la caracterización electromecánica y termomecánica, fue posible apreciar que con el aumento de la tensión en las cintas existe una tendencia de incremento de energía para activar el efecto de memoria de forma. Esto se puede atribuir a que el incremento de carga induce la formación de martensita por deformación. Por ello, un número mayor de variantes inducidas de martensita se originan aumentando el porcentaje de recuperación.
- En los ensayos electromecánicos y termomecánicos se aprecia una reducción en el porcentaje de recuperación en la muestra M2 fabricada con mayor velocidad de rueda. Esto se puede atribuir a la concentración de defectos por el incremento de la velocidad de rueda donde fue conformada la cinta.
- La máquina de ensayos termomecánicos desarrollada e implementada en nuestro laboratorio demostró tener la capacidad de ser una herramienta útil para la caracterización de memoria de forma.
- La versatilidad de la máquina permite hacer pruebas en cualquier tipo de probetas, ya que en el diseño se pensó en diversas aplicaciones y diferentes tamaños.
- Los ensayos termomecánicos y electromecánicos revelan que el material desarrollado responde al comportamiento característico de una AMF, cuya activación puede ser llevada a cabo a través de un cambio de temperatura o la impresión de una corriente eléctrica, alcanzando finalmente con el objetivo primordial de este proyecto.

## 5.2 Recomendaciones

A continuación, se mencionan algunas perspectivas para complementar futuros proyectos de investigación que le den un valor agregado a lo expuesto en este trabajo:

- El desarrollo de un material compuesto que integre la cinta de TiNiCu con alguna película polimérica, confiriéndole así propiedades excepcionales para el desarrollo de actuadores térmicos y eléctricos.
- Desarrollar un dispositivo actuador que aproveche el efecto de memoria de forma de las cintas de TiNiCu.
- Respecto a la máquina, su diseño le confiere la adaptación de sistemas de sujeción de precisión que presenten una mayor versatilidad y confiabilidad en la adquisición de datos.
- Es de gran importancia el desarrollo de proyectos de investigación que afiancen la vinculación con estudiantes de ingeniería mecánica para mejorar la construcción de estas herramientas de caracterización.
- En la graficación de datos para una misma muestra sometida a ensayos electromecánicos y termomecánicos, las diferencias en los valores de los datos obtenidos son mínimas. Estas pueden deberse al tipo de estímulo utilizado para realizar el ensayo. Sería conveniente un estudio que aportara una mejora para afinar la adquisición de datos.

## 6. REFERENCIAS

1. Osvaldo E. Gonzáles, "Desarrollo y caracterización de un material compuesto basado en una aleación con memoria de forma y un polímero híbrido, para ser activado por temperatura, esfuerzo, corriente eléctrica y/o campo magnético", Universidad Autónoma de Nuevo León, (2011), Tesis doctoral.
2. Greninger A. B., Mooradian V. G. "Strain transformation in metastable beta copper-zinc and beta copper-tin alloys", Trans.AIME 128, (1938).
3. Enrique López Cuellar "Una introducción a las aleaciones con memoria de forma", Parte 1, Ingenierías, Julio septiembre 2002, Vol V, No15.
4. William J. Buehler, Frederick E. Wang "A summary of recent research on the nitinol alloys and their potential application in ocean engineering", Ocean Engineering, (1968).
5. José Arturo Salinas, "Caracterización de Aleaciones NiTi Y NiTiCu elaboradas por Fusión inducida al vacío y por Inducción de plasma", Universidad Autónoma de Nuevo León, (2011), Tesis doctoral.
6. E. Nuñez-Mendoza, E. López Cuellar, walmanbenicio de Castro, B. LópezWalle "Effect of the linear velocity during the melt spinning process on shape memory transformation of Ni-Ti ribbons", Materials Research Society Symposium, (2012), Vol. 1373.
7. Franco Bubani, "Desarrollo de Materiales con Memoria de Forma de alta Histéresis para Disipación de Energía en Estructuras Sismorresistentes", Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo, (2014), tesis doctoral.
8. Torres-López, Edwar A.; Arbeláez-Toro, Juan J.; Hincapié-Zuluaga, Diego A. "Aspectos Generales acerca de la Transformación Martensítica", Tecno Lógicas, núm. 31, Instituto Tecnológico Metropolitano, (2013), Medellín, Colombia
9. Hugo Soul, "Aleaciones con Memoria de Forma, Propiedades Mecánicas y Microestructura. Desarrollo de sistemas de amortiguamiento basados en el efecto Superelástico", Instituto Balseiro Universidad Nacional de Cuyo, (2014), tesis doctoral.
10. Luis A. Pavón, "Síntesis y caracterización de nanopartículas y películas delgadas por métodos físicos a partir de aleaciones con efecto de memoria de forma", Universidad Autónoma de Nuevo León, (2011), Tesis doctoral.

