

T.
(043)620
2020
J 327

TESIS
DOCTORADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

**FATIGA EN MATERIALES CON MEMORIA DE FORMA:
INICIACIÓN Y CRECIMIENTO DE FISURAS POR FATIGA**

Ing. Sebastián Jaureguizar

Dr. Alejandro Yawny
DIRECTOR

Dr. Mirco Chapetti
CO-DIRECTOR

Ing. Sebastián Jaureguizar
DOCTORANDO

Instituto Balseiro
Comisión Nacional de Energía Atómica
Universidad Nacional de Cuyo
S.C. de Bariloche, Junio de 2020

INVENTARIO: 24172

09.08.21

Biblioteca Leo Falicov

Índice de símbolos y abreviaturas (por orden alfabético).

A_0 : Área transversal del alambre en fase austenita

A_M : Área transversal del alambre en fase martensita

A_F : Temperatura fin transformación austenítica

A_S : Temperatura comienzo transformación austenítica

ASTM: American Society for Testing Materials

A^* : Austenita ciclada

b : Exponente de resistencia a la fatiga o exponente de Basquin

B2: Estructura cúbica

B19': Estructura monoclinica

β : Fase austenita en aleaciones con memoria de forma de base Cu

c : Exponente de ductilidad a la fatiga

C^{cc} : Coeficiente de Clausius-Clapeyron

C-M: Relación de Coffin-Manson

dF : Diferencial de fuerza

$d\sigma$: Diferencial de tensión

dT : Diferencial de temperatura

Δh^{A-M} : Cambio de entalpía por unidad de volumen

ΔH^{A-M} : Cambio de entalpía (calor latente de transformación)

ΔL : Desplazamiento del travesaño

ΔL^{A-M} : Variación de longitud asociada a la transformación martensítica

$\dot{\Delta L}$: Velocidad de elongación

ΔL_0 : Variación de longitud debido a la transformación martensítica

ΔL_{0-Est} : Variación estimada de longitud debido a la transformación martensítica

ΔL_A : Variación de longitud elástica de la fase austenita

ΔL_M : Variación de longitud elástica de la fase martensita

ΔL_T : Variación de longitud de la fase austenita al transformar a martensita

$\Delta \varepsilon$: Rango de deformación

$\Delta \varepsilon^{A-M}$: Deformación asociada a la transformación martensítica

$\Delta \varepsilon_c$: Rango de deformación de ciclado

$\Delta \varepsilon_e$: Rango de deformación elástico

$\Delta \varepsilon_p$: Rango de deformación plástico

ΔS^{A-M} : Cambio de entropía

$\Delta \sigma$: Rango de tensiones

$\left(\frac{\delta \sigma}{\delta T} \right)_L$: Pendiente de Clausius - Clapeyron para la transformación. Modelo de Auricchio

$\left(\frac{\delta \sigma}{\delta T} \right)_U$: Pendiente de Clausius-Clapeyron para la retransformación. Modelo de Auricchio

E: Módulo de elasticidad

E_A : Módulo de elasticidad de fase austenita

E_M : Módulo de elasticidad de fase martensita

EDS: Análisis por dispersión de rayos X

END: Ensayo no destructivo

ε : Deformación uniaxial

ε'_f : coeficiente de ductilidad a la fatiga

$\dot{\varepsilon}$: Velocidad de deformación

ε_a : Amplitud de deformación

ε_{A-M} : Deformación de inicio de la transformación martensítica

ε_{est} : Deformación estimada debida a la transformación martensítica

ε^L : Deformación de la transformación. Modelo de Auricchio

ε_M : Deformación que limita zona martensita

ε_{max} : Deformación máxima

ε_R : Deformación no reversible durante el ciclado pseudoelástico

ε_{tr} : Deformación necesaria para completar la transformación martensítica

ε_V^L : Deformación volumétrica de la Transformación. Modelo de Auricchio

F: Fuerza uniaxial

L_0 : Longitud libre de la muestra entre mordazas

L_E : Longitud de muestra transformada a fase martensita

M: Fase martensita

M_D : Temperatura máxima de la transformación martensítica bajo carga

M_F : Temperatura fin transformación martensítica

M_S : Temperatura comienzo transformación martensítica

MMF: Material con Memoria de Forma

N: Número de ciclos

N_F : Número total de ciclos a la fractura

N_I : Número de ciclos para la iniciación de fisuras detectables

N_P : Número de ciclos para la propagación de una fisura detectable hasta la rotura

ν_M : Módulo de Poisson Martensítico. Modelo de Auricchio

P_{max} : Fuerza cíclica máxima

P_{min} : Fuerza cíclica mínima

R: Fase martensítica romboédrica

R_{FC} : Temperatura fin transformación fase R en el calentamiento

R_{SC} : Temperatura comienzo transformación fase R en el calentamiento

R_{SE} : Temperatura comienzo transformación fase R en el enfriamiento

SEM: Microscopía electrónica de barrido

SMA: Shape Memory Alloy

σ : Tensión uniaxial

σ_a : Amplitud de tensión

σ_{ap} : Tensiones obtenidas

σ^{A-M} : Tensión crítica de la transformación martensítica

$\sigma_{\text{Fase martensita}}^{A-M}$: Tensión aplicada en la sección en fase martensita

σ_L^S : Tensión de Inicio de Transformación $A \rightarrow M$ (Carga). Modelo de Auricchio

σ_L^E : Tensión de Final de Transformación $A \rightarrow M$ (Carga). Modelo de Auricchio

σ_{CL}^S : Tensión de Inicio de Transformación $A \rightarrow M$ (Compresión). Modelo de Auricchio

σ_m : Tensión media

σ_{\max} : Tensión máxima

σ_{\min} : Tensión mínima

σ^{M-A} : Tensión crítica de la retransformación martensítica

σ_f : Coeficiente de la resistencia a la fatiga

σ_{SWT} : Amplitud de tensión equivalente Smith-Watson-Topper

σ_{SWT}^* : Amplitud de tensión equivalente modificada Smith-Watson-Topper

σ_U^S : Tensión de Inicio de Retransformación $M \rightarrow A$ (Descarga). Modelo de Auricchio

σ_U^E : Tensión de Final de Retransformación $M \rightarrow A$ (Descarga). Modelo de Auricchio

σ_{CL}^S : Tensión de Inicio de Transformación $A \rightarrow M$ (Compresión). Modelo de Auricchio

t: Tiempo

T: Temperatura

T_0 : Temperatura de equilibrio

TEM: Microscopía electrónica de transmisión

TiC: Carburo de titanio

TM: Transformación martensítica termoelástica

Índice de contenidos

Índice de símbolos y abreviaturas	iii
Resumen	xiii
Abstract	xv
Capítulo 1. Introducción General	1
1.1 Comportamiento termomecánico de los materiales con memoria de forma.....	2
1.2 Aspectos básicos de la transformación martensítica relevantes para el presente trabajo.....	6
1.3 NiTi con memoria de forma	9
1.4 Aplicaciones de aleaciones con memoria de forma	12
1.4.1 Aplicaciones en la industria automotriz	12
1.2.2 Aplicaciones en la industria aeroespacial.....	13
1.2.3 Aplicaciones biomédicas.....	14
1.5 Importancia del fenómeno de fatiga en las aplicaciones de NiTi	16
1.6 Referencias	17
Capítulo 2. Fatiga mecánica de NiTi	21
2.1 Conceptos básicos de fatiga mecánica en materiales estructurales.....	21
2.2 Introducción a la fatiga en materiales con memoria de forma	25
2.3 Fatiga funcional.....	25
2.4 Fatiga estructural.....	30
2.4.1 Fatiga debido a ciclos controlados por carga / tensión.....	31
2.4.2 Fatiga debido a ciclos controlados por desplazamiento / deformación.....	32

2.4.3	Influencia de la tensión / deformación media en la vida a fatiga	37
2.5	Motivación del trabajo	44
2.6	Objetivo del trabajo.....	44
2.7	Referencias	46
 Capítulo 3. Materiales y Métodos experimentales		49
3.1	Materiales	49
3.1.1	Datos del fabricante	49
3.1.2	Temperaturas de transformación.....	49
3.1.3	Microscopía y contenido de inclusiones	51
3.2	Caracterización de la respuesta mecánica: equipamiento y procedimientos experimentales utilizados.....	54
3.2.1	Ensayos mecánicos	54
3.2.2	Elección del método de ensayo.....	56
3.2.3	Sistemas de mordazas utilizadas para ensayos de alambres de NiTi.	57
3.2.3.1	Mordazas de apriete.....	57
3.2.3.2	Mordazas de cilindro.....	58
3.2.4	Definición de tensiones y deformaciones usadas en el presente estudio.	59
3.3	Referencias	67
 Capítulo 4. Caracterización de la fatiga funcional		69
4.1	Descripción de los ensayos de fatiga funcional.....	70
4.2	Fatiga Funcional para $N \leq 100$ ciclos.	71

4.2.1 Ensayos de comparación con la bibliografía.....	71
4.2.2 Efecto de la temperatura y de la velocidad de desplazamiento	75
4.3 Fatiga funcional a mayor número de ciclos.....	79
4.4 Ciclado pseudoelástico reducido.....	85
4.5 Ensayos de ciclado pseudoelástico reducido para $N > 110$ ciclos.	100
4.6 Conclusiones	106
4.7 Referencias	107

Capítulo 5. Propuesta de un nuevo ensayo de fatiga para el estudio de alambres de NiTi pseudoelástico 109

5.1 Antecedentes.....	110
5.2 Método preopuesto de generación de una probeta con zona de tensión de transformación reducida: la probeta funcional.....	111
5.3 Verificación de la creación de la zona efectiva de ensayo.	114
5.4 Ensayos de ciclado pseudoelástico. Opciones.....	116
5.4.1 Ciclado completo.....	116
5.4.2 Ciclado reducido.....	119
5.5 Ensayos de validación / implementación.....	122
5.5.1 Creación de la probeta funcional	122
5.5.2 Ciclado pseudoelástico.....	124
5.6 Conclusiones.....	129
5.7 Referencias	130

Capítulo 6. Fatiga en alambres pseudoelásticos de NiTi	131
6.1 Ensayos de ciclado pseudoelástico de NiTi.....	131
6.1.1 Fatiga funcional.....	136
6.2 Ensayos de ciclado sin transformación, a rotura. Ensayos tipo A, P y M	138
6.3 Efecto de la transformación martensítica en la vida a fatiga de NiTi.....	142
6.4 Modelos elastoplásticos de predicción utilizados en bibliografía.....	144
6.5 Comparación de resultados.....	150
6.6 Aspectos fractográficos.....	153
6.7 Conclusiones.....	156
6.8 Referencias	158
Capítulo 7. Conclusiones	161
Agradecimientos	165
Publicaciones en Revistas de Circulación Internacional	167
Participación en Congresos	167
Anexo A. Diseño de mordazas de cilindro	
A.1 Diseño	A.1
A.2 Verificación de funcionamiento	A.5
A.3 Cálculo de la longitud de ensayo en mordaza de cilindros.....	A.7
A.4 Análisis por elementos finitos	A.16
A.4.1 El modelo pseudoelástico de Auricchio	A.16
A.4.1.1 Obtención de las constantes características requeridas por la UMAT	A.19

A.4.1.2 Modelado en ABAQUS®: Calibración y validación del modelo	A.22
A.4.2 Modelado de la configuración de ensayo con las mordazas desarrolladas y resultados	A.24
A.5 Planos de mordaza.....	A.27
A.6 Conclusiones.....	A.34
A.7 Referencias	A.35

Anexo B. Análisis de ciclado de NiTi sin transformación

B.1 Ensayos de ciclado sin transformación martensítica	B.1
B.1.1 Ensayos en zona pseudoelástica (Ensayos P).....	B.3
B.1.2. Ensayos en fase austenita (Ensayos A)	B.7
B.1.3 Ensayos en fase martensita (Ensayos M)	B.8
B.1.4 Comparación de niveles de tensión de transformación y retransformación	B.11
B.2 Conclusiones	B.13
B.3 Referencias	B.14

Resumen

Los materiales con memoria de forma (MMF) exhiben propiedades mecánicas particulares que los hacen interesantes debido a los fenómenos físicos involucrados y al gran potencial que poseen para el desarrollo de aplicaciones tecnológicas. Estas propiedades mecánicas incluyen comportamientos característicos como el efecto memoria de forma simple, el efecto pseudoelástico, la deformación térmica bajo carga constante y el efecto doble memoria.

El motivo de estos singulares comportamientos reside en la ocurrencia de transformaciones de fase martensíticas termoelásticas en estos materiales. Estas son transformaciones sólido-sólido, sin difusión, que consisten en un cambio de estructura cristalina y cuyo efecto macroscópico es equivalente a una deformación de corte. En particular en esta tesis se analiza el comportamiento pseudoelástico que involucra deformaciones reversibles del orden del 8 %.

En el presente trabajo se estudia el comportamiento pseudoelástico bajo condiciones de carga cíclica uniaxial de alambres comerciales de NiTi (Ti-50,9 at. % Ni) con tamaño de grano ultrafino. Se investiga la dependencia de la evolución del comportamiento pseudoelástico en el caso de ciclos parciales y completos, analizando tanto los aspectos funcionales como estructurales asociados al ciclado pseudoelástico, a lo que nos referimos en esta tesis como el estudio de la fatiga intrínseca.

Del análisis de los resultados de ensayos de fatiga funcional se definen limitaciones y requerimientos que dan lugar a la propuesta de una nueva metodología de ensayo uniaxial para caracterizar la fatiga intrínseca de alambres de NiTi superelástico.

Con la nueva metodología desarrollada, se investiga la influencia de la transformación martensítica inducida por tensión en la vida a fatiga de los alambres de NiTi. A partir del análisis de los ensayos se concluye que la caída de las tensiones críticas de transformación no depende de la cantidad de material transformado sino del número

de transformaciones que experimenta el material. También se concluye que la vida a fatiga no dependería del rango de deformación / tensión aplicada ni de la deformación / tensión media haciendo determinante la cantidad de ciclos de transformación, lo que indica el gran daño acumulado en el alambre cada vez que el frente de transformación pasa por una determinada zona.

Los resultados muestran además que la evolución de las propiedades funcionales tiene lugar en todo el ciclado hasta la rotura del alambre, aunque dicha evolución tiene lugar a una tasa de variación que disminuye con el número de ciclos aplicados. Esto indica que la evolución de las propiedades funcionales podría estar asociada a la acumulación de daño intrínseco por fatiga y por lo tanto, el fenómeno de fatiga mecánica en alambres de NiTi debería estudiarse relacionando tanto los aspectos funcionales como estructurales asociados al ciclado pseudoelástico.

Finalmente es importante remarcar el aporte generado con la propuesta de la nueva metodología de ensayo uniaxial para poder analizar el comportamiento intrínseco a fatiga de alambre de NiTi superelástico. Este método contribuirá sin lugar a dudas en el avance del conocimiento de los mecanismos de daño asociados al movimiento del frente de transformación, que resulta ser de vital importancia en la vida a fatiga en condiciones de ciclado pseudoelástico. Esto permitirá avanzar en la propuesta de nuevos modelos específicos para explicar el fenómeno de fatiga de materiales superelásticos.

Palabras clave: Materiales con memoria de forma, transformación martensítica, NiTi, fatiga intrínseca

Abstract

Shape memory alloys (SMA) display peculiar mechanical properties that make them interesting due to the physical phenomena involved as well as the great potential they have for technological applications. The mechanical properties include characteristic behaviors such as one way memory effect, super-elasticity, constrain recovery and two-way shape memory effect.

The reason for these singular behaviors resides in the thermoelastic martensitic phase transformations. Transformations are solid-solid, non-diffusive, and they consist of a change in crystalline structure with a macroscopic effect equal to a shear strain. In particular, in this thesis pseudoelasticity is analyzed in alloys that present reversible strain close to 8%.

In the present work, pseudoelastic behavior under uniaxial cyclic loading is studied in commercial ultrafine grained NiTi (Ti-50.9 at. % Ni) wires. The dependence on the evolution of pseudoelastic behavior for partial and complete cycles is investigated. The functional and structural aspects associated with pseudoelastic cycling are analyzed. In this thesis, we refer to it as the study of intrinsic fatigue.

The analysis of the results of functional fatigue tests defines limitations and requirements that give rise to the proposal of a novel uniaxial test methodology to characterize the intrinsic fatigue of super-elastic NiTi wires.

Using the new method, the influence of stress-induced martensitic transformation in the fatigue life of NiTi wires is investigated. The analysis of tests results show that decrease of critical transformation stress is not dependent on the amount material transformed but it depends on the number of martensitic transformation. Also, we arrived at conclusion that fatigue life would not depend on the strain / stress range or the mean strain / stress making the amount of transformation cycles decisive. This is an indication

of the great cumulative damage suffered by the wire each time that transformation front passes through a certain zone.

Additionally, the results show that the evolution in functional properties occurs during cycling until wire fracture, though the change rate of this evolution reduces when the number of cycles increases. This signals that the change in functional properties could be connected to the accumulation of intrinsic fatigue damage. Therefore the mechanical fatigue phenomenon in NiTi wires should be studied by relating the functional and structural aspects associated to pseudoelastic cycling.

Finally, it is important to highlight the contribution of the new uniaxial test methodology in order to analyze the intrinsic fatigue behavior of super-elastic NiTi wire. This method will contribute to the advancement in knowledge of the mechanisms of damage associated with the movement of the transformation front that result on vital importance in fatigue life in conditions of pseudoelastic cycling. This will allow progress in the proposal of new specific models that explain the fatigue phenomenon of super-elastic materials.

Keywords: Shape memory alloys, martensitic transformation, NiTi, intrinsic fatigue

Capítulo 1

Introducción general

El objetivo general del presente trabajo es avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de materiales con memoria de forma, en particular de las aleaciones de NiTi, que se destacan por sus excelentes propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y biocompatibilidad [1]. Con el objetivo de enmarcar la temática de la investigación que se presenta, en este primer capítulo se expondrán en primer lugar los aspectos más relevantes del comportamiento termomecánico de los materiales con memoria de forma [1,2]. Luego se tratan los aspectos básicos de la transformación martensítica relevantes para el presente trabajo. Finalmente se describen las aleaciones de NiTi superelástico resaltando las características distintivas que las han convertido en una de las más utilizadas en campos que van desde la industria espacial a la medicina.

En el Capítulo 2 se realiza una introducción a los conceptos básicos de fatiga mecánica, de manera de contar con las herramientas necesarias para analizar los resultados y las conclusiones obtenidas en la bibliografía estudiada. Luego de llevado a cabo este análisis, se describe la motivación de esta tesis y el planteo de sus objetivos. En el Capítulo 3 se especifican los materiales y métodos usados en esta tesis para estudiar la vida a fatiga en alambres de NiTi superelástico. Como primer paso del estudio, en el Capítulo 4, se analiza la fatiga funcional (cambios asociados a la transformación inducida por tensiones) y se exponen las limitaciones del método de ensayo para evaluar la fatiga estructural (rotura). En el Capítulo 5 se propone un nuevo método experimental para realizar ensayos de fatiga uniaxial en alambres de pequeño diámetro. En el Capítulo 6 se describen los resultados obtenidos para ensayos de fatiga estructural con el nuevo método propuesto. Se analizan las diferencias fenomenológicas encontradas y se exhiben las ventajas de utilizar la metodología experimental propuesta en el estudio del fenómeno de fatiga estructural. Además, se discuten los resultados reportados en la bibliografía y los modelos de vida a fatiga que buscan adoptar para describir el comportamiento del NiTi. En el Capítulo 7 se presentan las conclusiones más importantes derivadas del estudio.

Los anexos del trabajo incluyen estudios complementarios, necesarios para el desarrollo de la tesis. En el Anexo A se detalla el proceso de diseño de las mordazas que se utilizan en la mayoría de los ensayos realizados. En el Anexo B se presenta un análisis de los resultados de ensayos de ciclado sin transformación que aportan datos de referencia para los análisis del Capítulo 6 y las conclusiones finales.

1.1 Comportamiento termomecánico de los materiales con memoria de forma.

Los materiales con memoria de forma (MMF, en inglés SMA: *Shape Memory Alloys*) pertenecen a los llamados materiales inteligentes debido a su capacidad de modificar su forma, dimensiones o la fuerza que ejercen debido a la aplicación de un estímulo externo.

Varios sistemas exhiben comportamiento de memoria de forma (NiTi, CuZnAl, CuAlNi, FeNi, etc.) y dentro de ellos se destaca el NiTi por sus excelentes propiedades mecánicas. Este exhibe grandes deformaciones reversibles (8-10 %) y su baja anisotropía elástica le confiere mejor vida a fatiga que otros MMF policristalinos, como los de base Cu [2]. Además, posee buena ductilidad, alcanzando grandes deformaciones en frío. Posee a su vez alta resistencia al desgaste y a la corrosión y es biocompatible. Todas estas características han extendido su uso a diversas industrias (mecánica, civil, aeroespacial, robótica, salud). Las peculiares propiedades de los MMF surgen de una transformación de fase no difusiva denominada transformación martensítica termoelástica (TM) [3]. Esta transformación se realiza desde una fase llamada austenita a una fase denominada martensita y tiene la particularidad de ser reversible desde el punto de vista cristalográfico. La TM puede ser inducida por un cambio de temperatura, por aplicación de carga mecánica o por una combinación de ambos dando lugar a interesantes efectos. Las fases austenita y martensita coexisten separadas por una interfase definida, un plano común a ambas estructuras llamado plano de hábito

Para inducir la TM por temperatura sin aplicar carga mecánica, la aleación se enfría hasta una temperatura donde la austenita comienza a transformarse a fase martensítica. Esta temperatura se denomina M_s y se utiliza a menudo como valor

característico de la transformación. La temperatura a la cual termina la TM recibe el nombre de M_F . En los MMF se puede revertir esta transformación aumentando la temperatura. La temperatura a la cual la martensita comienza a retransformar a austenita se denomina A_S y la temperatura a la cual el material vuelve a estar completamente en fase austenita recibe el nombre de A_F [1,2]. La TM inducida por temperatura puede ser monitoreada a través de la medición de resistencia eléctrica. En la Figura 1.1 se aprecia esquemáticamente la variación de la resistencia R con la temperatura T durante un ciclo de transformación austenita (β) - martensita (M) – austenita (β) en el caso de un MMF de base Cu. Se indican las temperaturas características de la transformación y se representan esquemáticamente las estructuras asociadas a cada fase [4]. Asociada a la transformación y retransformación aparece una histéresis térmica cuya magnitud depende del material considerado, pudiendo ser de 10 K para aleaciones base Cu y de 30 K para MMF de NiTi. Cuando la martensita es inducida térmicamente se pueden obtener cristales con diferentes orientaciones a partir de un único cristal de austenita. A cada uno de estos cristales de martensita se lo denomina variante de martensita. Sin embargo, no se produce un cambio de forma apreciable ya que predomina el mecanismo de maclado en el proceso de auto acomodación de estas variantes [3].

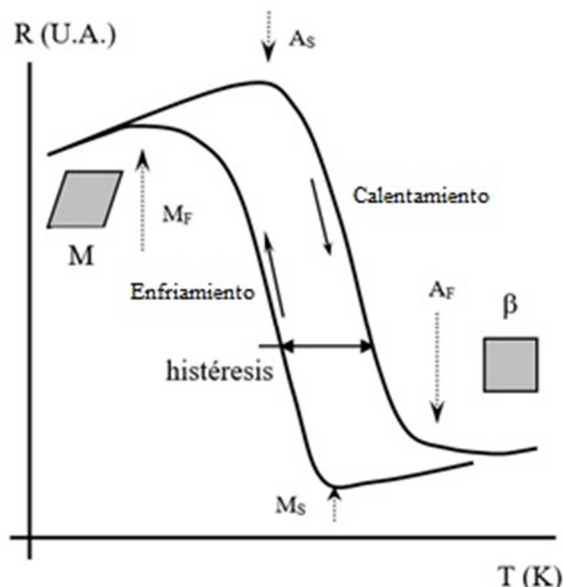


Figura 1.1. Esquema de la variación de la resistencia R (Unidad Arbitraria) con la temperatura T (K) [4].

Los MMF presentan comportamientos termomecánicos especiales al ser comparados con los materiales estructurales clásicos. Estos comportamientos muestran una fuerte dependencia con la temperatura como se muestra en la Figura 1.2. Es habitual restringirse a la descripción de ciertos comportamientos característicos de los MMF como ser: el efecto memoria de forma simple, el efecto pseudoelástico, la deformación térmica bajo carga constante y el efecto doble memoria. Cada uno de ellos representa una trayectoria particular en el espacio tensión – deformación - temperatura ($\sigma - \varepsilon - T$) [2]. El denominado efecto memoria de forma simple, que aparece representado en la Figura 1.2 como el ciclo A-B-C-D-E-F-A, surge al aplicar carga mecánica al MMF luego de disminuir su temperatura T tal que $T \leq M_F$, es decir, en estado martensítico. Al quitar la fuerza el material permanece deformado. Sin embargo, si se lo calienta a una temperatura por encima de A_F , la martensita se retransforma completamente a austenita y el material recupera su forma original.

Un efecto interesante conocido como pseudoelasticidad o superelasticidad aparece cuando el MMF se encuentra a una temperatura superior a A_F . En esas condiciones, al aplicar carga mecánica sobre la fase austenita, esta se deforma elásticamente hasta alcanzar una tensión crítica (σ^{A-M}) a la cual la TM es inducida. A partir de este punto, la TM avanza deformando al material a una carga relativamente constante. Sin embargo, al revertir la carga, la martensita inducida mecánicamente retransforma a la fase austenita a una tensión inferior (σ^{M-A}) y el material recupera su forma original. En la Figura 1.2 se aprecia un ciclo pseudoelástico delimitado por la trayectoria A-I-J-K-A. Este tipo de transformación tiene una histéresis mecánica asociada dada por la diferencia $\sigma^{A-M} - \sigma^{M-A}$. La pseudoelasticidad se observa en un rango de temperaturas comprendido entre A_F y una temperatura máxima denominada M_D . Al superarse la temperatura M_D , el material deformará plásticamente antes de comenzar la transformación martensítica ya que los mecanismos de deformación plástica comienzan a predominar por sobre la transformación martensítica [5]. Por debajo de la temperatura A_F , la martensita inducida por tensiones no retransformará completamente a la fase austenita. Las dimensiones iniciales podrán recuperarse con un calentamiento por encima de A_F (efecto memoria simple)

En el caso de que el MMF es llevado a baja temperatura, sin la presencia de tensiones externas, luego de un ciclo de memoria simple, transformará nuevamente a martensita sin cambiar la forma. Sin embargo, utilizando ciertos procedimientos de entrenamiento, que en general consisten en la repetición de un cierto número de ciclos, el material podrá recordar también una forma particular en la fase de baja temperatura. De este modo se obtiene un efecto memoria en ambos sentidos (camino A-G-D-E-F-A de la Figura 1.2).

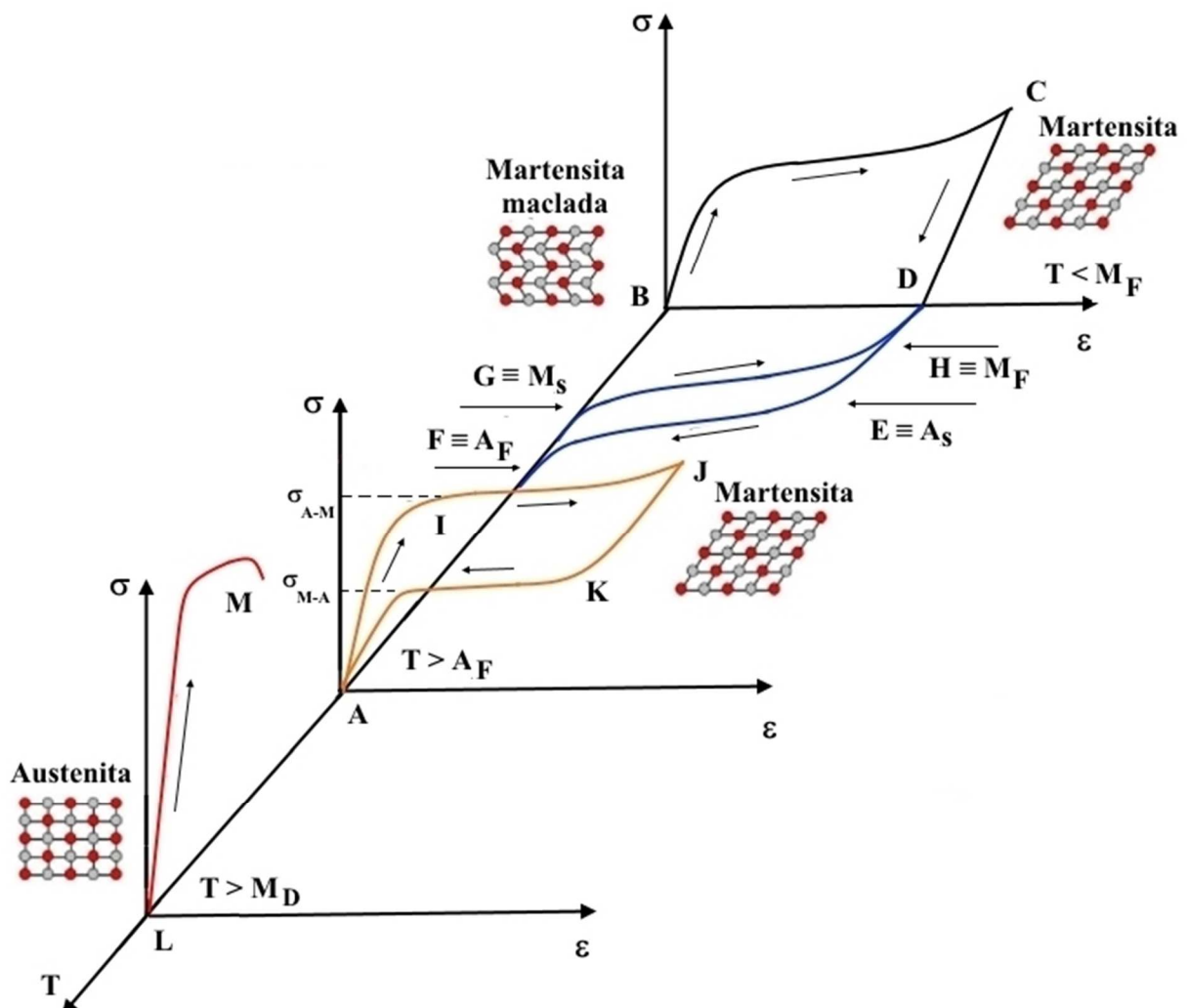


Figura 1.2. Trayectorias termomecánicas seguidas por los MMF con las que se describen los efectos memoria de forma (A-B-C-D-E-F-A) y superelasticidad (A-I-J-K-A). El efecto doble memoria de forma (A-G-H-D-E-F-A) se adquiere con entrenamientos termomecánicos. La trayectoria L-M indica la carga del material a $T > M_D$, siendo M_D la máxima temperatura a la cual es posible inducir la transformación martensítica involucrada en los efectos mencionados.

La transformación térmica bajo carga es también denominada efecto doble memoria asistido por tensión. En este caso la transformación martensítica inducida térmicamente se combina con la aplicación de una carga exterior. Una forma de describir este comportamiento de forma simplificada (porque en la práctica existe un corrimiento de las temperaturas de transformación por efecto de la carga aplicada) sería trasladando verticalmente en el plano de tensión constante el camino correspondiente al del efecto doble memoria representado en la Figura 1.2.

Se observa de esta manera una deformación de transformación debida a la nucleación de variantes particulares de la martensita. La retransformación a austenita va acompañada de la recuperación de la forma original en austenita y de un trabajo realizado por la muestra en contra de la tensión aplicada. Este tipo de comportamiento es la base de un gran porcentaje de las aplicaciones propuestas con MMF: las aplicaciones tipo actuador.

1.2 Aspectos básicos de la transformación martensítica relevantes para el presente trabajo.

Un aspecto importante de la pseudoelasticidad tiene que ver con la dependencia de las tensiones críticas de transformación σ^{A-M} y σ^{M-A} con la temperatura. Si tomamos como ejemplo un alambre de MMF a una temperatura T al que se le induce la transformación martensítica mediante la aplicación de una fuerza uniaxial F , éste se deformará, extendiéndose una longitud ΔL^{A-M} determinada por la deformación $\Delta \epsilon^{A-M}$ asociada a la transformación de fase y la longitud inicial L_0 . La fuerza F necesaria para conseguir la transformación dependerá de la temperatura T a través de una relación en la que están involucradas las variables termodinámicas relevantes a este problema de cambio de fases sólido – sólido. La relación entre F y T estará dada por una expresión del tipo Clausius-Clapeyron [6] como la que determina la dependencia de la presión con la temperatura donde coexisten dos fases en equilibrio. Para este caso se puede plantear la siguiente relación:

$$\frac{dF}{dT} = - \frac{\Delta H^{A-M}}{T_0 \Delta L^{A-M}} \quad (1.1)$$

El cambio de entalpía ΔH^{A-M} representa el calor intercambiado a presión constante durante la transformación completa del volumen de material considerado (calor latente de transformación). Evaluado a la temperatura T_0 donde las dos fases están en equilibrio, está dado por:

$$\Delta H^{A-M} = T_0 \Delta S^{A-M} \quad (1.2)$$

donde ΔS^{A-M} es el cambio de entropía. Wollants et al. [6] establecen que ΔS^{A-M} y ΔH^{A-M} pueden considerarse independientes de la temperatura. Esto es lo que se observa en medidas calorimétricas sobre MMF de NiTi y de base Cu donde las diferencias registradas no son mayores a los errores experimentales [7]. La longitud ΔL^{A-M} solo depende entonces de las relaciones cristalográficas entre las fases y la expresión 2.1 resulta una constante en el rango de temperaturas considerado. A esta constante se la denomina habitualmente coeficiente o pendiente de Clausius-Clapeyron [8]. Cuando se la expresa en términos de las variables normalizadas fuerza por unidad de área (tensión uniaxial de transformación σ^{A-M}) y alargamiento específico (deformación de transformación $\Delta \epsilon^{A-M}$), se obtiene:

$$C^{cc} = \frac{d\sigma^{A-M}}{dT} = - \frac{\Delta h^{A-M}}{T_0 \Delta \epsilon^{A-M}} \quad (1.3)$$

siendo Δh^{A-M} el cambio de entalpía por unidad de volumen y $\Delta \epsilon^{A-M}$ la deformación asociada a la transformación completa. El valor de $\Delta \epsilon^{A-M}$, y en consecuencia el de C^{cc} , dependen de la orientación de los cristales que transforman. En el caso de un alambre policristalino de MMF, los valores de C^{cc} obtenidos experimentalmente reflejan el promedio sobre todos los granos. La expresión 2.3 también puede ser planteada en el caso de la retransformación de la fase martensita a la austenita teniendo en cuenta el cambio de entalpía por unidad de volumen Δh^{M-A} y el alargamiento específico $\Delta \epsilon^{M-A}$. Para aleaciones policristalinas de NiTi los valores de C^{cc} se encuentran entre 6 y 7 MPa/K y en aleaciones de base Cu de 1 a 2,5 MPa/K para la tensión de transformación σ^{A-M} .

La Figura 1.3 muestra resultados experimentales obtenidos por Miyazaki et al. [9] de la relación entre las tensiones críticas de transformación σ^{A-M} (círculos abiertos) y σ^{M-A} (círculos cerrados) con la temperatura para alambres de Ti-50,6 at. % Ni. Puede observarse (indicado con líneas de trazos en la Figura 1.3.) que la relación entre las tensiones de transformación y la temperatura responde a la expresión 2.3 sólo en el rango que va desde los 210 K hasta los 260 K. Por debajo de M_s (190 K) la muestra se encuentra en fase martensita y por lo tanto la relación no se cumple. Por sobre la temperatura de 260 K los autores detectan que el material se deforma plásticamente antes de comenzar la transformación martensítica. Esta temperatura correspondería a la M_D descrita en la Figura 1.2. Analizando las líneas de trazos queda claro que existe una pequeña diferencia en las relaciones de transformación y retransformación como luego fue confirmado por otros autores [5].

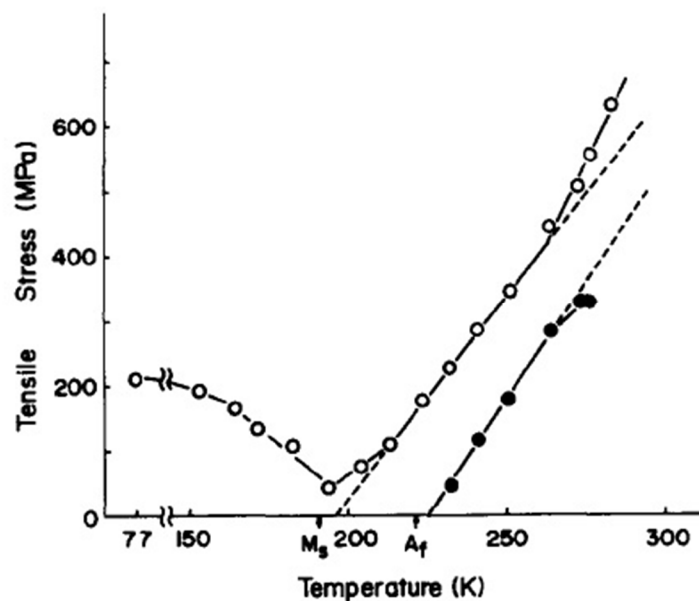


Figura 1.3. Dependencia de las tensiones críticas de transformación y retransformación con la temperatura para alambres de Ti-50,6 at. % Ni. σ^{A-M} (círculos abiertos). σ^{M-A} (círculos cerrados) [9].

La dependencia de las tensiones de transformación con la temperatura permite además entender los efectos del acoplamiento entre la repuesta mecánica que se obtiene

en un ciclo pseudoelástico y los cambios térmicos debido al calor latente de transformación durante la transformación martensítica. Al aumentar la velocidad a la que se induce la transformación este calor tiene un efecto medible: tenderá a aumentar la temperatura durante la transformación y a disminuir la temperatura del material en la retransformación [10] según lo establece la expresión 1.3 y, por lo tanto, en una mayor histéresis.

Una característica importante a considerar sobre la transformación martensítica es que tiene lugar de manera localizada y avanza por medio de frentes o interfases móviles. Esto implica que el material adyacente a una interfase posee condiciones más favorables para la transformación que otras zonas [11,12]. Este fenómeno fue observado experimentalmente en alambres, cintas y tubos de NiTi policristalino [10,13–15]. El carácter localizado de la transformación, manifestado en la propagación de interfases, ha sido comparado históricamente con el mecanismo de formación de bandas de Lüders en la deformación plástica de aceros de bajo carbono [16–18]. Este aspecto será tratado con más detalle en el siguiente capítulo.

1.3 NiTi con memoria de forma

La transformación martensítica en aleaciones de NiTi aparece en el caso de composiciones incluidas en la región señalada como TiNi en el diagrama de fases de la Figura 1.4. Como allí se indica, el rango de composiciones se va estrechando a medida que desciende la temperatura [19]. La fase metaestable que transforma (austenita) se obtiene a temperatura ambiente mediante un tratamiento de solubilizado por encima de los 1123 K (850 °C) y un temple rápido [20]. Esta fase tiene estructura cúbica a la que se denomina B2 y la fase martensítica tiene una estructura monoclinica que se denomina B19'.

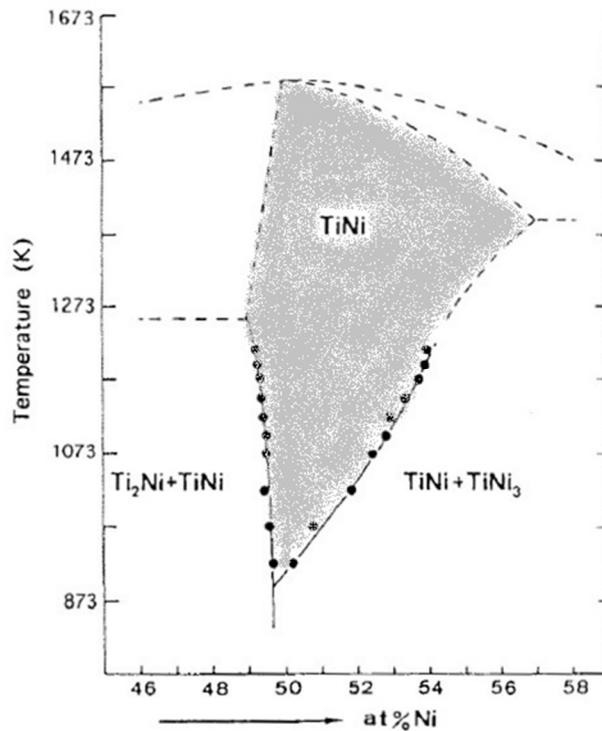


Figura 1.4. Diagrama de fases de NiTi en la zona donde se presentan las propiedades de memoria de forma [19].

En general se observa NiTi sin descomposición de otras fases para una composición entre 50,0 y 50,5 at. % Ni. Estas aleaciones son poco sensibles a los envejecimientos, pero tratamientos termomecánicos (como deformación en frío seguida de recocido) afectan sus propiedades en forma considerable. En cambio, las aleaciones con un contenido de Ni superior al 50,5 at. % Ni son muy sensibles a envejecimientos que producen la precipitación de la fase metaestable Ti_3Ni_4 [20]. Además del efecto sobre las temperaturas de transformación pueden favorecer la aparición de otra fase martensítica romboédrica R que es intermedia entre la fase B2 y la fase B19'. Esta puede ser inducida tanto por enfriamiento como por aplicación de cargas. Las deformaciones máximas asociadas a la transformación $B2 \rightarrow R$ son típicamente del orden del 1 % y las histéresis térmicas y de tensiones involucradas también resultan muy pequeñas (1-2 K, 7-9 MPa) [21]

Las temperaturas características como la M_s son fuertemente dependientes de la composición, lo cual tiene consecuencias prácticas importantes y hace necesario un

control preciso de la composición en la fabricación de las aleaciones. En el NiTi la temperatura M_s puede variar entre -100 y 120 °C en función del contenido de Ni, teniendo las aleaciones más ricas en Ni las menores temperaturas [2].