11. Gabriela S. García, "Caracterización térmica y microestructural de las aleaciones Ni<sub>2</sub>-xMnSnFex y Ni<sub>2</sub>-xMnSnCox", Instituto Potosino de investigación Científica y Tecnológica, (2013), Tesis de maestría.
12. Sergio García, "Influencia de los tratamientos de envejecimiento isoterma en las propiedades de la transformación martensítica en aleaciones metamagnéticas Ni-Mn-In-Co" Universidad Pública de Navarra, (2014), Tesis de grado.
13. Cristina Urbina Pons, "Improvement of the one-way and two-way shape memory effects in Ti-Ni shape memory alloys by thermomechanical treatments", Universitat Rovira I Virgili, Department of Mechanical Engineering, (2011), Tesis de maestría.
14. Esaú Núñez "Elaboración y caracterización de cintas base Ni-Ti con memoria de forma producidas por solidificación rápida (melt spinning) para su aplicación como micro actuadores", Universidad Autónoma de Nuevo León, (2013), Tesis doctoral.
15. Silvia de la Flor López "Simulación numérica y correlación experimental de las propiedades mecánicas de las aleaciones con memoria de forma", Universidad Politécnica de Cataluña, (2005), Tesis doctoral.
16. Carlos A. Espinoza Torres, "Transformación martensítica y efecto memoria en materiales micro y nanoestructurados", Instituto Balseiro, Comisión Nacional de Energía Atómica, Universidad Nacional de Cuyo, (2007) Tesis de maestría.
17. Rubén Santamarta Martínez "Caracterización de aleaciones base Ni-Ti producidas por solidificación rápida (melt spinning)", Universitat de les Illes Balears, (2001), Tesis doctoral.
18. Eleonora Zanaboni "One Way and Two Way–Shape Memory Effect: Thermo–Mechanical Characterization of Ni–Ti wires", Università Degli Studi di Pavia, Italia, (2008), Tesis de grado.
19. Rodrigo I. Mayer, "Diseño de un dispositivo amortiguador basado en el efecto superelástico en aleaciones de NiTi", Instituto Balseiro, Comisión Nacional de Energía Atómica, Universidad Nacional de Cuyo, (2013) Tesis de grado.
20. Callister W. D., "Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales, Ed. Reverte, (1997).
21. BB Kahny H, Huffz MA, Heuer AH. "The TiNi shape-memory alloy and its applications for MEMS". MicromechMicroeng (1998).
22. Moberly W.J. NiTiCu Shape memory alloys en engineering aspects of shape memory alloys, Ed- T.W. Duering and C.M. Waymann, Butterworth-Heinemann, (1990).