Una desventaja de las aleaciones con memoria de forma de base NiTi está relacionada con que la deformación plástica se presenta a tensiones bajas luego de un tratamiento de solubilizado. Esto ha generado la búsqueda de alternativas para endurecer al material mediante diversos tratamientos termomecánicos [22]. En el caso de los alambres y cintas comerciales de NiTi, se mejoran las propiedades mecánicas mediante un refinamiento de tamaño de grano. La aplicación sucesiva de etapas de deformación en frío y recocidos intermedios permite la obtención de un tamaño de grano entre 50 y 100 nm. Por último se suele realizar un tratamiento térmico bajo carga denominado *straight annealing* que consiste en un recocido de pocos minutos a temperaturas próximas a 500 °C bajo una tensión de tracción cercana a 50 MPa. Durante esta etapa es donde la aleación adquiere la microestructura responsable de las propiedades mecánicas finales. Para mayores detalles sobre el mismo puede revisarse la bibliografía [23–26]

Debido a la alta dependencia de las temperaturas de transformación con la composición, las aleaciones de NiTi se clasifican según la temperatura A_F . Esta medición se realiza en una condición del material denominada *fully annealed* que consiste en un recocido a 850 °C durante 15 min seguido de un temple de la muestra en agua a temperatura ambiente. Este procedimiento está especificado por la norma ASTM F2005-15 [27]. La empresa Memry del grupo SAES provee una clasificación de las aleaciones utilizando la temperatura A_F como parámetro [25]. Además, para su adquisición se consideran los tratamientos termomecánicos que haya recibido la aleación y su terminación superficial [28].

El NiTi puede adquirirse comercialmente en forma de alambres, barras, cintas, chapas y tubos de diferentes dimensiones [1].

1.4 Aplicaciones de los materiales con memoria de forma.

De todas las aleaciones metálicas con memoria de forma, sin dudas las aleaciones de NiTi son las más utilizadas en la industria en diversos tipos de dispositivos ya que, entre los años 2010 y 2019 el número de patentes de aplicaciones presentadas solo en Estados Unidos fueron del orden de las 22000 [29]. Existe un criterio clásico para clasificar las aplicaciones en cuatro categorías: recuperación libre, recuperación limitada, aquellas que hacen uso del efecto pseudoelástico y los actuadores o dispositivos de producción de trabajo. Una descripción detallada de cada categoría se puede encontrar en [1,2,30].

Se expondrán a continuación algunas de las aplicaciones más modernas y relevantes clasificadas por la industria para la que se han desarrollado.

1.4.1 Aplicaciones en la industria automotriz.

En los vehículos modernos el número de sensores y actuadores ha aumentado enormemente debido a la demanda de autos más seguros, cómodos y de mayor rendimiento. Por ejemplo, los aceleradores electrónicos ofrecen una amplia gama de oportunidades para actuadores de MMF como alternativa a actuadores electromagnéticos en la industria automotriz [31,32].

La mayoría de los componentes de MMF funcionan como actuadores lineales (por ejemplo: retrovisor plegable, aletas de control climático, controles de ajuste y bloqueo) y actuadores térmicos activos (por ejemplo: control de la temperatura del motor, carburación y lubricación del motor) [31,33,34].

La simplicidad mecánica y diseño compacto (posibilidades de miniaturización) de actuadores con MMF reduce la escala, el peso y costo de los componentes de accionamiento, teniendo importantes ventajas de rendimiento en comparación con los actuadores convencionales [1,35,36].

Grandes empresas de la industria automotriz trabajan en el diseño de aplicaciones de MMF en sus productos. Por ejemplo, General Motors (GM) está trabajando con aplicaciones de actuadores con MMF desde mediados de 1990, y hasta el año 2014 ha

obtenido alrededor de 247 patentes. En el año 2013 la séptima generación del Chevrolet Corvette se convirtió en el primer vehículo con un actuador con MMF para accionar la escotilla de ventilación que libera el aire del baúl con el fin de facilitar el cierre de su tapa. Algunas de las futuras aplicaciones son la implementación de un generador eléctrico para producir electricidad aprovechando el calor de los gases de escape y una válvula que varía el flujo de aire en función de las necesidades del motor [36–38].

Otras aplicaciones de MMF que han sido desarrolladas para la industria automotriz son los denominados “*tumble flaps*” que forman parte de un mecanismo para mejorar la combustión controlando la turbulencia del aire [39] y un sistema de protección para peatones para minimizar lesiones en caso de un accidente [40].

La mayoría de estas aplicaciones se cubren con aleaciones de NiTi disponibles comercialmente, ya que las temperaturas de operación del material se encuentran dentro de los límites extremos de temperatura ambiente a las que puede verse expuesto un automóvil. Las aplicaciones de alta temperatura, mayores a las temperaturas máximas de funcionamiento de las aleaciones de NiTi, han despertado gran interés en desarrollar MMF que pueden ser utilizados a temperaturas mayores a los 100 °C, por ejemplo NiTiHf [41]. Además, muchas de ellas requieren un funcionamiento cíclico con lo cual un estudio sistemático de la vida a fatiga es de gran relevancia.

1.4.2 Aplicaciones en la industria aeroespacial.

Debido al éxito de los conectores de MMF para las líneas hidráulicas en los aviones F-14 de combate en la década de 1970 [42], las propiedades únicas de estos materiales han despertado un mayor interés en el diseño de aplicaciones aeroespaciales donde se los somete a altas cargas dinámicas con limitaciones geométricas de espacio [43–45]. Algunos ejemplos de estas aplicaciones son actuadores [1,46], conectores estructurales, amortiguadores de vibraciones, sellos, mecanismos de despliegue [47], estructuras inflables [48], etc.

En la década del 2000 Boeing propuso el uso de chevrones de geometría variable (VGC) en la salida de gases de turbinas para la reducción de ruidos cuyo principio de

funcionamiento se basa en el uso de aleaciones de NiTi con memoria de forma. La primera prueba de este tipo de sistemas se realizó con éxito en el año 2006 en un avión Boeing 777-300ER con motores GE-115B [49,50]. Diez años después, este sistema de reducción de ruidos se ha popularizado en el uso en aviones comerciales de gran alcance como el Boeing 787 *Dreamliner* o aviones de corto/medio alcance como el Boeing 737 MAX.

Las aleaciones con memoria de forma han sido usadas durante mucho tiempo en satélites en mecanismos de despliegue de bajo impacto. Presentan numerosas ventajas para reemplazar a los actuadores pirotécnicos en esta aplicación: margen de carga aceptable, bajo peso, baja energía consumida durante liberación, bajo riesgo de manipulación con respecto a los sistemas pirotécnicos, bajo nivel de shock y vibraciones inducido en la estructura y otros componentes susceptibles, etc [46,47,51].

1.4.3 Aplicaciones biomédicas .

La utilización de MMF en el diseño y fabricación de implantes e instrumental para aplicaciones biomédicas ha tomado gran relevancia en las últimas décadas. Desde los años 70 se utiliza el NiTi con memoria de forma para implantes odontológicos [52] y unos años más tarde los MMF se introdujeron en el ámbito de la cirugía mínimamente invasiva [53]. Las aleaciones de NiTi han mostrado un comportamiento excelente para aplicaciones biomédicas. Sus propiedades más atractivas en esta industria incluyen la resistencia a la corrosión [54], biocompatibilidad [55], sus características físicas únicas que replican las de los tejidos y huesos humanos, y la posibilidad de ser fabricadas para responder a los cambios en la temperatura del cuerpo humano [56]. En la Figura 1.5 se muestra como una aleación de NiTi pseudoelástico puede replicar el comportamiento de tejidos y huesos humanos en comparación con la típica respuesta elástica-lineal de un acero inoxidable.

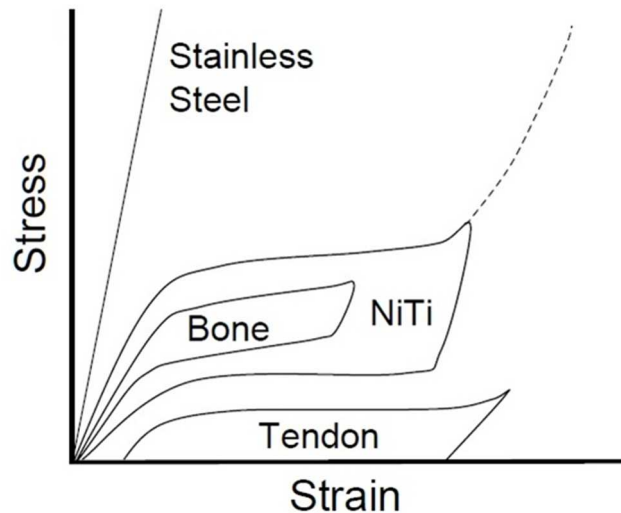


Figura 1.5. Diagrama tensión-deformación de NiTi pseudoelástico, acero inoxidable, hueso y tendones [57].

Las endoprótesis vasculares, conocidas como *stents*, son unas pequeñas mallas metálicas que se introducen dentro de las arterias cuando éstas se estrechan o se bloquean, con el fin de restablecer el flujo sanguíneo. Algunos de los desafíos presentados por las operaciones de colocación de *stents* endovasculares han sido solucionados mediante la utilización de aleaciones de NiTi con memoria de forma. Los *stents* de MMF son mucho más dóciles en las curvas y contornos de los vasos sanguíneos, mientras que los *stents* de acero inoxidable tienden a forzarlos debido a su rigidez. Además, el comportamiento de la histéresis en el efecto pseudoelástico permite resistir el aplastamiento durante el proceso fisiológico y ejercer una pequeña fuerza de recuperación [57]. El primer *stent* de MMF fue realizado por Dotter et al. en 1983 [58] y desde entonces ha evolucionado notablemente (desde la forma sencilla de alambre enrollado a complejas estructuras realizadas por corte por láser), creciendo en el mercado mundial (para el año 2010 casi la mitad de los *stents* fueron fabricados con MMF) [53]. Desde principios de los años 80, las cirugías con catéter se han vuelto cada vez más populares debido a la demanda de tratamiento con cirugías mínimamente invasivas. La aplicación de MMF ha mejorado la capacidad de los catéteres para moverse con precisión con mayores ángulos de flexión, lo que permite una mejora en los diagnósticos y el tratamiento [59–61].

Las nuevas tecnologías de fabricación, como la manufactura aditiva, permiten la producción de implantes de porosidad controlada y geometrías complejas [62]. Mediante el control de la porosidad se pueden sintonizar las características mecánicas de los implantes de modo de adecuar el comportamiento al hueso a reemplazar y disminuir el peso de los mismos. Además la posibilidad de interconectar estos poros ayuda al crecimiento del hueso en ellos [62,63].

1.5 Importancia del fenómeno de fatiga en las aplicaciones del NiTi.

Muchos de los componentes fabricados con NiTi están sometidos a la aplicación de sollicitaciones cíclicas de carga o deformación que generan fenómenos de daño por fatiga. La evolución de este daño definirá la aptitud para el servicio de los componentes, por lo que resulta necesario contar con herramientas predictivas de su comportamiento a fatiga para la estimación de su resistencia o de su vida útil ante este mecanismo.

En el siguiente capítulo se realizará una introducción a los conceptos básicos de fatiga mecánica de metales, de manera de contar con las herramientas necesarias para analizar los resultados y las conclusiones informadas en la bibliografía estudiada. Los conceptos aquí planteados permitirán luego describir la motivación de esta tesis y el planteo de sus objetivos.

1.6 Referencias.

- [1] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Mater. Des.* 56 (2014) 1078–1113. doi:10.1016/j.matdes.2013.11.084.
- [2] T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel, C.M. Wayman, *Engineering aspects of shape memory alloys*, Butterworth-Heinemann, London, 1990.
- [3] E. Patoor, D.C. Lagoudas, P.B. Entchev, L.C. Brinson, X. Gao, Shape memory alloys, Part I: General properties and modeling of single crystals, *Mech. Mater.* 38 (2006) 391–429. doi:10.1016/j.mechmat.2005.05.027.
- [4] M. Sade, *Fatiga y transformación martensítica en monocristales*, Instituto Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo, 1985.
- [5] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, *Zeitschrift Für Met.* 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [6] P. Wollants, J.R. Roos, L. Delaey, Thermally- and stress-induced thermoelastic martensitic transformations in the reference frame of equilibrium thermodynamics, *Prog. Mater. Sci.* 37 (1993) 227–288. doi:10.1016/0079-6425(93)90005-6.
- [7] J.A. Shaw, C.B. Churchill, M.A. Iadicola, Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire: Part 1-Differential Scanning Calorimetry and Basic Phenomena, *Exp. Tech.* 32 (2008) 55–62. doi:10.1111/j.1747-1567.2008.00410.x.
- [8] A. Isalgue, V. Torra, A. Yawny, F.C. Lovey, Metastable effects on martensitic transformation in SMA : PPPart VI. the Clausius-Clapeyron relationship, *J. Therm. Anal. Calorim.* 91 (2008) 991–998. doi:10.1007/s10973-007-8604-8.
- [9] S. Miyazaki, K. Otsuka, Y. Suzuki, Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in a Ti-50.6%Ni alloy, *Scr. Metall.* 15 (1981) 287–292.
- [10] J.A. Shaw, S. Kyriakides, Thermomechanical aspects of NiTi, *J. Mech. Phys. Solids.* 43 (1995) 1243–1281. doi:10.1016/0022-5096(95)00024-D.
- [11] J.A. Shaw, S. Kyriakides, On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy, *Acta Mater.* 45 (1997) 683–700. doi:10.1016/S1359-6454(96)00189-9.
- [12] H. Soul, A. Yawny, Thermomechanical model for evaluation of the superelastic response of NiTi shape memory alloys under dynamic conditions, *Smart Mater. Struct.* 22 (2013). <http://stacks.iop.org/0964-1726/22/i=3/a=035017>.
- [13] Q.P. Sun, Z.Q. Li, Phase transformation in superelastic NiTi polycrystalline micro-tubes under tension and torsion - From localization to homogeneous deformation, *Int. J. Solids Struct.* 39 (2002) 3797–3809. doi:10.1016/S0020-7683(02)00182-8.
- [14] D. Favier, H. Louche, P. Schlosser, L. Orgéas, P. Vacher, L. Debove, Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti–50.8at.% Ni thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields measurements, *Acta Mater.* 55 (2007) 5310–5322. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.05.027>.
- [15] J. Olbricht, A. Yawny, A.M. Condó, F.C. Lovey, G. Eggeler, The influence of temperature on the evolution of functional properties during pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 142–145. doi:10.1016/j.msea.2007.01.182.
- [16] K. O. S. Miyazaki, T. Imai, Y. Suzuki, Luders-like Deformation Observed in the

- Transformation Pseudoelasticity of a Ti-Ni Alloy, *Metall. Scr.* 15 (1981) 853–856.
- [17] G. Tan, Y. Liu, P. Šittner, M. Saunders, Luders-like deformation associated with stress-induced L u martensitic transformation in NiTi, 50 (2004) 193–198. doi:10.1016/j.scriptamat.2003.09.018.
- [18] P. Šittner, Y. Liu, V. Novak, On the origin of Lüders-like deformation of NiTi shape memory alloys, *J. Mech. Phys. Solids.* 53 (2005) 1719–1746. doi:10.1016/j.jmps.2005.03.005.
- [19] G.F. Bastin, G.D. Rieck, Diffusion in the titanium-nickel system: I. occurrence and growth of the various intermetallic compounds, *Metall. Trans.* 5 (1974) 1817–1826. doi:10.1007/BF02644146.
- [20] T. Saburi, Ti-Ni shape memory alloys, in: K. Otsuka, C.M. Wayman (Eds.), *Shape Mem. Mater.*, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998: pp. 49–96.
- [21] K. Otsuka, X. Ren, Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys, *Prog. Mater. Sci.* 50 (2005) 511–678. doi:DOI 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.
- [22] R. Delville, B. Malard, J. Pilch, P. Šittner, D. Schryvers, Microstructure changes during non-conventional heat treatment of thin Ni-Ti wires by pulsed electric current studied by transmission electron microscopy, *Acta Mater.* 58 (2010) 4503–4515. doi:10.1016/j.actamat.2010.04.046.
- [23] A.M. Condó, F.C. Lovey, J. Olbricht, C. Somsen, A. Yawny, Microstructural aspects related to pseudoelastic cycling in ultra fine grained Ni-Ti, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 138–141. doi:10.1016/j.msea.2007.05.106.
- [24] M. Rahim, J. Frenzel, M. Frotscher, B. Heuwer, J. Hiebeler, G. Eggeler, Bending rotation HCF testing of pseudoelastic Ni-Ti shape memory alloys, *Materwiss. Werksttech.* 44 (2013) 633–640. doi:10.1002/mawe.201300118.
- [25] SAES Group, *Memry NiTi Brochure*, [Http://Www.Memry.Com](http://www.Memry.Com). (n.d.).
- [26] K. Otsuka, C.. M. Wayman, *Shape Memory Materials*, 1 st, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998.
- [27] ASTM F2005-05(2015), *Standard Terminology for Nickel-Titanium Shape Memory Alloys*, (2015). doi:10.1520/F2005-05R15.
- [28] H. 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, 2011.
- [29] A. Sellitto, A. Riccio, Overview and future advanced engineering applications for morphing surfaces by Shape Memory Alloy Materials, *Materials (Basel)*. 12 (2019). doi:10.3390/ma12050708.
- [30] D.E. Hodgson, J.W. Brown, *Using Nitinol Alloys*, 2nd ed., Shape Memory Applications, Inc., San José, California, 2000.
- [31] D. Stoeckel, Shape memory actuators for automotive applications, *Mater. Des.* 11 (1991) 302–307.
- [32] F. Butera, Shape memory actuators, *Adv. Mater. Process.* (2008) 37–40. doi:10.1016/0261-3069(91)90088-L.
- [33] D. Stoeckel, F. Tinschert, Temperature Compensation with Thermovaryable Rate Springs in Automatic Transmissions, *SAE Tech. Pap. Ser.* (1991). doi:10.4271/910805.
- [34] W. Predki, B. Bauer, Concept of a start-up clutch with nickel-titanium shape memory alloys, *Forsch. Im Ingenieurwes.* 74 (2010) 41–47. doi:10.1007/s10010-

- 010-0114-3.
- [35] R. Neugebauer, A. Bucht, K. Pagel, J. Jung, Numerical simulation of the activation behavior of thermal shape memory alloys, *Ind. Commer. Appl. Smart Struct. Technol.* 2010. 7645 (2010) 1–12. doi:Artn 76450j\rDoi 10.1117/12.847594.
 - [36] A. Weber, Smart materials have a bright future, *Assem. Mag.* (2010).
 - [37] GM, Chevrolet Debuts Lightweight ‘Smart Material’ on Corvette, *Gen. Mot. News.* (2013).
 - [38] R. Gehm, Smart materials spur additional design possibilities, *Automot. Eng. Int. SAE.* (2007).
 - [39] A. Bellini, M. Colli, E. Dragoni, Mechatronic design of a shape memory alloy actuator for automotive tumble flaps: A case study, *IEEE Trans. Ind. Electron.* 56 (2009) 2644–2656. doi:10.1109/TIE.2009.2019773.
 - [40] J. Strittmatter, P. Gumpel, H. Zhigang, Long-time stability of shape memory actuators for pedestrian safety system, *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 34 (2009) 23–30.
 - [41] H.E. Karaca, E. Acar, H. Tobe, S.M. Saghaian, NiTiHf-based shape memory alloys, *Mater. Sci. Technol.* 30 (2014) 1530–1544. doi:10.1179/1743284714y.0000000598.
 - [42] K.N. Melton, General applications of SMA’s and smart materials, in: K. Otsuka, C.M. Wayman (Eds.), *Shape Mem. Mater.*, Cambridge University Press, 1998: p. 220.
 - [43] J. Van Humbeeck, Non-medical applications of shape memory alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 273–275 (1999) 134–148.
 - [44] L. McDonald Schetky, Shape memory alloy applications in space systems, *Mater. Des.* 12 (1991) 29–32. doi:10.1016/0261-3069(91)90089-M.
 - [45] O.J. Godard, M.Z. Lagoudas, D.C. Lagoudas, Design of Space Systems Using Shape Memory Alloys, (2003) 545–558. doi:10.1117/12.483469.
 - [46] D.J. Hartl, D.C. Lagoudas, Aerospace applications of shape memory alloys, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part G J. Aerosp. Eng.* 221 (2007) 535–552. doi:10.1243/09544100JAERO211.
 - [47] B. Huettl, C.E. Willey, Design and Development of Miniature Mechanisms for Small Spacecraft, in: 14th AIAA/USU Small Satell. Conf., Utah State University Research Foundation, North Logan, UT, USA, 2000: pp. 1–14.
 - [48] F.P.F. Peng, X. Jiang, Y. Hu, A. Ng, Application of Shape Memory Alloy Actuators in Active Shape Control of Inflatable Space Structures, 2005 IEEE Aerosp. Conf. (2005) 1–10. doi:10.1109/AERO.2005.1559577.
 - [49] F. Calkins, G. Butler, Subsonic Jet Noise Reduction Variable Geometry Chevron, in: 42nd AIAA Aerosp. Sci. Meet. Exhib., American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2004. doi:10.2514/6.2004-190.
 - [50] J.H. Mabe, F.T. Calkins, G.W. Butler, Boeing’s variable geometry Chevron, morphing aerostructure for jet noise reduction, in: *Collect. Tech. Pap. - AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Struct. Struct. Dyn. Mater. Conf.*, 2006: pp. 6457–6475. doi:10.2514/6.2006-2142.
 - [51] G.A. Landis, P.P. Jenkins, Dust on Mars: Materials Adherence Experiment results from Mars Pathfinder, *Photovolt. Spec. Conf. 1997.*, Conf. Rec. Twenty-Sixth IEEE. (1997) 865–869. doi:10.1109/PVSC.1997.654224.

- [52] G.B. Kauffman, I. Mayo, The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications, *Chem. Educ.* 2 (1997) 1–21. doi:10.1007/s00897970111a.
- [53] C. Song, History and current situation of shape memory alloys devices for minimally invasive surgery, *Open Med. Devices J.* 2 (2010) 24–31.
- [54] Darel E. Hodgson, M.H. Wu, Robert J. Biermann, “Shape Memory Alloys,” (n.d.).
- [55] D. Mantovani, Shape memory alloys: Properties and biomedical applications, *J. Miner. Met. Mater. Soc.* 52 (2000) 36–44. doi:10.1007/s11837-000-0082-4.
- [56] L.G. Machado, M.A. Savi, Medical applications of shape memory alloys, *Brazilian J. Med. Biol. Res.* 36 (2003) 683–691. doi:http://dx.doi.org/10.1590/S0100-879X2003000600001.
- [57] N.B. Morgan, Medical shape memory alloy applications - The market and its products, *Mater. Sci. Eng. A.* 378 (2004) 16–23. doi:10.1016/j.msea.2003.10.326.
- [58] C.T. Dotter, R.W. Buschmann, M.K. McKinney, J. Rösch, Transluminally expandable nitinol coil stent grafting: preliminary report., *Radiology.* 147 (1983) 259–260. doi:10.1148/radiology.147.1.6828741.
- [59] Y. Haga, M. Esashi, S. Maeda, Bending, torsional and extending active catheter assembled using electroplating, in: *Proc. IEEE Thirteenth. Annu. Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.*, 2000: pp. 181–186. doi:10.1109/MEMSYS.2000.838513.
- [60] Y. Haga, M. Esashi, Small Diameter Active Catheter Using Shape Memory Alloy Coils, *IEEJ Trans. Sensors Micromachines.* 120 (2000) 509–514. doi:10.1541/ieejsmas.120.509.
- [61] G. Lim, K. Park, M. Sugihara, K. Minami, M. Esashi, Future of active catheters, *Sensors Actuators A Phys.* 56 (1996) 113–121. doi:10.1016/0924-4247(96)01279-4.
- [62] M. Elahinia, N. Shayesteh Moghaddam, M. Taheri Andani, A. Amerinatanzi, B.A. Bimber, R.F. Hamilton, Fabrication of NiTi through additive manufacturing: A review, *Prog. Mater. Sci.* 83 (2016) 630–663. doi:10.1016/j.pmatsci.2016.08.001.
- [63] M.H. Elahinia, M. Hashemi, M. Tabesh, S.B. Bhaduri, Manufacturing and processing of NiTi implants: A review, *Prog. Mater. Sci.* 57 (2012) 911–946. doi:10.1016/j.pmatsci.2011.11.001.

Capítulo 2

Fatiga mecánica de NiTi

En este capítulo se realiza en primer lugar una introducción a los aspectos básicos de fatiga mecánica en materiales estructurales. Luego se analizan los resultados y las conclusiones derivadas de la bibliografía disponible sobre fatiga de aleaciones de NiTi superelástico. Los conceptos aquí planteados permiten luego describir la motivación de esta tesis y el planteo de sus objetivos.

2.1 Conceptos básicos de fatiga mecánica en materiales estructurales.

Según la norma ASTM E 1823 [1], fatiga es el proceso del cambio estructural localizado permanente y progresivo que ocurre en un material sujeto a condiciones que producen variaciones temporales de tensiones y deformaciones en algún punto o puntos y que pueden culminar en la aparición de fisuras o en la rotura. En otras palabras, la fatiga es un fenómeno de evolución de daño, consecuencia de la iniciación y la propagación de fisuras debido a la presencia de cargas o deformaciones variables en el tiempo.

A través de la fractura por fatiga se logra explicar la mayoría de las fallas en servicio presentadas por una gran cantidad de estructuras y componentes ingenieriles, ya sea como resultado de la aplicación de cargas mecánicas puras o de su aplicación bajo condiciones de altas temperaturas o en presencia de medios agresivos [2,3].

El proceso completo de fatiga mecánica puede ser dividido en cinco etapas [2–5]: (1) daño cíclico inicial en forma de endurecimiento o ablandamiento cíclico, (2) creación de defectos microscópicos iniciales (iniciación de micro-fisuras), (3) posterior propagación de estos defectos (crecimiento de las micro-fisuras) para dar lugar a fisuras ingenieriles detectables, (4) y la propagación de estas hasta lograr la (5) inestabilidad o falla del componente.

Cuando este proceso tiene lugar en forma completa y sin la influencia de otras variables geométricas, mecánicas o ambientales, podríamos considerarlo como intrínsecamente relacionado con la resistencia a fatiga del material involucrado.

El daño por fatiga mecánica es generalmente cuantificado por el número total de ciclos N necesarios para generar la inestabilidad o fractura final de un componente debido a la aplicación de una historia de carga o deformación específica. Las cinco etapas del proceso total de fatiga se agrupan ingenierilmente en dos etapas fundamentales: una etapa de iniciación de fisuras detectables y de una segunda etapa de su propagación hasta la rotura. A estas etapas se le asignan números de ciclos de carga N_I y N_P , respectivamente, de manera que:

$$N = N_I + N_P \quad (2.1)$$

La transición entre las etapas de iniciación y propagación es de determinación subjetiva y está dada por una longitud de fisura que depende de las áreas de aplicación (salud, energía, aeroespacial, etc). En aplicaciones ingenieriles esta longitud está dada por los umbrales de detección de los ensayos no destructivos (END) utilizados para el relevamiento de fisuras o defectos, que se encuentra en el orden del milímetro [6]

En el diseño a fatiga de componentes estructurales basados en materiales metálicos convencionales se utilizan, en general, datos de probetas ensayadas en laboratorio a amplitud de carga constante. En la Figura 2.1 se exhiben dos ciclos de carga de forma senoidal de amplitud constante donde se detallan los distintos parámetros que los definen. Estos parámetros son la tensión máxima aplicada σ_{max} , la tensión mínima σ_{min} la amplitud de tensión σ_a , la tensión media σ_m y el rango de tensiones $\Delta\sigma$. De la relación de las tensiones (o cargas P) mínimas y máximas aplicadas se define la relación de cargas R como:

$$R = \frac{P_{min}}{P_{max}} = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (2.2)$$

La relación R es muy utilizada para describir el tipo de carga aplicada, junto con el rango de tensiones o la tensión máxima.

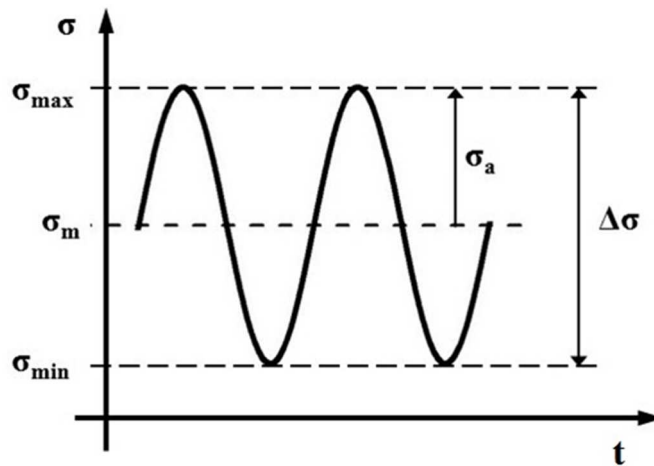


Figura 2.1. Esquema de un ciclado bajo carga de amplitud constante [7].

Los datos obtenidos de ensayos realizados en laboratorio se representan en las denominadas curvas de Wöhler en términos de la amplitud o del rango de tensiones o deformaciones aplicado (curvas σ_a -N y ε_a -N, o $\Delta\sigma$ -N y $\Delta\varepsilon$ -N) y el número de ciclos a la falla N. Estas curvas representan la vida total del material estudiado libre de defectos iniciales. Normas internacionales como la ISO 1099-2017 [8], la ISO 1143-2010 [9] o la ASTM E466 [10] describen el tipo de probetas a utilizar y establecen los métodos de ensayo.

Un ejemplo de este tipo de curvas se ilustra en la Figura 2.2 para un acero con 0,25 % C con una relación de carga $R = -1$ (carga alternante) [11]. Puede observarse también la existencia de un límite de fatiga que representa un nivel de tensión por debajo del cual no se produciría la fractura del componente. Otros materiales, en cambio, no presentan un límite de fatiga tan definido y se suele tomar la amplitud de tensiones correspondiente a una cierta vida (10^7 ciclos, por ejemplo) como equivalente a los fines del diseño [12].

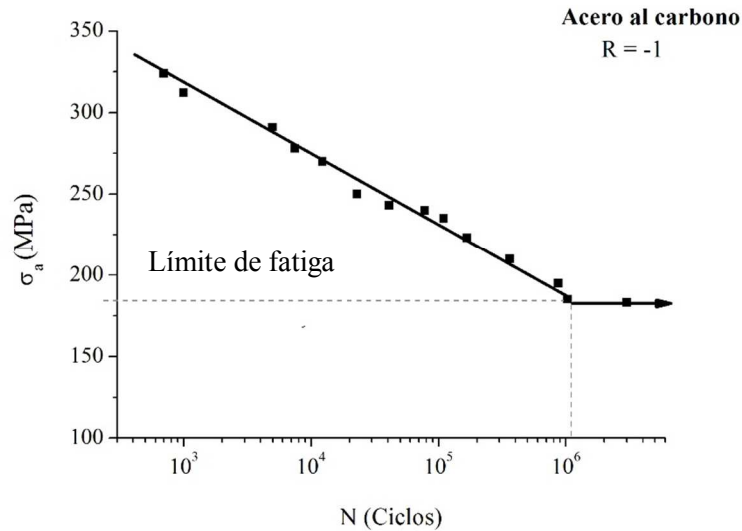


Figura 2.2. Curva de Wöhler para acero al carbono con 0,25 % C [11].

Para tener en cuenta la influencia de distintos factores que afectan la vida a fatiga en condiciones reales se aplican modificaciones a los datos obtenidos de las curvas a través de expresiones empíricas, cuasi-empíricas o teóricas que los contemplan [13]. Algunos de los factores que se consideran son el efecto de la relación de carga R , las concentraciones de tensiones efectivas en entallas (concentradores de tensión), la temperatura, la aplicación de estados tensionales multiaxiales y la utilización del componente en medios corrosivos, entre otros [13].

Para el caso de componentes con defectos introducidos durante el procesamiento, la etapa de iniciación se ve minimizada por la existencia de dichos defectos. Bajo estas circunstancias la integridad del componente estará dada, fundamentalmente, por el número de ciclos N_p asociado a la etapa de propagación.

El análisis a realizar en esta tesis está relacionado con el comportamiento a fatiga intrínseca de alambres de NiTi por lo que solo se contemplan defectos propios del alambre, como inclusiones, u otros defectos menores. En este caso la etapa de iniciación (N_I) de una macro-fisura predomina. Algunos de los conceptos o teorías generalmente utilizadas para metales convencionales son en muchos casos utilizados directamente en el estudio de aleaciones de NiTi, sin contemplar adecuadamente las hipótesis utilizadas para su desarrollo. A lo largo de esta tesis se analizarán algunos modelos y teorías utilizadas en la literatura prestando atención a sus limitaciones.

2.2 Introducción a la fatiga en materiales con memoria de forma.

Existen varios trabajos previos que se han propuesto estudiar la fatiga de las aleaciones con memoria de forma. En todos los casos, debido a la transformación de fase presente y su dependencia de la temperatura, la aplicación de los procedimientos clásicos es dudosa o plantea interrogantes. Como ya se ha expuesto, resulta de gran importancia conocer los mecanismos de daño que aportan a la fatiga y fractura de los MMF, tanto para proteger la integridad mecánica de los dispositivos que los contienen como para profundizar el conocimiento de la aleación que permita diseñar nuevas aplicaciones.

En las aleaciones de NiTi se ha propuesto que existen dos tipos de fenómenos de fatiga [14]. Por un lado la fatiga funcional, que consiste en una disminución de las tensiones críticas de transformación y un aumento de la deformación no reversible durante el ciclado pseudoelástico (ϵ_R). Por otro lado la fatiga estructural, relacionada con las ideas más clásicas de la fatiga donde el daño generado por sollicitaciones cíclicas deriva eventualmente en la falla o fractura del material. A continuación, se describe la clasificación propuesta para estas aleaciones y se exponen las conclusiones más importantes de trabajos previos que los estudiaron.

2.3 Fatiga funcional.

Uno de los primeros trabajos en analizar la evolución de las tensiones críticas de transformación con el ciclado pseudoelástico fue realizado por Miyazaki et al. [15] quienes estudiaron alambres de Ni-Ti policristalino de cuatro composiciones diferentes (Ti-49,8 at. % Ni, Ti-50,5 at. % Ni, Ti-50,6 at. % Ni y Ti-51,6 at. % Ni) con diferentes tratamientos térmicos. Encontraron que la tensión de transformación σ^{A-M} disminuye a medida que aumenta el número de ciclos pseudoelásticos. Trabajos posteriores de los mismos autores mostraron que se produce un aumento de la deformación no reversible y una reducción del área del ciclo de histéresis con el avance del ciclado [16,17]. La reducción de σ^{A-M} fue atribuida a la formación durante el ciclado de defectos que favorecen la transformación martensítica.

Eggeler et al. [14] fueron los primeros en proponer el término fatiga funcional para referirse a un deterioro de las propiedades funcionales del NiTi con memoria de forma sometido a deformaciones cíclicas. La Figura 2.3 muestra la evolución del comportamiento funcional observado por Eggeler et al. [14] a partir de resultados en Yawny et al. [18]. En ella puede observarse claramente la disminución de las tensiones de transformación / retransformación y el aumento de la deformación remanente con el número de ciclos.

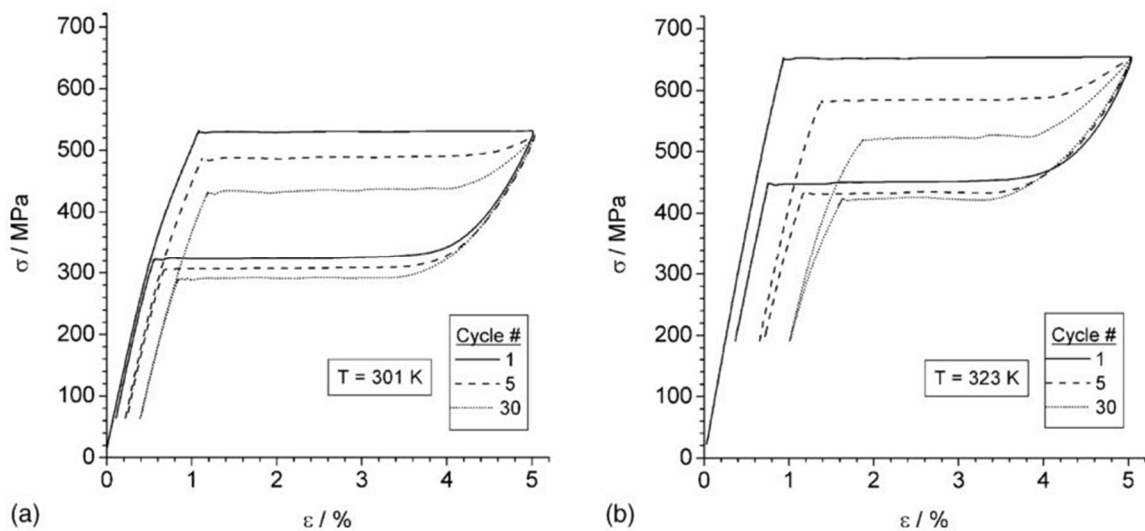


Figura 2.3. Fatiga funcional observada por Eggeler et al. **(a)** Temperatura de ensayo 301 K. **(b)** Temperatura de ensayo 323 K [14].

Yawny et al. [18] investigaron la evolución de las tensiones críticas asociadas al ciclado pseudoelástico de alambres de Ti-50,9 at. % Ni con tamaño de grano ultrafino (40-50 nm) bajo condiciones de carga de tracción uniaxial luego de 30 ciclos. También analizaron el comportamiento de la deformación remanente luego del ciclado pseudoelástico observando una proporcionalidad entre la amplitud de deformaciones aplicadas y la cantidad de deformación no recuperable. En la Figura 2.4 se pueden observar las evoluciones de las deformaciones remanentes para dos ciclados con deformaciones máximas $\varepsilon_{\max} = 2\%$ y $\varepsilon_{\max} = 5\%$.

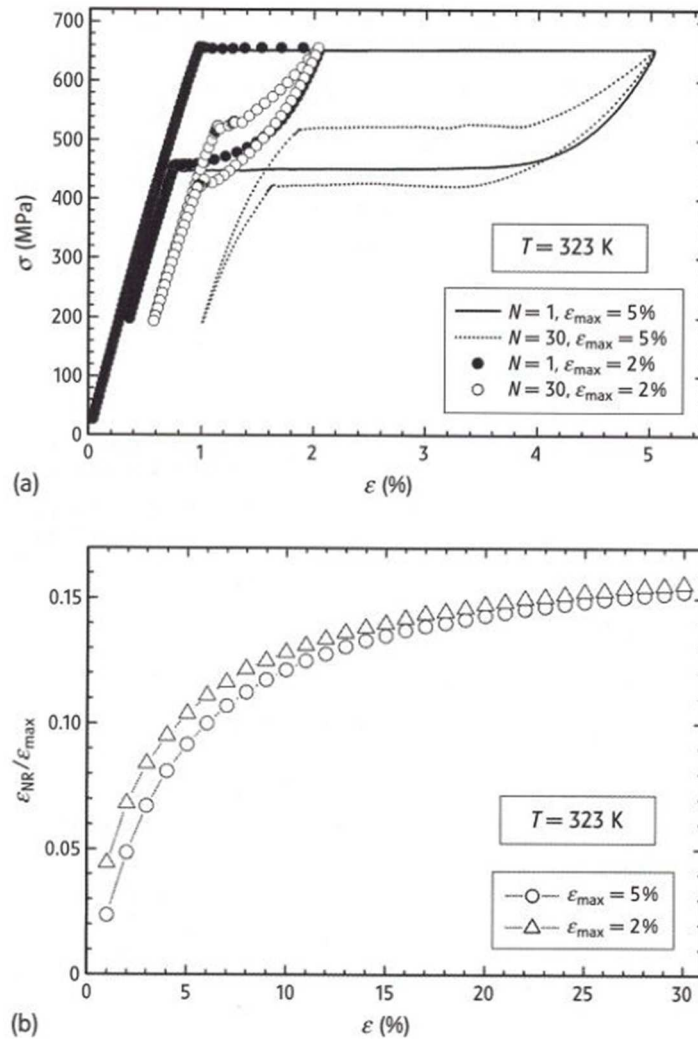


Figura 2.4. Efecto de la deformación máxima en el comportamiento a la fatiga pseudoelástica [18].

Además, propusieron un modelo donde la energía invertida en la formación de dislocaciones promueve la transformación, impide la retransformación y estabiliza la fase martensítica inducida por tensión acumulando deformación irreversible. Este modelo explica los efectos de fatiga funcional y fue confirmado con un análisis microestructural por microscopía electrónica de transmisión (TEM) [19].

Olbricht et al. [20] estudiaron el efecto de la temperatura en la fatiga funcional sobre el mismo material estudiado en [18]. Los efectos observados del ciclado sobre las propiedades funcionales fueron similares a los obtenidos en estudios previos: una disminución de σ^{A-M} y del ancho de histéresis y un aumento de la deformación

irreversible con el número de ciclos. Asimismo, concluyeron que estas consecuencias son más pronunciadas al aumentar la temperatura de los ensayos y que las mejores propiedades pseudoelásticas se encuentran entre los 10 °C y los 80 °C.

Sedmák et al. [21] analizaron la inestabilidad del ciclo pseudoelástico en alambres de Ti-50,8 at. % Ni con diferentes tamaños de grano que varían desde los 20 nm hasta los 1000 nm. Realizaron ensayos de ciclado bajo condiciones de carga de tracción uniaxial y analizaron mediante técnicas de TEM y difracción in situ de rayos X de luz sincrotrón la acumulación de daño plástico durante el ciclado pseudoelástico. Concluyeron que la fatiga funcional estaría relacionada con la acumulación incremental de deformación plástica acompañada por martensita transformada bajo carga teniendo en cuenta las restricciones de un ambiente policristalino. Estos resultados concuerdan con lo propuesto en [18].

Otros investigadores estudiaron la degradación de las propiedades funcionales poniendo atención en la habilidad del material para absorber energía asociada al ciclo de histéresis [22]. En todos los casos se evidenciaron dos comportamientos comunes. En primer lugar, se reduce el área del ciclo de histéresis con el aumento de la cantidad de ciclos. En segundo lugar, la respuesta tensión - deformación del material parecería indicar que el comportamiento se estabiliza luego de una cantidad de ciclos cercana a los 100-150 [14,15]. Desde un punto de vista funcional, esto implicaría que se puede obtener un comportamiento más estable del NiTi luego de un entrenamiento cíclico. Cambios similares se observaron para aleaciones de NiTi que se encuentran en estado martensítico a temperatura ambiente [23,24] y en estado mixto [17]. En forma análoga a los ensayos uniaxiales, el NiTi sometido a ensayos de corte también responde con una disminución del área del ciclo de histéresis en los primeros ciclos [25].