23. Melton KN. General applications of shape memory alloys and smartmaterials. In: Otsuka K, Wayman CM, editors. Shape memory materials. Cambridge University Press; 1999.
24. Buehler, W. J, Wang, F.E. A summary of recent research of the Nitinol alloys and their potential application in ocean engineering. Ocean engineering, (1967).
25. Jeff Perkins, "Shape Memory Effects in alloys", (1975), Naval Postgraduate School, Monterrey California.
26. Morgan NB. Medical shape memory alloy applications – the market and its products. Mater SciEng, 2004.
27. Kauffman G, Mayo I. The story of Nitinol: the serendipitous discovery of thememory metal and its applications. ChemEducator, 1997.
28. Jorge C. León, "Diseño de un dispositivo de seguridad en una válvula de control actuado mediante una aleación de memoria de forma", Instituto Politécnico Nacional, (2001), Tesis de maestría.
29. Saul H. Moreiro, "Control de posición de un material con memoria de forma (SMA)", Universidad Carlos III de Madrid, (2011), Tesis de grado.
30. Chang, L.C Read T.A. Plastic deformation and diffusionless phase changes in metal: Gold Cadmium beta. Trans. AIME, (1951).
31. Miguel A. Callejas, "Análisis y estudio metodológico de las aplicaciones de los materiales con memoria de forma y superelasticidad en arquitectura y urbanismo", Universidad de Sevilla, (2015), Tesis doctoral.
32. T. Goryczka, "Effect of wheel velocity on texture formation and shape memory in Cu-Al-Ni based melt-spun ribbons", Archives of metallurgy and materials, (2009), Vol. 54, pp. 755-763.
33. Crlstian H. Espitia, "Sistema de adquisición de datos en una máquina de fatiga para el estudio de materiales con memoria de forma", Universidad industrial de Santander, (2006), Tesis de grado.
34. Leandro E. Sandoval, "Diseño y construcción de una máquina de fatiga automatizada para el estudio de materiales con memoria de forma", Universidad Industrial de Santander, (2006), Tesis de grado.

35. Franciso Peña, "Caracterización de la cinética de crecimiento de grano, desgaste y corrosión en aleaciones inteligentes con memoria de forma base cobre para aplicaciones tecnológicas", Universidad de Ingeniería Industrial de Barcelona, (2000), Tesis de grado.
36. Arias L, Venegas L. "Materiales compuestos inteligentes". *Scientia et Technica*, No 25, agosto 2004. UTP. ISSN 0122-1701.
37. Kamiz Mehrabi, Mihael Bruncko, Albert C. Kneissi, Miograg Colic, Dragoslav Stamenkovi, Janko Fercec, Ivan Anzel, Rebeka Rudolf, "Characterization of Melt Spun Ni-Ti Shape Memory Ribbons Microstructure", *Metals and Materials International*, (2010).
38. Miyazaki S and Otsuka K. Deformation and transition behavior associated with the R phase in NiTi alloys. *Metallurgical Transactions*, (1986).
39. Eleonora Zanaboni "One Way and Two Way–Shape Memory Effect: Thermo–Mechanical Characterization of Ni–Ti wires", *Università Degli Studi di Pavia, Italia*, (2008), Tesis de grado.
40. Saburi T., Tatsumi T. and Nenno S. Effects of heat treatment on mechanical behavior of Ti-Ni alloys. *Journal de Physique C4*, 261-266, (1982)
41. S. Domingo, F. Sánchez, S. Púertolas, L. Garcia-Villa, and J.A. Púertolas. Aplicación de la superelasticidad del NiTi a los stents: Consideraciones termomecánicas. In VII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos, (2002).
42. Ken K. Ho, Gregory P. Carman. Sputtering deposition of NiTi thin film shape memory alloy using a heated target. *Mechanical and Aerospace Engineering. Thin solid films* 370, (2000).
43. Enrique López Cuellar Una introducción a las aleaciones con memoria de forma. Parte II. *Ingenierías Octubre-diciembre 2002*, Vol V, No 17.
44. Vladimir Cudris Guerrero, "Influencia de los parámetros termomecánicos en el efecto de doble memoria de forma del nitinol", *Universidad de Puerto Rico*, (2009), Tesis de maestría.
45. Darren hartl, "Aerospace applications of shape memory alloys, aerospace engineering department", *Texas A&M University*, (2013).
46. Miller, D. A., Lagoudas, D. C. Thermo-mechanical characterization of NiTiCu and NiTi SMA actuators: Influence of plastic strains. *Smart Mater. Struct.*, (2000).

47. Leclercq, S., LExcellent, C. A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloys. J. Mech. Phys. Solids, (1996).

48. G. Tchoupo y K.K Leang. Hysteresis compensation for high-precision of a shape memory alloy actuator using integrated iterative-feedforward and feedback inputs. In Proceedings of the 2007 American Control Conference, (2007).

49. Donghyun Hwang, Toshiro Higuchi, "A Rotary Actuator Using Shape Memory Alloy (SMA) Wires", Published 2014 in IEEE/ASME Transactions on Mechatronics.

50. Qiang Pan, Chongdu Cho "The Investigation of a Shape Memory Alloy Micro-Damper for MEMS Applications", Department of Mechanical Engineering, Inha University, Incheon, 402-751, South Korea, September 2007.

51. Enrique López Cuellar. "Fatiga por ciclos térmicos bajo tensión de cables de memoria de forma TiNiCu después de varios tratamientos termomecánicos", INSA Lyon, (2002), Tesis Doctoral.

52. Website. <https://tiniaerospace.com/>

53. Website. <http://smart.tamu.edu/>

54. Website <http://www.aerospacemanufacturinganddesign.com/>

## 7. ACRÓNIMOS Y SIGLAS.

A	Amperes.
Ar	Argón.
Atm	Unidad de presión.
AuCd	Oro Cadmio.
A <sub>a</sub>	Área en contacto con el aire.
A <sub>f</sub>	Temperatura final de la fase austenita.
A <sub>s</sub>	Temperatura de inicio de la fase austenita.
A <sub>t</sub>	Área transversal.
B19	Martensita.
B2, (γ)	Austenita.
cm	Centímetros
Cu-Al	Cobre Aluminio.
CuAlNi	Cobre Aluminio Níquel
CuZnAl	Cobre Zinc Aluminio.
Cu-Zn	Cobre Zinc.
DC	Densidad de corriente.
DC <sub>Af</sub>	Final de la transformación austenítica en función de la densidad de corriente.
DC <sub>As</sub>	Inicio de la transformación de fase austenítica en función de la densidad de corriente.
DC <sub>Ms</sub>	Inicio de la transformación martensítica en función de la densidad de corriente.
DC <sub>Mf</sub>	Final de la transformación de fase martensítica en función de la densidad de corriente.
E	Módulo de Young.
e	Espesor de la cinta.
Etano-1,2-diol	Etilenglicol.
FeMnSi	Hierro Manganeso Silicio.
FeNiC	Hierro Níquel Carbono.
FeNiCoTi	Hierro Níquel Cobalto Titanio.
H <sub>T</sub>	Histéresis de transformación.
I	Corriente.
K	Kelvin.
L	Longitud de la cinta.
M <sub>s</sub>	Temperatura de inicio de la fase martensita.
M <sub>f</sub>	Temperatura final de la fase martensita.
MPa	Megapascal.
MW	Megavatio.
mm	Milímetros.
nm	Nanómetro.
NiTi	Níquel Titanio.
TiNiCu	Titanio Niquel Cobre.

NiTiNb	Níquel Titanio Niobio.
Rc	Velocidad de enfriamiento
T	Temperatura.
Tc	Temperatura del medio ambiente de enfriamiento.
Tm	Temperatura de la aleación fundida.
Torr	Unidad de presión.
TTRs	Temperaturas de transformación.
T <sub>0</sub>	Temperatura de equilibrio.
T <sub>f</sub>	Temperatura de la película.
T <sub>w</sub>	Temperatura de la pared.
W	Watts

a) Unidades y símbolos no alfabetizables.