Otro aspecto a tener en cuenta en la fatiga funcional en NiTi es la influencia del carácter localizado de la transformación martensítica. La Figura 2.5 muestra resultados publicados por Olbricht et al. [26], donde puede observarse un ciclado pseudoelástico realizado en dos etapas de cantidad de deformación diferentes. En la primera etapa (Figura 2.5.a) se cicla 120 veces hasta una $\epsilon_{CH} = 4\%$, es decir, se induce la

transformación por tensión aplicada en un volumen reducido de la probeta. Cuando se aumenta la cantidad de deformación en ciclos subsiguientes (Figura 2.5.b), hasta un $\varepsilon_{CH} = 8 \%$ e involucrando un volumen de probeta mayor, el volumen de la probeta que no había transformado en los primeros ciclos presenta las propiedades funcionales de una muestra virgen. Los autores concluyen que, suponiendo que el patrón de localización no cambie durante el ciclado, el volumen transformado siempre estará sometido al número total de transformaciones y sus deformaciones correspondientes, y el resto de la muestra permanecerá sin ser afectada [26].

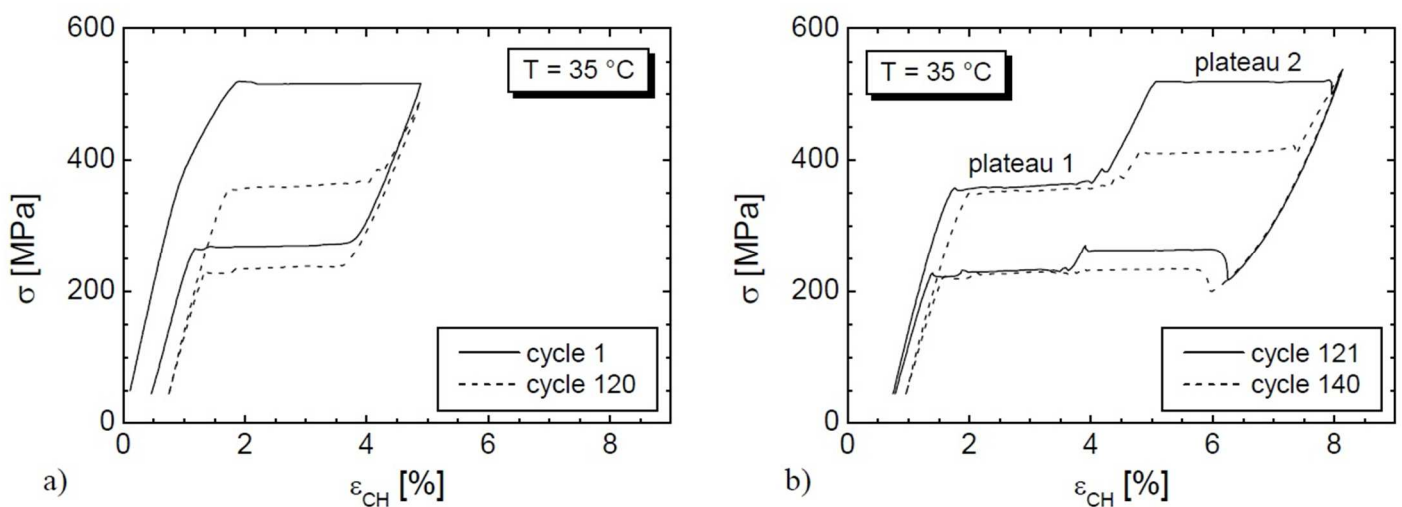


Figura 2.5. Efecto de la localización en la fatiga funcional del NiTi [26].

Es importante aclarar que en todos los trabajos informados anteriormente en esta sección se utilizaron velocidades de deformación suficientemente bajas de manera de minimizar los efectos térmicos asociados al calor latente de transformación.

Tyc et al. [27] investigaron la evolución de las tensiones críticas hasta la rotura asociadas al ciclado pseudoelástico de alambres de Ti-50,9 at. % Ni tratados térmicamente bajo condiciones de carga de tracción uniaxial. Los ensayos fueron realizados a una velocidad de deformación de $0,01 \text{ s}^{-1}$. Debido a que esta velocidad afecta térmicamente el comportamiento pseudoelástico realizaron ciclos testigo a una velocidad de $0,001 \text{ s}^{-1}$ donde midieron la evolución de las tensiones de transformación [28]. En la Figura 2.5 se puede observar la evolución de las tensiones críticas de transformación a una temperatura de ensayo de 20 °C .

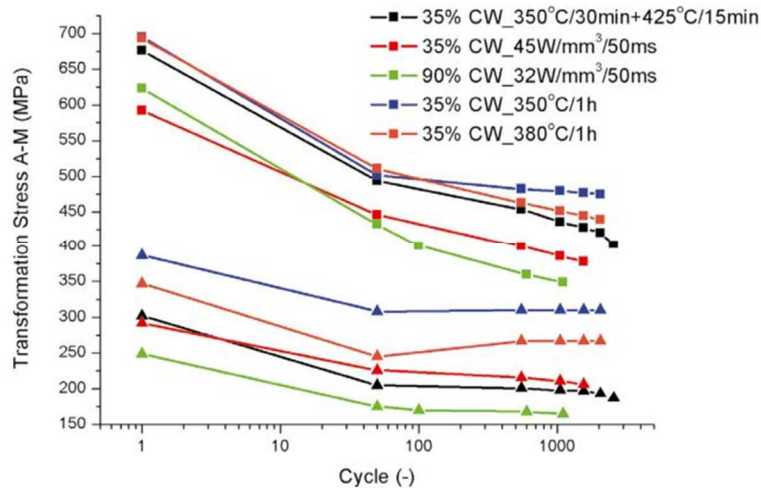


Figura 2.6. Evolución de tensiones críticas de transformación hasta la rotura [27].

Aunque este trabajo representa un avance importante en la comprensión de la fatiga funcional de las muestras no queda claro en qué zona de las mismas se produce la rotura. Además, el uso de altas velocidades de deformación no permite clarificar el efecto del frente de transformación en la vida a fatiga de las muestras ensayadas. Siguiendo en esta línea de trabajo Tyc et al. [29] analizaron el efecto de la temperatura en la fatiga de alambres de Ti-50,9 at. % Ni con tamaño de grano del orden de los 100-200 nm. Como resultado llegaron a la conclusión de que la temperatura de ensayo afecta el comportamiento pseudoelástico y que la acumulación de deformación remanente hasta la rotura podría ser utilizada como predicción del daño acumulado por el ciclado. Nuevamente al realizar los ensayos a altas velocidades de deformación no queda claro el comportamiento del número de frentes de transformación y tampoco dónde se produce la rotura de las muestras. En el Capítulo 4 se realizó un análisis con profundidad de los fenómenos de fatiga funcional.

2.4 Fatiga estructural.

El concepto de fatiga estructural se utiliza para referirse al mecanismo de daño propiamente dicho, responsable de la iniciación y propagación de fisuras que lleva a la rotura del componente analizado.

El estudio del comportamiento a la fatiga de materiales ingenieriles pueden realizarse utilizando ensayos controlados por carga o por desplazamiento [30]. En esta sección se presentarán los trabajos más relevantes que sirven de antecedentes a esta tesis, clasificados por el tipo de control adoptado.

2.4.1 Fatiga debido a ciclos controlados por carga / tensión.

Los ensayos controlados por carga son ampliamente usados para analizar la fatiga de materiales metálicos convencionales. Las aleaciones superelásticas de NiTi se utilizan en aplicaciones con control de carga como válvulas o actuadores [31].

Melton y Mercier [24] presentaron curvas de Wöhler a partir de ensayos tracción-compresión para seis composiciones de Ni-Ti policristalino. Los ensayos se realizaron a una temperatura de 20 °C bajo régimen de cargas $R = -1$. Concluyen que el límite de fatiga depende de la M_S y fueron los primeros en aplicar el modelo de Coffin-Manson [30] para el análisis de la resistencia a fatiga de bajo número de ciclos observada al ensayar al NiTi en condiciones de comportamiento pseudoelástico. En el Capítulo 6 se desarrolla un análisis de este modelo. Este trabajo es la primer referencia histórica de un estudio de fatiga en NiTi pero utilizando criterios tradicionales aplicados a metales elastoplásticos.

Moumni et al. [32,33] sometieron probetas cilíndricas de NiTi policristalino a ensayos de cargas axiales a $R = 0, 0,2$ y -1 a una frecuencia de 0,3 Hz y una temperatura de 50 °C. El NiTi analizado poseía un tamaño de grano de 60-70 μm y una $A_F = 42$ °C. Controlaron los ensayos por tensión y mantuvieron constante la amplitud (σ_a). Como se puede observar en la Figura 2.7 propusieron que la vida a fatiga puede ser presentada en forma lineal en una escala semi-logarítmica. Avanzaron con la propuesta de un método energético para predecir la rotura por fatiga pero utilizaron principios del ciclado plástico de materiales clásicos, lo que constituye un error conceptual, ya que en el ciclado pseudoelástico no existe deformación plástica o al menos es mínima. Además, no tuvieron en cuenta los efectos de la velocidad sobre los datos obtenidos.

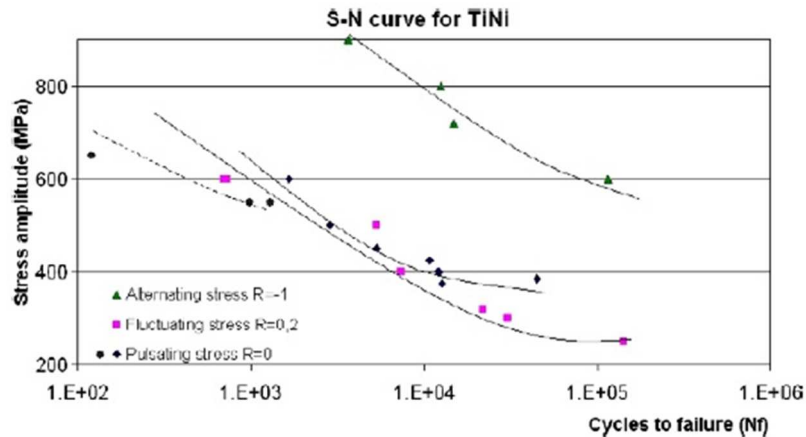


Figura 2.7. Curvas de Wöhler para distintos R obtenidas por Moumni et al. [32].

Si bien los ajustes son posibles no resulta claro si el comportamiento pseudoelástico cíclico es realmente contemplado por este modelo.

En el año 2018, de Oliveira Ramos et al. [34] estudiaron la vida a fatiga en alambres de NiTi ($A_F = 21$ °C) mediante ensayos de carga axial a tensiones máximas de 500, 600, 700 y 800 MPa a frecuencias de 1, 2 y 3 Hz y una temperatura de 25 °C. El material analizado se utiliza en ortodoncia. Con los cuatro niveles máximos de tensión se propusieron ensayar a los alambres en fase austenita (500 MPa), en fase martensita parcialmente transformada (600 MPa) y en fase martensita (700 y 800 MPa). Aunque realizaron un análisis de los efectos térmicos en el comportamiento pseudoelástico debido a la velocidad de transformación, decidieron utilizar la frecuencia de ensayo como una variable más de ensayo que afectaría la vida a fatiga. De los resultados obtenidos concluyeron que la vida a fatiga se vería afectada mayormente por la tensión máxima aplicada más que por la frecuencia de ciclado.

2.4.2 Fatiga debido a ciclos controlados por desplazamiento / deformación.

Las propiedades superelásticas del NiTi implican que el material puede tolerar una gran deformación recuperable a un nivel de tensión casi constante (plateau de transformación / retransformación). Por lo tanto, la relación tensión - deformación es lineal para un rango muy pequeño comparado con la deformación recuperable total. Estos son algunos de los motivos fundamentales de por qué la mayoría de los estudios de fatiga

de NiTi y otros MMF están basados en curvas de vida a fatiga en función de la deformación nominal aplicada (Curvas ϵ -N). De hecho, los primeros estudios de fatiga en NiTi reportaron una correlación entre el número de ciclos a la fatiga y la amplitud de deformación [24,35].

En la bibliografía se pueden encontrar resultados obtenidos de ensayos de fatiga axial [36,37] pero en el caso de alambres se ha utilizado ampliamente el ensayo flexo-rotativo que aplica solicitaciones alternantes con control de deformación. La ventaja que posee es que no requiere de equipamiento complejo. La Figura 2.8 muestra dos configuraciones típicas de este tipo de ensayo. En la configuración de la Figura 2.8.a el alambre es rotado mediante un motor eléctrico y la deformación se impone mediante un cojinete. En este caso el alambre toma una ligera curvatura elíptica que puede llevar a pequeños errores en el cálculo de la deformación aplicada [38]. Para evitar esta desviación varios autores propusieron utilizar un mandril calibrado de material de baja fricción para guiar el alambre, como se puede observar esquemáticamente en la Figura 2.8.b.

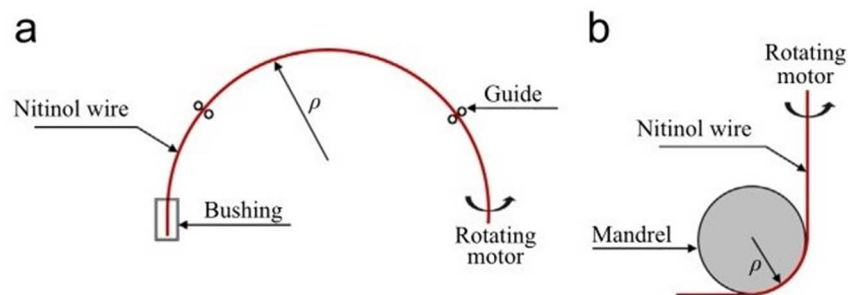


Figura 2.8. Configuración de ensayos flexo-rotativos en alambres de NiTi. (a) Sistema de cojinete. (b) Sistema de mandril [39].

Miyazaki et al. [40] estudiaron por flexo-rotación la influencia de la deformación nominal aplicada sobre la vida a fatiga en Ti-50 at. % Ni a diferentes temperaturas. Es necesario aclarar que la temperatura de ensayo define si el material posee inicialmente fase austenítica o martensítica. La Figura 2.9 muestra los resultados obtenidos. Puede observarse que para temperaturas superiores a A_F y amplitudes de deformación (ϵ_a) superiores al 0,7 % existe una relación inversa entre la temperatura de ensayo y la vida a

fatiga. Por lo tanto, a medida que la temperatura de ensayo decrece, la resistencia a la fatiga aumenta para el NiTi superelástico. Además, se puede observar que para aproximadamente 10^5 ciclos las curvas convergen, lo que indicaría una insensibilidad a la temperatura en el régimen de fatiga de altos ciclos.

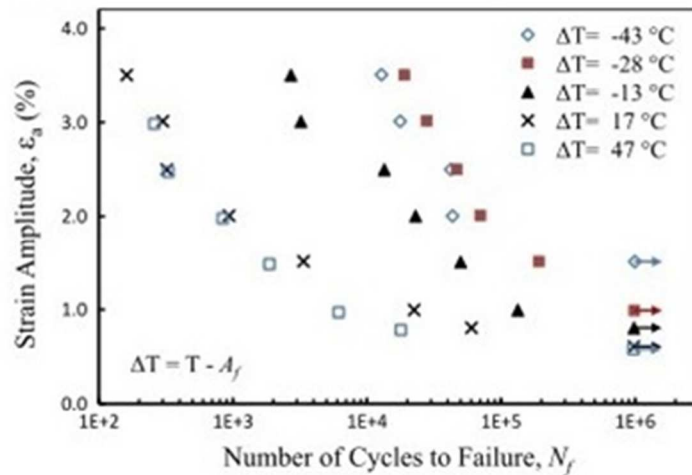


Figura 2.9. Vida a fatiga evaluada por flexo-rotación [40].

Vale la pena mencionar que algunos estudios han sugerido un límite a la fatiga bajo régimen de alto número de ciclos para curvas ϵ - N en aleaciones de NiTi [14,41]. Sin embargo ninguno de los trabajos mencionados tiene en cuenta la velocidad de aplicación de la carga ya que los ensayos se realizan a altas velocidades de rotación. Tampoco tienen en cuenta el efecto localizado de la transformación ya que con estos métodos de ensayo no se puede asegurar en qué zona del material se produce la transformación martensítica.

Algunos investigadores como Tobushi et al. [42] buscaron aplicar la relación de Coffin-Manson (C-M), usada frecuentemente en el tratamiento de la fatiga de bajo número de ciclos de materiales convencionales, para modelar el comportamiento a la fatiga controlada por deformación en NiTi. En la Figura 2.10 se ilustran los resultados obtenidos mediante flexo-rotación en alambres de Ti-44,7 at. % Ni a diferentes temperaturas [42]. A partir de estos resultados, los autores indicaron una mayor vida a fatiga del NiTi en estado martensítico inducido por temperatura que en el estado

superelástico. Además, presentaron una relación lineal en gráficos log-log entre la amplitud de deformación aplicada (ϵ_a) y la cantidad de ciclos hasta la falla (N_f) para amplitudes menores a 4,8 % [42]. Estos datos fueron expresados en una función exponencial del tipo:

$$\epsilon_a = \alpha (N)^{-\beta} \quad (2.3)$$

donde α es el coeficiente de deformación cíclica y β es el exponente de deformación. De la regresión, los autores obtuvieron el exponente $\beta = 0,235$ que es un valor menor a aquellos típicos exponentes para otros metales. Por ejemplo, para aceros de alta resistencia $\beta = 0,6$ [30].

Sin embargo, esta comparación puede no ser apropiada ya que la relación C-M original fue propuesta para casos de ciclado con deformación plástica y en este caso se está estudiando un comportamiento pseudoelástico.

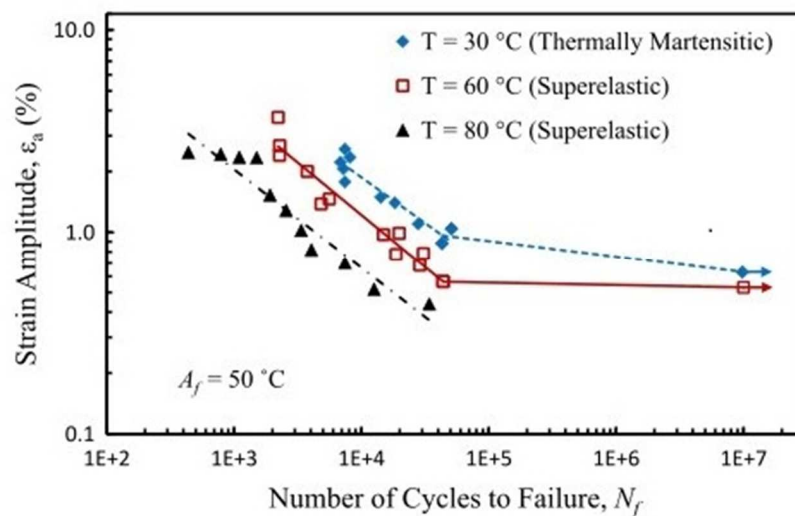


Figura 2.10. Vida a fatiga por deformación ajustada a rectas tipo Coffin-Manson [42].

En otro estudio, Kollerov et al. [43] consideraron modelar mediante Coffin-Manson el comportamiento a fatiga de NiTi para bajo número de ciclos. Luego de ensayar distintas composiciones bajo flexo-rotación propusieron una expresión modificada para niveles de deformación mayores al 2 % como función de la máxima

deformación recuperable. Sin embargo, no encontraron una relación entre la resistencia a la fatiga de alto número de ciclos y la máxima deformación recuperable.

Otros autores como Maletta et al. [36] también intentaron usar el modelo de C-M para caracterizar la vida a fatiga pero en el caso de ensayos de carga axial. Propusieron un método de ensayo mediante el uso de probetas planas y mecanizadas en forma hueso. Las amplitudes de deformación fueron seleccionadas de tal manera que se formase martensita inducida por carga axial y por lo tanto solo consideraron el modelo de C-M para el NiTi en estado martensítico inducido bajo carga. Por lo tanto, las ecuaciones podrían no ser aplicables al NiTi en austenita o en fase martensita inducida térmicamente. Utilizando el método de ensayo propuesto en [36], Sgambitterra et al. [37] usaron la técnica de correlación digital de imágenes (DIC) para medir la deformación local en la zona adelgazada de la probeta de forma hueso. Trataron de buscar una relación entre la vida a fatiga y la deformación local pero no explicaron el efecto de la presencia de múltiples frentes de transformación debido a la velocidad de ensayo utilizada (frecuencia de ensayo = 0,5 Hz) como se puede observar en la Figura 2.11.

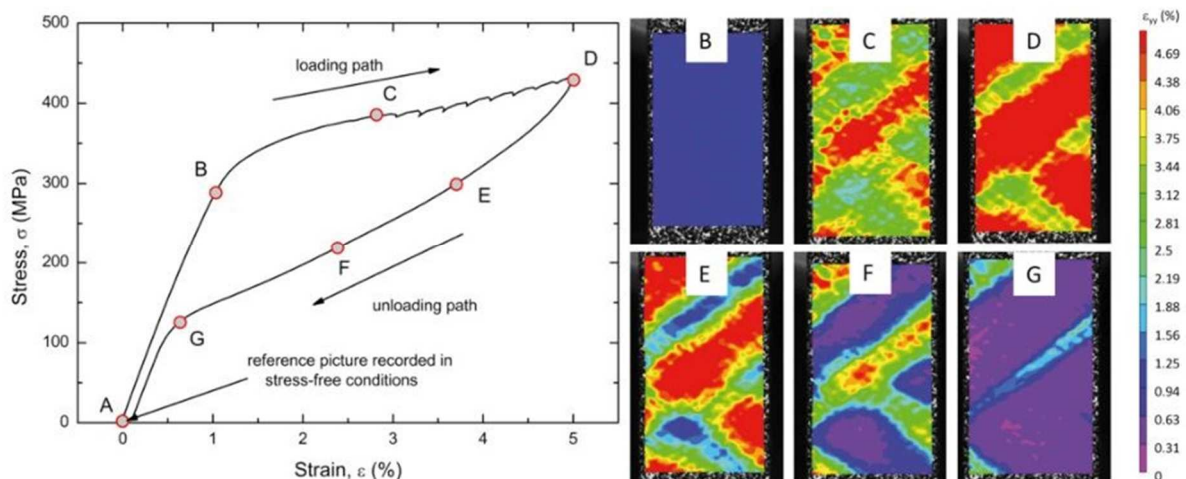


Figura 2.11. a) Curva tensión – deformación de un ciclo de carga para $\varepsilon_{max}=5\%$.
b) Distribución de deformaciones medida mediante DIC [37].

A pesar de las numerosas publicaciones que analizan los resultados de la vida a fatiga y su relación con la deformación nominal aplicada utilizando modelos del tipo Coffin-Manson, se debe enfatizar que este procedimiento solo permite describir los

resultados (ajuste de curvas), ya que no se ha demostrado que el fenómeno de daño estudiado en NiTi responda a las hipótesis y bases fundamentales del modelo. Este tema se analiza con mayor profundidad en el Capítulo 6.

El uso de nuevas tecnologías de fabricación como la manufactura aditiva han cobrado gran relevancia en los procesos de fabricación de piezas para distintas aplicaciones. Por lo tanto, autores como Bagheri et al. [44] han comenzado a realizar estudios de vida a fatiga en piezas de NiTi fabricadas por técnicas de manufactura aditiva. En este caso utilizaron una aleación de NiTi y compararon los resultados con el material base. Aunque utilizaron altas velocidades de deformación este trabajo resulta interesante ya que analiza el efecto de las fallas de fabricación por el propio método aditivo y analizaron el posible uso de tratamientos térmicos. Este tipo de análisis se centra en la posible aplicación del proceso mostrando la importancia que va alcanzando este método de fabricación en la producción de piezas a nivel industrial y la importancia de proponer métodos de ensayo que puedan caracterizar de forma correcta el efecto de la transformación martensítica en la vida a fatiga.

2.4.3 Influencia de la tensión / deformación media en la vida a fatiga.

En muchas aplicaciones las aleaciones de NiTi pueden estar sometidas a tensiones o deformaciones medias durante la vida de un componente. Por ejemplo, en dispositivos médicos como un *stent* endovascular. Durante su implantación en el cuerpo, los dispositivos de NiTi son ligeramente más grandes respecto de su ubicación anatómica. Este ajuste produce una sollicitación constante a una deformación media con amplitudes bajas. Los movimientos fisiológicos del ciclo de sístole-diástole y movimientos musculoesqueléticos proveen la amplitud de deformación como se ilustra en la Figura 2.12 [45].

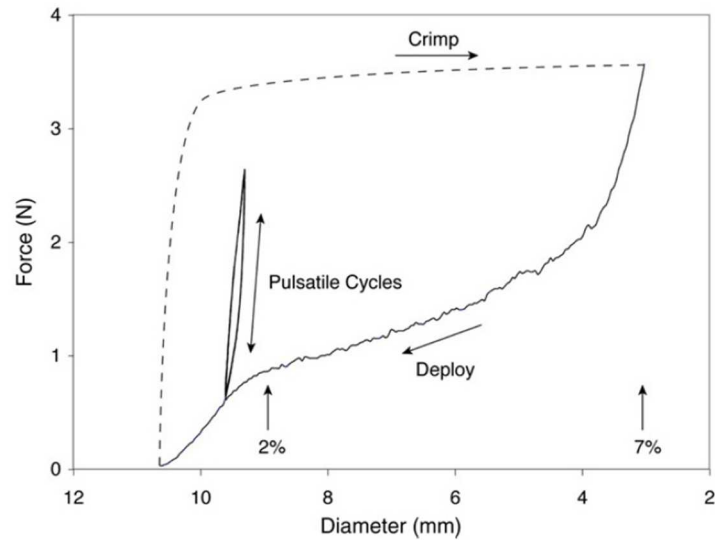


Figura 2.12. Diagrama fuerza-desplazamiento de las tensiones pulsantes a las que se ven sometidos los stents. Valores aproximados de deformación se muestran a modo comparativo [45].

El análisis de este tipo de solicitaciones y del efecto de tensiones / deformaciones medias sobre la vida a fatiga en NiTi ha dado lugar a numerosas publicaciones. La mayoría no proveen una explicación completa y definitiva sobre la mecánica microestructural que pueda ser usada para predecir el comportamiento de dispositivos médicos modernos que usan NiTi termo-mecánicamente procesado. En un intento de abordar este problema Pelton [46] condujo una investigación utilizando TEM en muestras superelásticas fatigadas de Ti-49,2 at. % Ni. En la Figura 2.13.a se observan las curvas del ciclado de material con un procesamiento optimizado (recocido a 500 °C por 10 min) típico en la fabricación de dispositivos médicos de NiTi. La micrografía de estas muestras se encuentra en la Figura 2.13.b Las observaciones mostraron que la microestructura no experimenta cambios visibles con la evolución del ciclado. Concluyeron que la combinación de trabajo en frío y tratamientos de envejecimiento mejoran la estabilidad cíclica. Sin embargo, estos estudios se concentran en material sometido a pocos ciclos, lo que debe ser considerado al intentar generalizar resultados.

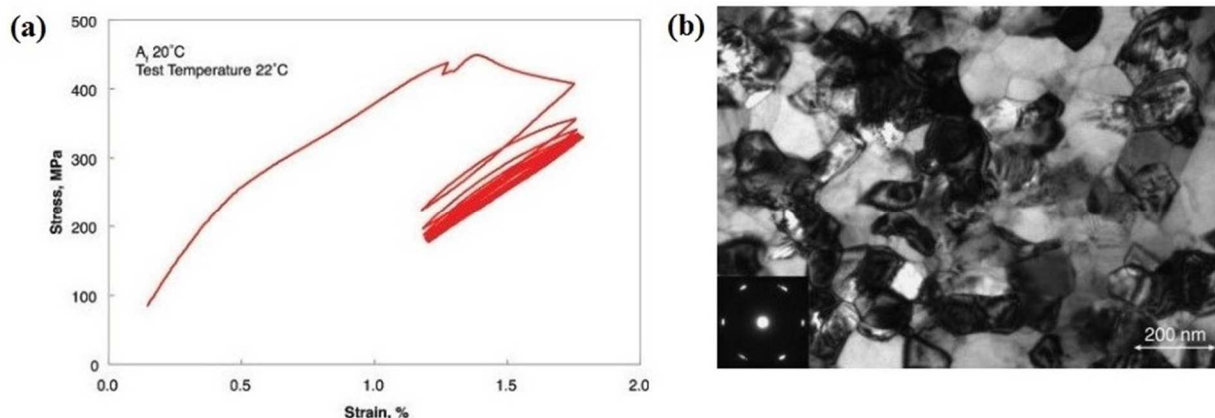


Figura 2.13. (a) *Curvas tensión - deformación de NiTi termo mecánicamente procesado.* (b) *Micrografía de muestra de NiTi termo mecánicamente procesado luego de 10 ciclos [46].*

Tabanlı et al. [47] fueron los primeros en observar un comportamiento a la fatiga no tradicional en microtubos de NiTi superelástico. Los ensayos fueron realizados a carga uniaxial a una frecuencia de 20Hz y a temperatura ambiente. Se seleccionaron cinco condiciones de deformación media y amplitud de deformación (Ver Tabla 2.1). Los autores concluyeron que los modelos típicos de Goodman y Soderberg para un diagrama de vida constante no son válidos para el NiTi ya que no observaron un descenso en la vida a fatiga al aumentar la deformación media. También es interesante que en ningún caso alcanzó 10^6 ciclos de vida. Sin embargo, no se tienen en cuenta efectos térmicos de la alta velocidad, la posible formación de varios frentes de transformación, ni la interacción con las mordazas. A pesar de esto, estos trabajos se utilizan frecuentemente como la referencia más importante en el estudio del efecto de la deformación media sobre la fatiga en NiTi.

Tabla 2.1 – Efecto de la deformación media sobre la fatiga en NiTi [47]

Mean strain/%	Strain amplitude/%	Cycles to fracture	Condition
0.25	0.21	185 000	Linear-elastic austenite
0.36	0.20	97 000	Linear-elastic austenite
2.12	0.24	10 900	Superelastic (loading plateau)
2.0*	0.22	24 340	Superelastic (unloading plateau)
9.3	0.22	82 650	Deformed martensite

*Specimen was prestrained to 9.5% strain and then unloaded to 2.0% before cycling to simulate conditions involving the implantation of a Nitinol medical device.

Con el objetivo de investigar específicamente la fatiga del NiTi en componentes de *stents* endovasculares algunos autores propusieron la utilización de probetas de formas especiales [48,49]. Estos estudios utilizan usualmente análisis por elementos finitos no lineales para convertir los desplazamientos globales del *stent* a deformaciones locales [50]. En la Figura 2.14 se puede observar la probeta de forma de “diamante” presentada por Pelton et al. [45], la que se destaca dentro de las probetas de formas especiales antes nombradas.



Figura 2.14. *Probeta de NiTi con forma de diamante fabricada a partir de un micro-tubo por mecanizado láser [45].*

En la Figura 2.15 se muestran los resultados de los ensayos realizados en [45].

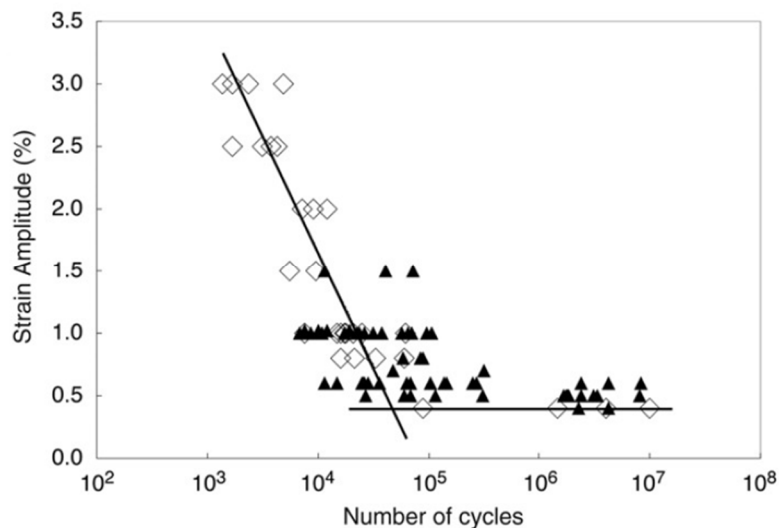


Figura 2.15. *Amplitud de deformación vs. vida a fatiga por deformación. Datos de ciclados con deformaciones medias iguales y distintas de cero están superpuestos [45].*

Las muestras fueron primero sometidas a una pre-deformación en compresión del 5 %, con lo cual el ciclado se realizó en la descarga de la curva tensión - deformación. Existe una gran dispersión en los datos de cantidad de ciclos especialmente para bajos valores de amplitud, como muestra la Figura 2.15.

Estos estudios concluyeron que la vida a fatiga para el NiTi superelástico está controlada por la amplitud de deformación más que por la deformación media. Esta información ha sido utilizada para predecir la integridad de *stents* endovasculares. Desde un punto de vista médico, la ventaja de este tipo de probeta de fatiga es que los subcomponentes se procesan exactamente como los usados en los dispositivos médicos. Pero desde el punto de vista ingenieril estos resultados no aportan datos sobre la resistencia intrínseca a la fatiga del material ya que utilizan una configuración particular con estados tensionales complejos, lo que los vuelve imposibles de generalizar.

Catoor et al. [51] decidieron estudiar la vida a fatiga del NiTi en componentes de *stents* endovasculares mediante el uso de probetas tipo hueso de forma de obtener tensiones y deformaciones menos complejos a lo propuesto en [45]. En la Figura 2.16.a se pueden observar las dimensiones en milímetros de las probetas utilizadas. En la Figura 2.16.b se pueden observar los dos tipos de ensayos realizados bajo condiciones de carga uniaxial en los cuales las muestras fueron primero sometidas a una pre-deformación en tracción del 6 %. Por lo tanto, el ciclado se realizó en la zona de descarga de la curva tensión - deformación. Esto significa que en todo momento se mantuvo un núcleo de martensita transformada.

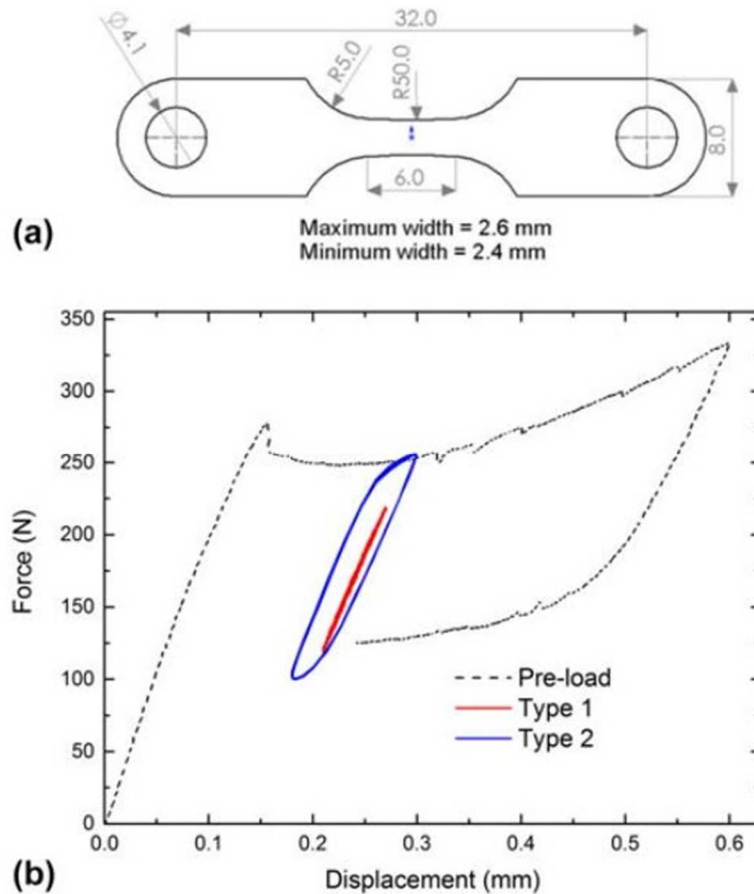


Figura 2.16. (a) Dimensiones en milímetros de las probetas utilizadas. (b) Diagrama de fuerza-desplazamiento de los ensayos realizados [51].

Primero realizaron una serie de ensayos de carga cíclica para analizar los efectos de la velocidad en comportamiento tensión - deformación de las muestras mediante técnicas de correlación digital de imágenes (DIC). Los ensayos Tipo 1, con una amplitud de desplazamiento de 30 μm , fueron realizados de manera de evitar el movimiento de frentes de transformación. Los ensayos Tipo 2, con una amplitud de desplazamiento de 60 μm , fueron realizados de manera de generar el movimiento de frentes de transformación. Utilizaron frecuencias de ciclado de 0,004 Hz, 1 Hz y 40 Hz. El análisis mediante DIC demostró que en el caso de los Tipo 1 la amplitud de deformación aplicada es constante en toda la probeta mientras que en los Tipo 2 la deformación se concentra en las zonas de transición donde se produce el movimiento de frentes. También, concluyeron que la frecuencia afectaría la cantidad de material transformado y el

comportamiento tensión - deformación debido a los efectos térmicos de la transformación martensítica a altas velocidades de deformación.

Luego realizaron ensayos de fatiga hasta la rotura a una frecuencia de 40 Hz con amplitudes de desplazamiento desde los 40 μm hasta los 60 μm equivalentes a amplitudes de deformación de 0,31 % hasta 0,56 %. Las muestras fueron ensayadas al aire y en agua. Concluyeron que para este caso la falla sería producida por el movimiento macroscópico de los frentes de transformación logrando una vida del orden de los 10^7 ciclos si se evita el movimiento de frentes. La inicialización de las fisuras se produce en inclusiones superficiales en las zonas de transición martensita-austenita y el aumento de velocidad se ve reflejado en la disminución de la cantidad de material transformado por lo tanto no puede ser correlacionado con la amplitud de la deformación aplicada. Por último, concluyeron que el medio ambiente como el agua no disminuiría los efectos térmicos en altas frecuencias ya que no alcanza a extraer la cantidad de calor necesario para mantener constante la temperatura de las muestras.

Aunque resulta interesante el análisis del efecto de la presencia de movimiento de frentes en la vida a fatiga no queda claro que la alta velocidad de ciclado y sus efectos térmicos en el comportamiento no afecten la vida a fatiga hasta la rotura.

2.5 Motivación del trabajo.

Los estudios disponibles hasta el momento sobre la resistencia a la fatiga en alambres de NiTi no han podido aportar un panorama claro sobre cuáles son los parámetros más importantes a considerar (tensión / deformación media, temperaturas, etc.) ni sobre los procesos que gobiernan el daño. Por un lado, no se han podido desarrollar modelos fenomenológicos que describan el proceso de fatiga en aleaciones de NiTi superelásticas. Por otro lado, no existen metodologías de ensayo estandarizadas que permitan analizar y cuantificar todas las variables involucradas en dicho proceso.

Como se ha detallado en los antecedentes analizados en las secciones anteriores, los trabajos publicados intentan explicar los resultados experimentales utilizando modelos que han sido desarrollados para metales elastoplásticos (Coffin-Manson), extrapolando las aplicaciones a un material que no cumple con las hipótesis básicas sobre las que fueron planteadas. Es claro que son utilizados exclusivamente para ajustar resultados experimentales. Por otro lado, para poder avanzar en el conocimiento del fenómeno de daño por fatiga en NiTi y desarrollar modelos adecuados es prioritario comprender los mecanismos que intervienen en dicho proceso y las variables que lo gobiernan. Para esto además es necesario desarrollar metodologías de ensayo específicas para este material que permitan controlar el proceso y las variables involucradas.

2.6 Objetivo del trabajo.

En este trabajo se propuso avanzar en el desarrollo de una metodología experimental que permita una correcta caracterización del comportamiento a fatiga de aleaciones de NiTi bajo condiciones cuasi-isotérmicas. Se propuso además, y utilizando esta nueva metodología, avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de alambres de NiTi superelásticos. Este conocimiento es necesario para la correcta evaluación de dispositivos tecnológicos en uso y para diseñar aplicaciones con condiciones de trabajo más complejas usando factores apropiados. Se puso especial atención en los efectos de localización de la transformación martensítica inducida bajo carga. Se consideró la interacción entre el carácter localizado de la transformación, los efectos térmicos asociados a la velocidad de deformación y el número de frentes de transformación activos. Se analizó además la influencia de estos efectos térmicos en las

tensiones máximas alcanzadas y en la vida a fatiga. Por medio de la utilización de alambres en ensayos uniaxiales se buscó generar información experimental bajo condiciones bien definidas, y se analizó la variación de las propiedades funcionales del NiTi y los efectos de la transformación martensítica sobre la fatiga estructural.