$\alpha$	Anchura de la cinta.
°C	Grados Centígrados.
$\epsilon$	Deformación.
$\epsilon_m$	Deformación de la martensita.
$\epsilon_r$	Recuperación de la forma.
$\epsilon_p$	Deformación plástica.
$\rho$	Resistividad.
$\mu\text{m}$	Micrómetro.
$\sigma$	Esfuerzo.
$\sigma^{\beta-m}$	Tensión necesaria para la formación de variantes de martensita.
$\sigma_\gamma$	Límite de cadencia.

Siglas.

AMF	Aleaciones con memoria de forma.
BCT	Tetragonal centrada en el cuerpo.
CIIA	Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica.
CIIDIT	Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología.
CONACYT	Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.
DMA	Dynamic mechanical analysis, (Análisis mecánico dinámico).
DSC	Differential Scanning Calorimetry (Calorimetría diferencial de barrido).
EDS	Energy-dispersive X-ray spectroscopy (Energía de Dispersión de rayos X).
EMF	Efecto de Memoria de forma.
EMFD	Efecto de memoria de forma doble.
EMFS	Efecto de memoria de forma simple.
FCC	Cúbica centrada en las caras.
FIME	Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.
LVDT	Transformador diferencial de variación lineal.

MIM	Metal Injection Molding (Moldeo por inyección de metal).
NiTiNOL	Ni-Ti-Naval Ordnance Laboratory (Ni-Ti-Laboratorio de artillería Naval).
OWSME	One Way Shape Memory Effect (Efecto de memoria de forma simple).
PAM	Plasma arc melting (Método de fusión de arco de plasma).
PSPP	Skull push-pull (método de fusión por plasma).
SATWME	Efecto de memoria de forma doble por esfuerzo asistido.
SE	Efecto Superelástico.
SEM	Scanning electron microscope (Microscopio electrónico de barrido).
TMRT	Transformación martensítica termoelástica reversible
TMTE	transformación de martensita termoelástica.
UANL	Universidad Autónoma de Nuevo León.
UFDCG	Universidad Federal de Campina Grande.
VIM	Vacuum induction melting (Horno de inducción al vacío).

## 8. ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b>	Esquema representativo del efecto de la memoria de forma en el modo de flexión.	14
<b>Figura 2.2</b>	Cuando se reduce la temperatura desde austenita se forman variantes de martensita y el autoacomodamiento ocurre por maclado, cuando el elemento es deformado por debajo de $M_f$ sus fronteras de maclado se mueven y mantiene dicha deformación hasta ser calentado.	16
<b>Figura 2.3</b>	Esquema de la estructura de la interfase Martensita-Austenita. <b>(a)</b> Martensita desplazada. <b>(b)</b> Martensita Maclada.	17
<b>Figura 2.4</b>	Representación macroscópica de una plaqueta de martensita en la fase madre de austenita.	18
<b>Figura 2.5</b>	Gráfico representativo del efecto de memoria simple donde se muestra la transformación de autoacomodamiento de martensita <b>(a)</b> , la martensita deformada por la carga aplicada <b>(b)</b> , carga retirada <b>(c)</b> , recuperación de forma.	19
<b>Figura 2.6</b>	Representación macroscópica de la transformación de un cristal de austenita.	20
<b>Figura 2.7</b>	Esquema macroscópico del efecto doble de memoria de forma.	21
<b>Figura 2.8</b>	Esquema representativo comparando el EMFS y EMFD.	22
<b>Figura 2.9</b>	Esquema representativo del EMDSA.	23
<b>Figura 2.10</b>	Mecanismo superelástico de las AMF. Macroscópica del efecto Superelástico.	25