2.7 Referencias.

- [1] ASTM E1823-13, Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing, (n.d.). doi:10.1520/E1823-13.
- [2] S. Suresh, Fatigue of Materials, 2nd ed., Cambridge University Press, New York, 1998.
- [3] R.I. Stephens, A. Fatemi, R.R. Stephens, H.O. Fuchs., Metal Fatigue in Engineering, Second, Wiley- Interscience publication, 2000.
- [4] S. Suresh, R.O. Ritchie, Propagation of short fatigue cracks, Int. Met. Rev. 29 (1984) 445–475. doi:10.1179/imtr.1984.29.1.445.
- [5] D. Broek, Elementary engineering fracture mechanics, Springer Netherlands, Dordrecht, 1986. doi:10.1007/978-94-009-4333-9.
- [6] T.L. Anderson, FRACTURE MECHANICS. Fundamental and applications, 2nd ed., CRC Press LLC, Boca Ratón, Florida, 1995.
- [7] M.D. Chapetti, Mecánica de Materiales, Ediciones Al Margen, 2005.
- [8] ISO 1099:2017. Metallic materials -- Fatigue testing -- Axial force-controlled method, (2017).
- [9] ISO 1143:2010. Metallic materials -- Rotating bar bending fatigue testing, (2010).
- [10] E466-15. Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials. ASTM International, (2015). doi:10.1520/E0466-07.2.
- [11] R.C. Rice, Society of Automotive Engineers. Fatigue Design and Evaluation Committee., SAE Fatigue Design Handbook, Society of Automotive Engineers, 1997.
- [12] S. Suresh, Chapter 7. Stress-life approach, in: Fatigue Mater., 2nd ed., Cambridge University Press, New York, 1998.
- [13] R.G. Budynas, K.J. Nisbett, Diseño en ingeniería mecánica de Shigley, 9th ed., McGraw-Hill Interamericana de España S.L, Madrid, 2012.
- [14] G. Eggeler, E. Hornbogen, A. Yawny, A. Heckmann, M. Wagner, Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys, Mater. Sci. Eng. A. 378 (2004) 24–33. doi:10.1016/j.msea.2003.10.327.
- [15] S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, K. Otsuka, Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys, Metall. Trans. A. 17 (1986) 115–120. doi:10.1007/BF02644447.
- [16] K. Gall, H. Sehitoglu, Y.I. Chumlyakov, I. V. Kireeva, Pseudoelastic cyclic stress-strain response of over-aged single crystal Ti-50.8at%Ni, Scr. Mater. 40 (1998) 7–12. doi:10.1016/S1359-6462(98)00399-6.
- [17] N. Nayan, D. Roy, V. Buravalla, U. Ramamurty, Unnotched fatigue behavior of an austenitic Ni – Ti shape memory alloy, 497 (2008) 333–340. doi:10.1016/j.msea.2008.07.025.
- [18] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, Zeitschrift Für Met. 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [19] A.M. Condó, F.C. Lovey, J. Olbricht, C. Somsen, A. Yawny, Microstructural aspects related to pseudoelastic cycling in ultra fine grained Ni-Ti, Mater. Sci. Eng. A. 481–482 (2008) 138–141. doi:10.1016/j.msea.2007.05.106.
- [20] J. Olbricht, A. Yawny, A.M. Condó, F.C. Lovey, G. Eggeler, The influence of

- temperature on the evolution of functional properties during pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 142–145. doi:10.1016/j.msea.2007.01.182.
- [21] P. Sedmák, P. Šittner, J. Pilch, C. Curfs, Instability of cyclic superelastic deformation of NiTi investigated by synchrotron X-ray diffraction, *Acta Mater.* 94 (2015) 257–270. doi:10.1016/j.actamat.2015.04.039.
- [22] G. Scire Mammano, E. Dragoni, Functional fatigue of NiTi Shape Memory wires for a range of end loadings and constraints, *23322123* (2013) 25–3303. doi:10.3221/IGF-ESIS.23.03.
- [23] G. Kang, Q. Kan, C. Yu, D. Song, Y. Liu, Whole-life transformation ratchetting and fatigue of super-elastic NiTi Alloy under uniaxial stress-controlled cyclic loading, *Mater. Sci. Eng. A.* 535 (2012) 228–234. doi:10.1016/j.msea.2011.12.071.
- [24] K. Melton, O. Mercier, Fatigue of NITI thermoelastic martensites, *Acta Metall.* 27 (1979) 137–144. doi:10.1016/0001-6160(79)90065-8.
- [25] X.M. Wang, Y.F. Wang, Z.Z. Lu, C.H. Deng, Z.F. Yue, An experimental study of the superelastic behavior in NiTi shape memory alloys under biaxial proportional and non-proportional cyclic loadings, *Mech. Mater.* 42 (2010) 365–373. doi:10.1016/j.mechmat.2009.11.010.
- [26] J. Olbricht, A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Localised transformation and functional fatigue in pseudoelastic of NiTi wires, *Jornadas SAM/CONAMET 2005.* (2005) 4–9.
- [27] O. Tyc, J. Pilch, P. Šittner, Fatigue of superelastic NiTi wires with different plateau strain, *Procedia Struct. Integr.* 2 (2016) 1489–1496. doi:10.1016/j.prostr.2016.06.189.
- [28] J.A. Shaw, S. Kyriakides, Thermomechanical aspects of NiTi, *J. Mech. Phys. Solids.* 43 (1995) 1243–1281. doi:10.1016/0022-5096(95)00024-D.
- [29] O. Tyc, L. Heller, M. Vronka, P. Šittner, Effect of temperature on fatigue of superelastic NiTi wires, *Int. J. Fatigue.* 134 (2020). doi:10.1016/j.ijfatigue.2020.105470.
- [30] R.G. Budynas, J.. Nisbett, *Shigley’s Mechanical Engineering Design*, 9th ed., McGraw-Hill, New York, 2011.
- [31] K. Otsuka, C.. M. Wayman, *Shape Memory Materials*, 1 st, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998.
- [32] Z. Moumni, A Van Herpen, P. Riberty, Fatigue analysis of shape memory alloys: energy approach, *Smart Mater. Struct.* 14 (2005) S287–S292. doi:10.1088/0964-1726/14/5/017.
- [33] Z. Moumni, W. Zaki, H. Maitournam, Cyclic behavior and energy approach to the fatigue of shape memory alloys, *J. Mech. Mater. Struct.* 4 (2009) 395–411. doi:10.2140/jomms.2009.4.395.
- [34] A.D. de Oliveira Ramos, C.J. de Araújo, H.M.R. de Oliveira, G.A. Macêdo, A.G.B. de Lima, An experimental investigation of the superelastic fatigue of NiTi SMA wires, *J. Brazilian Soc. Mech. Sci. Eng.* 40 (2018). doi:10.1007/s40430-018-1101-0.
- [35] J.L. McNichols, P.C. Brookes, J.S. Cory, NiTi fatigue behavior, *J. Appl. Phys.* 52 (1981) 7442–7444. doi:10.1063/1.328738.
- [36] C. Maletta, E. Sgambitterra, F. Furgiuele, R. Casati, A. Tuissi, Fatigue of

- pseudoelastic NiTi within the stress-induced transformation regime : a modified Coffin – Manson approach, *Smart Mater. Struct.* 112001 (2012). doi:10.1088/0964-1726/21/11/112001.
- [37] E. Sgambitterra, P. Magarò, F. Niccoli, D. Renzo, C. Maletta, Low-to-high cycle fatigue properties of a NiTi shape memory alloy, *Procedia Struct. Integr.* 18 (2019) 908–913. doi:10.1016/j.prostr.2019.08.242.
- [38] T. Sawaguchi, G. Kausträter, A. Yawny, M. Wagner, G. Eggeler, Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape-memory wires in bending-rotation fatigue, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 2847–2860.
- [39] M.J. Mahtabi, N. Shamsaei, M.R. Mitchell, Fatigue of Nitinol: The state-of-the-art and ongoing challenges, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 50 (2015) 228–254. doi:10.1016/j.jmbbm.2015.06.010.
- [40] S. Miyazaki, K. Mizukoshi, T. Ueki, T. Sakuma, Y. Liu, Fatigue life of Ti – 50 at. % Ni and Ti – 40Ni – 10Cu (at. %) shape memory alloy wires, *Mater. Sci. Eng. A.* 273–275 (1999) 658–663.
- [41] A.R. Pelton, J. Fino-Decker, L. Vien, C. Bonsignore, P. Saffari, M. Launey, M.R. Mitchell, Rotary-bending fatigue characteristics of medical-grade Nitinol wire, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 27 (2013) 19–32. doi:10.1016/j.jmbbm.2013.06.003.
- [42] H. Tobushi, T. Hachisuka, S. Yamada, P.-H. Lin, Rotating-bending fatigue of a TiNi shape-memory alloy wire, *Mech. Mater.* 26 (1997) 35–42. doi:10.1016/S0167-6636(97)00019-7.
- [43] M. Kollerov, E. Lukina, D. Gusev, P. Mason, P. Wagstaff, Influence of the Structure on the Strain-Controlled Fatigue of Nitinol, *Mater. Sci. Forum.* 738–739 (2013) 316–320. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.738-739.316.
- [44] A. Bagheri, M.J. Mahtabi, N. Shamsaei, Fatigue behavior and cyclic deformation of additive manufactured NiTi, *J. Mater. Process. Technol.* 252 (2018) 440–453. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.10.006.
- [45] A.R. Pelton, V. Schroeder, M.R. Mitchell, X.-Y. Gong, M. Barney, S.W. Robertson, Fatigue and durability of Nitinol stents, *J Mech Behav. Biomed Mater.* 1 (2008) 153–164.
- [46] A.R. Pelton, Nitinol Fatigue: A Review of Microstructures and Mechanisms, *J. Mater. Eng. Perform.* 20 (2011) 613–617. doi:10.1007/s11665-011-9864-9.
- [47] R.M. Tabanli, N.K. Simha, B.T. Berg, Mean stress effects on fatigue of NiTi, 275 (1999) 644–648.
- [48] D. Tolomeo, S. Davidson, Malissa Santinoranont, Cyclic Properties of Superelastic Nitinol: Design Implications - Shape Memory and Superelastic Technologies, in: *SMST-2000 Proc. Int. Conf. Shape Mem. Superelastic Technol.*, ASM International, 2001: pp. 471–476.
- [49] A.R. Pelton, X.-Y. Gong, T. Duerig, Fatigue Testing of Diamond-Shaped Specimens, in: T. Duerig, A.R. Pelton (Eds.), *Proc. SMST-2003*, 2003.
- [50] Xiao-Yan Gong, Alan R. Pelton, Finite element analysis on Nitinol medical devices, in: Duerig, Pelton (Eds.), *Proc. SMST-2003*, Monterrey, CA, USA, 2003: pp. 443–451.
- [51] D. Catoor, Z. Ma, S. Kumar, Cyclic response and fatigue failure of Nitinol under tension-tension loading, *J. Mater. Res.* (2019). doi:10.1557/jmr.2019.254.

Capítulo 3

Materiales y Métodos Experimentales

3.1 Materiales.

3.1.1 Datos del fabricante.

El material estudiado corresponde a un alambre de NiTi comercial de diámetro de 0,5 mm provisto por la empresa SAES Getters (Memry Corporation, USA). Este material tiene una composición Ti-50,9 at. % Ni y contenidos menores de C y O (267 y 269 ppm respectivamente). El proceso de fabricación consiste en distintos pasos de trefilado con una reducción final cercana al 50 % seguida por un recocido de aproximadamente 1 minuto a 500 °C bajo una carga de 50 MPa (*straight annealing*). Estos tratamientos termomecánicos permiten que se produzca la transformación martensítica bajo carga minimizando la deformación plástica [1]. El tamaño de grano resultante es de 40-50 nm y los mismos están fuertemente texturados con la dirección $\langle 111 \rangle$ de la estructura B2 orientada en la dirección del trefilado [2–5].

Se utilizaron alambres en condición superficial denominada por el proveedor como *black oxide* debido a la capa de óxido superficial negro que se crea durante los tratamientos termomecánicos antes explicados. El fabricante especificó la temperatura de transformación A_F en -12 °C para esta composición en condición *full annealed*, es decir sin tratamientos termomecánicos específicos. Esta temperatura no debe ser confundida con la temperatura A_F (finalización de la retransformación a fase austenita) del material en la condición termomecánica final (*straight annealed*).

3.1.2 Temperaturas de transformación.

Se caracterizaron las temperaturas de transición de fase mediante la variación de la resistencia eléctrica en función de la temperatura. Para realizar esta medición se utilizó un equipo perteneciente a la División Física de Metales del Centro Atómico Bariloche (CAB) que se basa en el método de las cuatro puntas o método de Kelvin. Este equipamiento puede entregar corrientes de hasta 150 mA en rango de temperaturas entre

nitrógeno líquido y 400 °C y cuenta con un sistema de medición de voltaje de alta precisión.

En este caso el material fue caracterizado en un rango de temperaturas entre -155 °C y 40 °C, a una velocidad de enfriamiento/calentamiento de 5 °C/min y utilizando una corriente eléctrica constante de 100 mA, siguiendo el procedimiento descrito en Yawny et al. [6]. Basándose en el trabajo de Olbricht et al. [5] se pueden interpretar los resultados experimentales para detectar las temperaturas de transición de fase.

La Figura 3.1 muestra la variación de resistencia eléctrica, normalizada por el valor de resistencia obtenida a una temperatura de 40 °C, en función de la temperatura. Analizando el comportamiento se puede observar que la transformación martensítica se produce en dos pasos como es explicado en [5], existiendo una fase romboédrica (fase R) intermedia entre la fase austenita (B2) y la fase martensita (B19'). Además, describe que la fase R presenta distintas temperaturas de transformación en el calentamiento y el enfriamiento del material [5]. Por lo tanto se usaron las abreviaciones R_{SE} y R_{SC} para diferenciar las temperaturas de inicio de la fase R durante el enfriamiento y el calentamiento respectivamente.

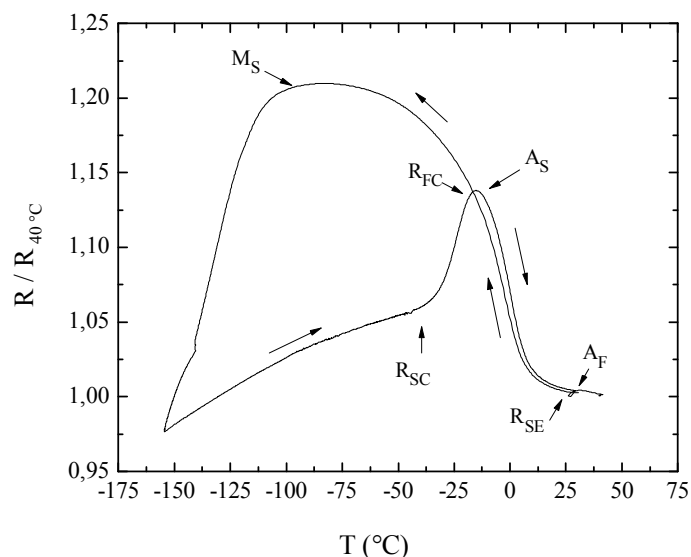


Figura 3.1. *Medición de variaciones de resistencia mostrando el comportamiento de la transformación del alambre estudiado.*

Al enfriar la muestra desde una temperatura alta, la resistencia comienza a bajar hasta que se produce un aumento pronunciado de la misma. En este punto comienza la transformación desde la fase austenita a la fase R intermedia a una temperatura $R_{SE} = 28\text{ °C}$. Al continuar enfriando la resistencia sigue aumentando hasta un máximo luego del cual comienza a disminuir. El pico máximo de la curva puede ser interpretado en términos del inicio de la transformación de la fase R a la fase martensítica, dando como resultado una temperatura $M_S = -102\text{ °C}$. Al calentar la muestra, se puede observar el aumento de resistencia con la temperatura de la fase B19'. En el punto de inflexión donde la resistencia comienza a aumentar en forma pronunciada se produce la retransformación a la fase R (B19' \rightarrow R) a una temperatura $R_{SC} = -42\text{ °C}$ y termina a una temperatura $R_{FC} = -14\text{ °C}$ justo antes de llegar al pico máximo de resistencia. Por último, la retransformación a la fase austenita (R \rightarrow B2) comienza a una temperatura $A_S = -13\text{ °C}$ y finaliza a una temperatura A_F aproximada de 30 °C cuando la evolución de la resistencia interseca con la curva inicial.

Estas temperaturas concuerdan con lo informado por Pelegrina et al. [7] para el caso de un alambre de NiTi con composición química y tamaño de grano similares. Otros autores, en caso de materiales con composiciones parecidas, han observado el mismo tipo de comportamiento de la resistencia eléctrica en función de la temperatura [1,8–10].

Resulta importante conocer las temperaturas de transformación de fase ya que en esta tesis se realizaron ensayos de ciclado pseudoelástico con transformación martensítica bajo carga siendo de vital importancia que los mismos sean realizados a una temperatura tal que las muestras se encuentren en fase austenita. De esta forma, se aseguró que la transformación / retransformación martensítica bajo carga se produzca en forma completa.

Es importante destacar en este punto que la fase R no fue tomada en cuenta en este trabajo para el análisis del efecto de la transformación martensítica en la vida a fatiga.

3.1.3 Microscopía y contenido de inclusiones.

Las observaciones microscópicas se realizaron en los microscopios electrónicos de barrido Philips 515 y FEI Nova Nano SEM 320 del Laboratorio de Microscopía del Departamento Caracterización de Materiales del Centro Atómico Bariloche y en el equipo JEOL JSM 6460 LV del Laboratorio de Microscopía de la Universidad Nacional

de Mar del Plata. Las muestras fueron incluidas en resina epoxi en sentido longitudinal, como se muestra en la Figura 3.2. Luego fueron pulidas mecánicamente con papel esmeril de grano 400, 600, 1000 y 2000 y, finalmente, con pasta de diamante de 0,25 μm . Las muestras se limpiaron por ultrasonido con alcohol isopropílico. Antes de ingresar al microscopio fueron metalizadas.

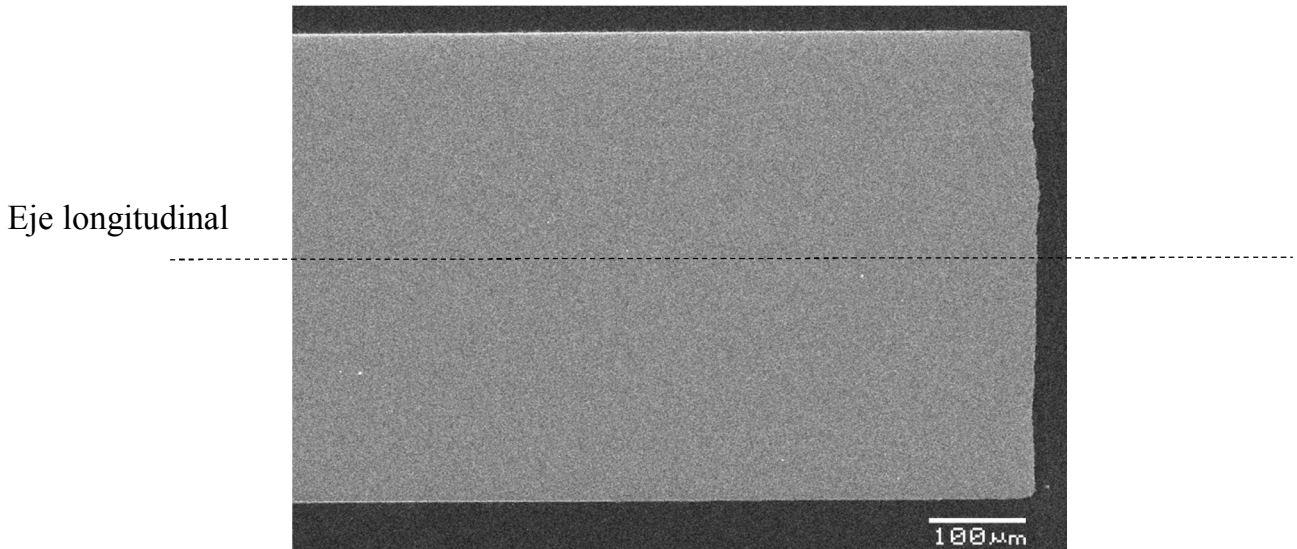


Figura 3.2. Muestra incluida en resina epoxi para observación en el SEM.

Mediante microscopía electrónica de barrido se observó el tipo de inclusiones presentes en el material estudiado. En la Figura 3.3 se muestran las inclusiones observadas. Presentan un aspecto elíptico cuyo eje mayor se encuentra alineado con la dirección de la extrusión del alambre estudiado con una longitud del orden de 1,5 – 2 μm .

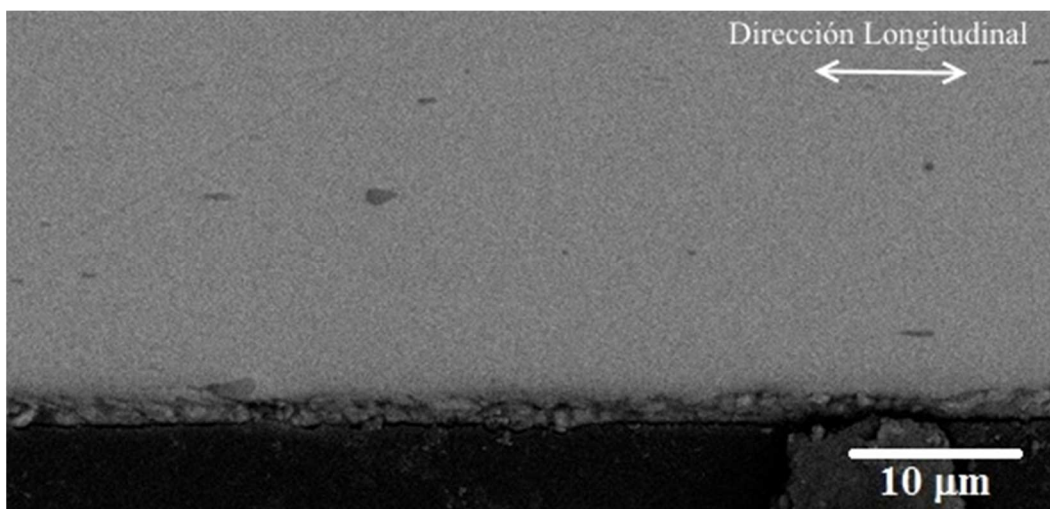


Figura 3.3. Observación de inclusiones.