<b>Figura 2.11</b>	Curva esfuerzo-deformación y representación macroscópica del efecto Superelástico.	26
<b>Figura 2.12</b>	Esquema representativo del proceso de fusión por plasma.	29
<b>Figura 2.13</b>	Esquema del proceso de conformado de cintas delgadas por <i>melt spinning</i> .	31
<b>Figura 2.14</b>	Diagrama de densidad de energía de actuación.	33
<b>Figura 2.15</b>	Comportamientos biomecánicos de distintos materiales.	34
<b>Figura 2.16</b>	Microválvula con actuador de AMF desarrollado por Raychem Corp.	35
<b>Figura 2.17</b>	Aplicaciones de AMF en la industria aeronáutica: (a) Pala de rotor retráctil y (b) tren de aterrizaje retráctil.	36
<b>Figura 2.18</b>	Aplicaciones de actuadores de AMF en la industria aeronáutica: (a) Mecanismo de liberación de expulsión (ERM) y (b) Obturador óptico.	38
<b>Figura 2.19</b>	Dispositivo actuador de AMF en una válvula de transmisión automática.	39
<b>Figura 2.20</b>	Esquema del motor rotativo bidireccional, al activar el efecto de memoria de forma con un estímulo eléctrico a los cables de AMF se generará desplazamiento por la fuerza.	40
<b>Figura 3.1</b>	Diagrama del proceso experimental.	45
<b>Figura 3.2</b>	Izquierda: Horno de fusión por plasma ( <i>skull push-pull</i> ), a la derecha: esquema representativo del interior del horno de fusión por plasma.	48
<b>Figura 3.3</b>	Proceso de fusión por plasma utilizando el método <i>skull push-pull</i> : <b>(a)</b> elementos Ni y Ti en el crisol, <b>(b)</b> fusión por	49

plasma, **(c)** vaciado de la aleación fundida en un crisol de aluminio, **(d)** pastilla de aleación.

- Figura 3.4** Esquema de la Máquina de solidificación rápida *melt spinning* para fabricar cintas delgadas. 50
- Figura 3.5** Calorímetro diferencial de barrido (DSC) Q2000 de TA instruments. 51
- Figura 3.6** Microscopio electrónico de barrido SEM con un sistema de microanálisis por energía dispersiva por rayos X (EDS) 53
- Figura 3.7** Esquema representativo de la máquina de ensayos electromecánicos y los componentes necesarios para su funcionamiento. 54
- Figura 3.8** Curva representativa de un ensayo termomecánico y la ubicación de las temperaturas de transformación. 55
- Figura 3.9** Esquema representativo de la máquina de ensayos Termomecánicos y los componentes necesarios para su funcionamiento. 57
- Figura 3.10** Esquema representativo del control de temperatura a través del baño recirculador LAUDA-420. 58
- Figura 3.11** Modelo computarizado de la estructura de soporte de la máquina de fatiga termomecánica. 60
- Figura 3.12** Esquema de la máquina de fatiga termomecánica. 1 Baño recirculador Lauda 420, 2. Cámara de baño térmico, 3. Panel de control manual, 4. Plataforma de inmersión, 5. Estructura de soporte, 6. Cable de acero inoxidable, 7. Actuador hidráulico. 62
- Figura 3.13** Esquema de la máquina de fatiga termomecánica. 1. 63

Rodamientos, 2. Plataforma de inmersión, 3. Brazo de suspensión, 4. Cable de acero Inoxidable, 5. Guías de cabezal, 6. Cabezal móvil, 7. Sujetadores de mordazas, 8. Mordazas desmontables, 9. Muestra, 10. Tornillos de sujeción.

- Figura 3.14** Interfaz del software de control de la máquina de 65  
ensayos termomecánicos.
- Figura 4.1** Análisis de composición química por técnica de EDS de 67  
la cinta de AMF M1: 38 m/s as-spun.
- Figura 4.2** Análisis de composición química por técnica de EDS de 68  
la cinta de AMF M2: 50 m/s as-spun.
- Figura 4.3** Imágenes obtenidas del SEM de las cintas de AMF, 69  
donde **(a)** y **(b)** son la muestra M1 conformada a una  
velocidad de rueda de 38 m/s as-spun, abajo **(c)** y **(d)**  
son la muestra M2 conformada a una velocidad de rueda  
de 50 m/s as-spun. Las líneas punteadas amarillas  
muestran el grano en la microestructura y las flechas  
rojas señalan las colonias de martensita.
- Figura 4.4** Observación de la condición de precipitados mediante 70  
SEM en (a) M1: 38 m/s y (b) M2: 50 m/s.
- Figura 4.5** Análisis de la composición química de los precipitados. 71  
En (a) análisis de un precipitado en M1: 38 m/s as-spun.  
En (b) análisis de un precipitado en M2: 50 m/s as-spun.
- Figura 4.6** Curva DSC de la cinta con memoria de forma: M1 38 m/s 74  
as-spun.
- Figura 4.7** Curva DSC de la cinta con memoria de forma M2 50 m/s 75

as-spun.

- Figura 4.8** Curva de Histéresis donde se presenta la deformación 79  
en función de la densidad de corriente eléctrica en  
diferentes valores de carga constante para la M1 **(a)** y  
M2 **(b)**.
- Figura 4.9** Curvas donde se presenta la deformación en función de 80  
la densidad de corriente eléctrica en diferentes valores  
de carga constante para la M1 (a) y M2 (b).
- Figura 4.10** Densidad de corriente bajo diferentes esfuerzos 83  
constantes para las cintas TiNiCu: (a) M1, (b) M2.
- Figura 4.11** Curva del registro de la deformación en función de la 86  
temperatura durante el ensayo en la máquina  
termomecánica a 250 MPa.
- Figura 4.12** Curvas donde se presenta la deformación en función de 88  
la temperatura en diferentes valores de carga constante  
para la M1 (a) y M2 (b).
- Figura 4.13** Temperaturas de transformación bajo diferentes 90  
esfuerzos constantes para las cintas TiNiCu: (a) M1, (b)  
M2.

## 9. ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b>	Comparación de propiedades de AMF base NiTi con un Acero Inoxidable trabajado en frío.	25
<b>Tabla 2.2</b>	Propiedades características de las AMF base Ti-Ni.	28
<b>Tabla 3.1</b>	Características de las cintas usadas en este trabajo.	50
<b>Tabla 4.1</b>	Composición elemental de las cintas TiNiCu.	67
<b>Tabla 4.2</b>	Composición de precipitados de M1: 38 m/s as-spun.	72
<b>Tabla 4.3</b>	Composición de precipitados de M2: 50 m/s as-spun.	73
<b>Tabla 4.4</b>	Temperaturas de transformación de la AMF M1 en el ensayo DSC.	75
<b>Tabla 4.5</b>	Valores y su descripción del mecanismo de memoria de forma.	78
<b>Tabla 4.6</b>	Valores de densidad de corriente de las muestras M1 y M2 respecto a las cargas constantes aplicadas en las AMF.	81
<b>Tabla 4.7</b>	Valores de densidad de corriente eléctrica y temperaturas de transformaciones en la muestra M1.	82
<b>Tabla 4.8</b>	Valores de temperaturas de transformación de las muestras M1 y M2 respecto a las cargas constantes aplicadas en las AMF.	89
<b>Tabla 4.9</b>	Valores de densidad de temperatura por ensayo termomecánico y temperaturas de transformaciones registradas en DSC en la muestra M1.	89

## 10. RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Oscar Ordaz Altamirano

Candidato al grado de Maestro en ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

Título de la Tesis: "Caracterización del efecto memoria de forma asistido bajos esfuerzos constantes en cintas delgadas de TiNiCu"

El Ingeniero en Materiales Oscar Ordaz Altamirano nació en la Ciudad de Coatzacoalcos, en el estado de Veracruz; hijo del Sr. Ernesto Ordaz Matus y la Sra. Gloria Altamirano Martin.

Inició sus estudios en el año 2010 en la carrera de Ingeniero en Materiales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, obteniendo el título de Ingeniero en el año 2015.

En 2015 inicia sus estudios en la Maestría en Ciencias de la ingeniería Mecánica con especialidad en materiales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica. El mismo año es incluido a la línea de Investigación de Aleaciones con memoria de Forma trabajando en conjunto con el Dr. Luis Alberto López Pavón, bajo la dirección del Dr. Enrique López Cuellar.