Del análisis por dispersión de rayos X (EDS) de las inclusiones se verificó que existen principalmente carburos del tipo TiC. En la Figura 3.4 se muestra el análisis EDS realizado. En la Figura 3.4.a, la cruz blanca muestra la partícula analizada. En la Figura 3.4.b se muestran los resultados del análisis que confirman que la misma es un carburo.

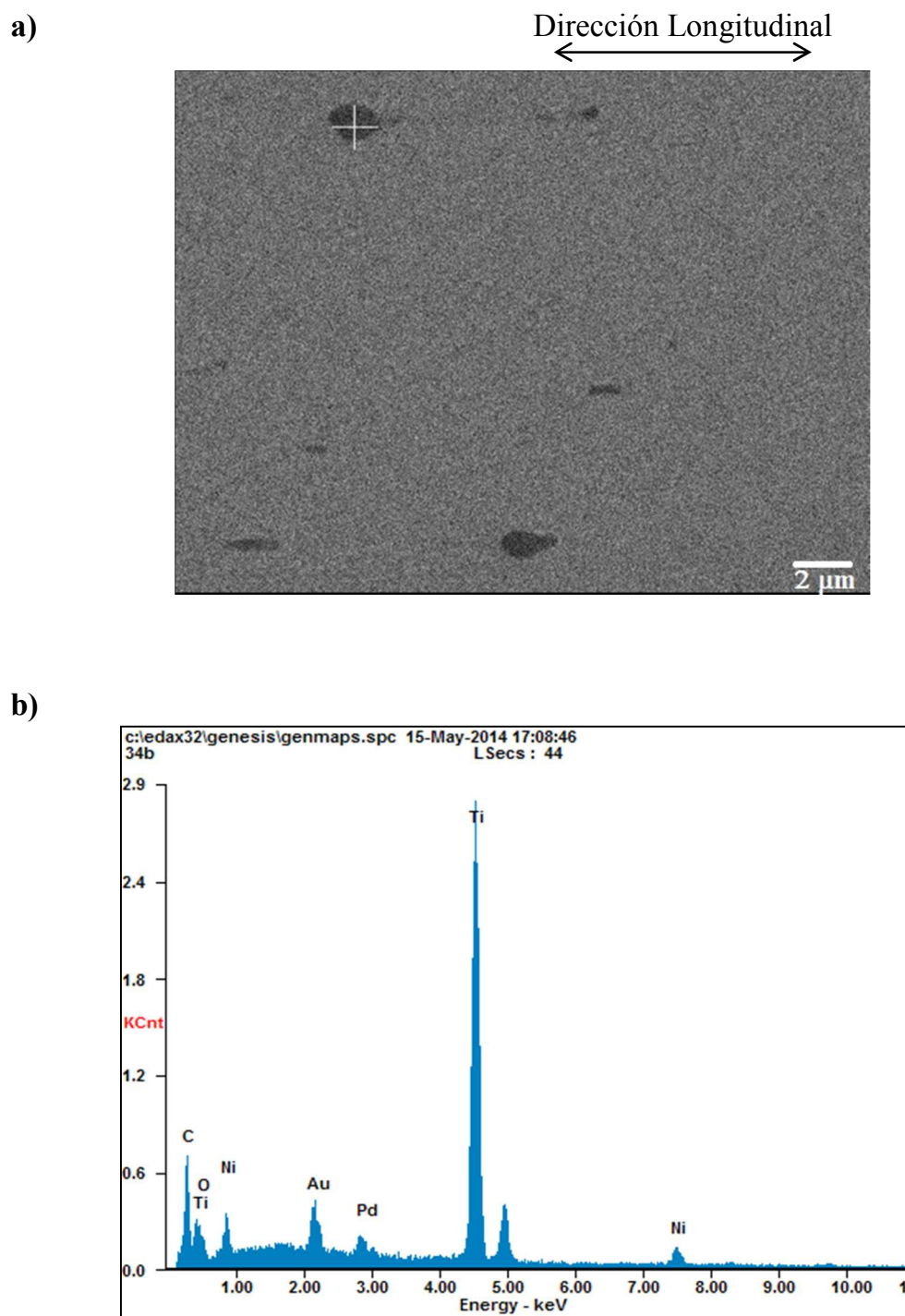


Figura 3.4 Análisis EDS. a) Partícula analizada. b) Resultados del análisis EDS.

Los resultados obtenidos sobre la presencia de carburos se corresponde a lo presentado por otros autores para aleaciones similares con tratamientos termomecánicos del tipo *straight annealed* [2,4,11], permitiendo que lo informado por dichos autores sea usado para análisis comparativos a lo largo de la tesis.

3.2 Caracterización de la respuesta mecánica: equipamiento y procedimientos experimentales utilizados.

A continuación, se describen los equipos utilizados en la realización de ensayos mecánicos y la caracterización de los procesos de fatiga estudiados.

3.2.1 Ensayos mecánicos.

Para la realización de ensayos de tensión o deformación cíclica se utilizaron cuatro máquinas de ensayos (Figura 3.5). Los ensayos mecánicos fueron realizados en los laboratorios de la División Física de Metales del Centro Atómico Bariloche (CAB) y en el Laboratorio de Mecánica Experimental del Instituto de Investigación en Ciencia y Tecnología de los Materiales (INTEMA) en la ciudad de Mar del Plata.

INSTRON 1123 (CAB)

Es una máquina de ensayos universales electromecánica de una capacidad de carga de 25 kN. Cuenta con una Cámara de Temperatura Instron 3110 que fue utilizada para mantener la temperatura constante durante los diversos experimentos. En todos los casos se utilizó una celda de carga de capacidad máxima 5 kN. Para la medición de la elongación de las probetas se utilizó la lectura del encoder óptico que determina la posición del travesaño en este dispositivo. Luego de una actualización realizada por la firma INSTRON el equipo se llevó a las mismas condiciones que la línea 5500, lo que permitió sumar flexibilidad al modo de control de ensayos.

INSTRON 5567 (CAB)

Es un equipo electromecánico de 30 kN de capacidad máxima de carga equipado con una cámara para control de temperatura INSTRON 3119-005 con temperatura de trabajo en el rango -70 / 240 °C. Dependiendo de las cargas involucradas, se utilizaron

celdas de carga INSTRON de capacidad máxima de 1 y 30 kN. Para la medición de la elongación de las probetas se utilizó la lectura del encoder óptico que determina la posición del travesaño en este dispositivo. Los ensayos se ejecutaron utilizando el software Merlin de la firma Instron que permite gran flexibilidad en la elección del modo de control (carga o desplazamiento), límites superiores e inferiores en carga y/o desplazamiento, velocidades de desplazamiento, intervalo de adquisición de datos, etc.

MTS 810 (CAB)

Máquina servohidráulica asistida por la unidad hidráulica MTS Silent Flow®. La capacidad de carga es de 100 kN. Para el control de la temperatura se utilizó un horno especialmente construido para tal fin, alimentado por un relay de estado sólido accionado por un controlador de temperatura Omega CN 1440. El rango de control es de 25 °C a 50 °C. Se utilizó una celda de carga MTS de 5 kN de capacidad de carga máxima. La medición del alargamiento se realizó utilizando la lectura del LVDT que determina la posición del pistón en este equipo. Los ensayos se ejecutaron utilizando el software Multi Purpose Testware (MPT) de MTS en un controlador FlexTest SE Plus que permite gran flexibilidad en la definición de ensayos dinámicos complejos.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.5. Máquinas universales utilizadas para la caracterización. a) INSTRON 5567, b) MTS 810, c) INSTRON 1123, d) INSTRON 8800.

INSTRON 8801 (INTEMA)

Es una máquina servohidráulica de 100 kN de capacidad máxima. Está equipada con una cámara térmica Instron 3119-407 con un rango de control de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. La medición del alargamiento se realizó utilizando la lectura del LVDT que determina la posición del pistón en este equipo. Los ensayos se realizaron utilizando el software Wavematrix en un controlador Fast track 8800. Las órdenes de ensayo se realizaron mediante un software desarrollado para tal fin con Labview y la comunicación entre el control y el software se llevó a cabo con una placa de adquisición de datos National Instruments. Este equipo pertenece al Laboratorio de Mecánica Experimental (INTEMA).

3.2.2 Elección del método de ensayo.

Basado en los antecedentes existentes [12–16], se decidió que se realizarían ensayos de fatiga en tracción uniaxial. Este tipo de ensayo a diferencia del flexo-rotativo permite considerar la mutua interacción entre el carácter localizado de la transformación,

los efectos térmicos asociados a la velocidad de deformación y el número de frentes de transformación activos, la influencia de estos efectos térmicos en las tensiones máximas alcanzadas y la vida a fatiga. De esta forma se buscó caracterizar la fatiga funcional y la fatiga estructural de aleaciones de alambres de NiTi analizando los efectos intrínsecos de la transformación martensítica, evitando los efectos extrínsecos derivados del método de ensayo.

3.2.3 Sistemas de mordazas utilizadas para ensayos de alambres de NiTi.

Para realizar los ensayos mecánicos se utilizaron dos tipos de mordazas adecuadas a las dimensiones de las muestras y las cargas utilizadas. Para los primeros ensayos exploratorios se utilizó un sistema de mordazas planas de apriete y posteriormente, a partir de los resultados y análisis realizados, se desarrolló un sistema de mordazas de cilindro que permitió optimizar el agarre de los alambres y disminuir sustancialmente la contribución de los efectos de contacto sobre el análisis de fatiga. A continuación, se describen los dos sistemas utilizados.

3.2.3.1 Mordazas de apriete.

La Figura 3.6 muestra el sistema de mordazas de apriete para los primeros ensayos exploratorios. En estas mordazas las probetas se sostienen mediante zapatas utilizando 4 tornillos. Esta forma de agarre genera un estado de tensiones particular en los extremos de las probetas, produciendo condiciones favorables para la nucleación de martensita inducida bajo carga. Estos efectos no deseados impidieron la correcta determinación de la vida a fatiga, pero pudieron ser utilizados para los ensayos exploratorios de fatiga funcional a bajo número de ciclos.



Figura 3.6. *Sistema de mordazas de apriete montado en la máquina de ensayos Instron 5567.*

3.2.3.2 Mordazas de cilindro.

En la mayoría de los ensayos presentados en esta tesis se utilizó el sistema de mordazas de cilindro, que permite minimizar las condiciones favorables para la aparición de martensita inducida bajo carga en las mordazas. El diseño se basó en la norma de ensayo ASTM E8 [17] que define los pasos a seguir para llevar a cabo ensayos estáticos de tracción en alambres. El principio de funcionamiento consiste en arrollar el alambre a ensayar en un cilindro de acero y aprovechar la fricción de contacto para minimizar la severidad de la interacción entre ambos. En la Figura 3.7 se muestra el sistema de mordazas diseñado, fabricado y utilizado en esta tesis. En el Anexo A se describe el diseño, fabricación, verificación de diseño y aplicación de las mordazas propuestas.



Figura 3.7. *Sistema de mordazas de cilindro.*

3.2.4 Definición de tensiones y deformaciones utilizadas en el presente estudio.

La tensión reportada σ fue calculada dividiendo la fuerza aplicada, medida mediante la celda de carga, por el área inicial de la sección transversal A_0 en fase austenita del alambre.

Debido al pequeño diámetro de las muestras no se utilizó extensómetro, por lo que la deformación ε reportada fue obtenida dividiendo la elongación ΔL (desplazamiento del travesaño) por la longitud libre de la muestra entre mordazas L_0 . De igual manera, la velocidad de deformación aplicada $\dot{\varepsilon}$ fue calculada dividiendo la velocidad de elongación $\dot{\Delta L}$ por la longitud libre entre mordazas L_0 .

Como las deformaciones y tensiones verdaderas aplicadas a lo largo del alambre durante su transformación parcial son distintas a las definidas ingenierilmente en los párrafos anteriores, es importante analizar el error asociado. Una forma de cuantificar este error sería mediante la estimación de la deformación total real aplicada al alambre de longitud L_0 para una transformación martensítica de una longitud parcial dada L_E .

En la Figura 3.8 se muestra esquemáticamente un alambre de longitud L_0 , en fase austenita, del cual una cierta longitud L_E será transformada a fase martensita mediante la aplicación de una tensión σ^{A-M} . Aquí se coloca la zona L_E en el centro del alambre de forma de simplificar la explicación de la estimación propuesta. Se omite el pico de tensión necesario para nuclear la martensita [13,15]. A partir de este esquema se desarrolla a continuación el análisis del error de medición de la deformación.

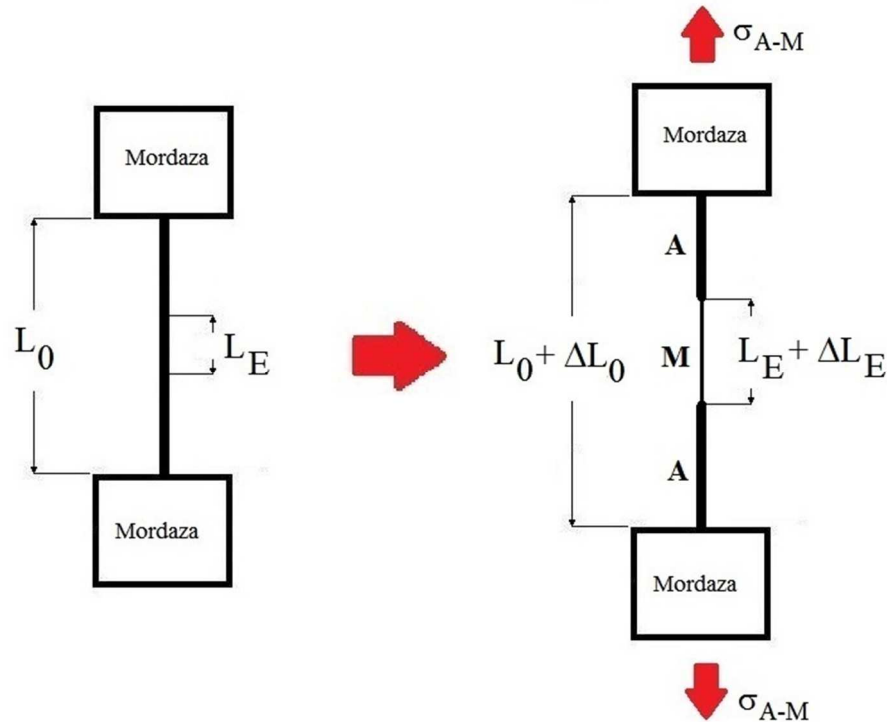


Figura 3.8. Esquema de cálculo del error de medición.

Al transformar a fase martensita la longitud L_E , la muestra de longitud L_0 aumentará su longitud inicial en un ΔL_0 . Esta variación estará dada por la suma del alargamiento elástico ΔL_A de la longitud remanente en fase austenita, más el alargamiento elástico ΔL_M a lo largo de la longitud L_E en fase martensita, más el alargamiento ΔL_T debido a la transformación martensítica de la longitud de alambre L_E . En este análisis se desprecia el aporte de la fase R. Por lo tanto el valor de ΔL_0 estimado, ΔL_{0-Est} , puede ser expresado como:

$$\Delta L_{0-Est} = \Delta L_A + \Delta L_M + \Delta L_T \quad (3.1)$$

La variación de longitud debido a la deformación elástica de la fase austenita está dada por:

$$\Delta L_A = (L_0 - L_E) \frac{\sigma^{A-M}}{E_A} \quad (3.2)$$

donde E_A es el módulo de Young de la fase austenita.

Debido a que la transformación martensítica se produce a volumen constante el área del alambre en fase martensita A_M puede ser calculado en función del área inicial en fase austenita A_0 como [18]:

$$A_M = \frac{A_0}{1 + \varepsilon_{tr}} \quad (3.3)$$

donde ε_{tr} es la deformación necesaria para completar la transformación martensítica. Debido a que el área en la zona en fase martensita es menor al área en fase austenita, la tensión aplicada en la sección en fase martensita será:

$$\sigma_{\text{Fase martensita}}^{A-M} = (1 + \varepsilon_{tr}) \sigma^{A-M} \quad (3.4)$$

Así, la variación de longitud debida a la deformación elástica de la longitud L_E transformada a martensita está dada por:

$$\Delta L_M = (L_E + \Delta L_T) \frac{(1 + \varepsilon_{tr}) \sigma^{A-M}}{E_M} \quad (3.5)$$

donde E_M es el módulo de Young de la fase martensita y ΔL_T representa la variación de longitud debida a la transformación martensítica de L_E y estará dada por:

$$\Delta L_T = L_E \varepsilon_{tr} \quad (3.6)$$

Reemplazando las expresiones 3.2, 3.5 y 3.6 en la expresión 3.1, el cálculo de ΔL_{0-Est} resulta:

$$\Delta L_{0-Est} = (L_0 - L_E) \frac{\sigma^{A-M}}{E_A} + L_E (1 + \varepsilon_{tr})^2 \frac{\sigma^{A-M}}{E_M} + L_E \varepsilon_{tr} \quad (3.7)$$

La deformación asociada quedará entonces:

$$\varepsilon_{\text{Est}} = \frac{\Delta L_{0-\text{Est}}}{L_0} \quad (3.8)$$

donde el subíndice Est indica la estimación realizada. Por lo tanto, dividiendo la expresión 3.7 por la longitud L_0 se obtiene:

$$\varepsilon_{\text{Est}} = \frac{(L_0 - L_E) \sigma^{A-M}}{L_0 E_A} + \frac{L_E (1 + \varepsilon_{\text{tr}})^2 \sigma^{A-M}}{L_0 E_M} + \frac{L_E \varepsilon_{\text{tr}}}{L_0} \quad (3.9)$$

El cálculo del error relativo porcentual asociado a la deformación reportada ε , respecto de la estimada ε_{Est} , será entonces:

$$\text{error}_{\text{relativo}}(\%) = \frac{\varepsilon - \varepsilon_{\text{Est}}}{\varepsilon_{\text{Est}}} 100 \quad (3.10)$$

Para realizar la comparación se seleccionó una temperatura de 35 °C definiendo la longitud L_0 como 60 mm y se propusieron las longitudes L_E de 20 mm, 40 mm y 60 mm. La longitud $L_E = 60$ mm equivale a completar la transformación martensítica en toda la muestra. De bibliografía, se obtuvo el módulo de elasticidad de la fase austenita $E_A = 57$ GPa, el módulo de elasticidad de la fase martensita $E_M = 28$ GPa [15,19,20]. La tensión de transformación $\sigma^{A-M} = 609$ MPa fue obtenida a partir del promedio de los resultados de tres ensayos de tracción a rotura. En la Figura 3.9 se muestra la curva tensión – deformación de uno de los ensayos realizados y el plateau de transformación donde se mide la σ_{A-M} . Los ensayos se realizaron a una velocidad de 0,1 mm min⁻¹ con probetas de una longitud de 35 mm, a una temperatura de 35 °C con las mordazas de apriete descritas en las sección 3.3.

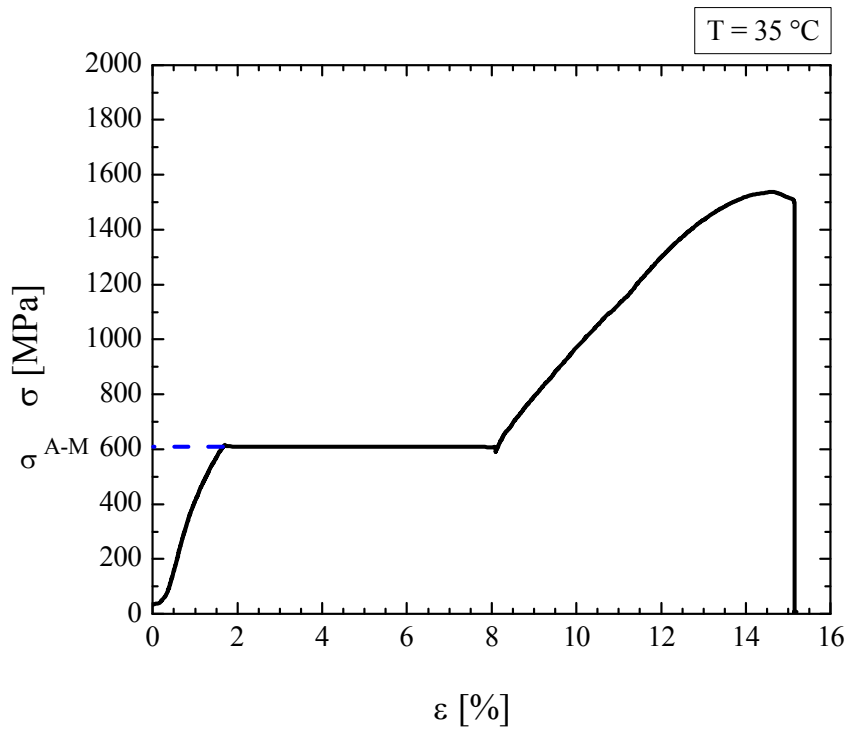


Figura 3.9. Ensayo de tracción hasta la rotura.

La deformación ϵ_{tr} se obtuvo de la bibliografía [5,6,21]. En estos trabajos se analizó el comportamiento de alambres con características similares al aquí estudiado. A partir de estos resultados se creó el gráfico de la Figura 3.10 donde se muestra la ϵ_{tr} en función de la temperatura. En este caso se grafican deformaciones correspondientes a temperaturas de 28, 35, 50 y 100 °C de cuyo ajuste lineal resultó un valor de $\epsilon_{tr} = 6,07\%$ para una temperatura de 35 °C.

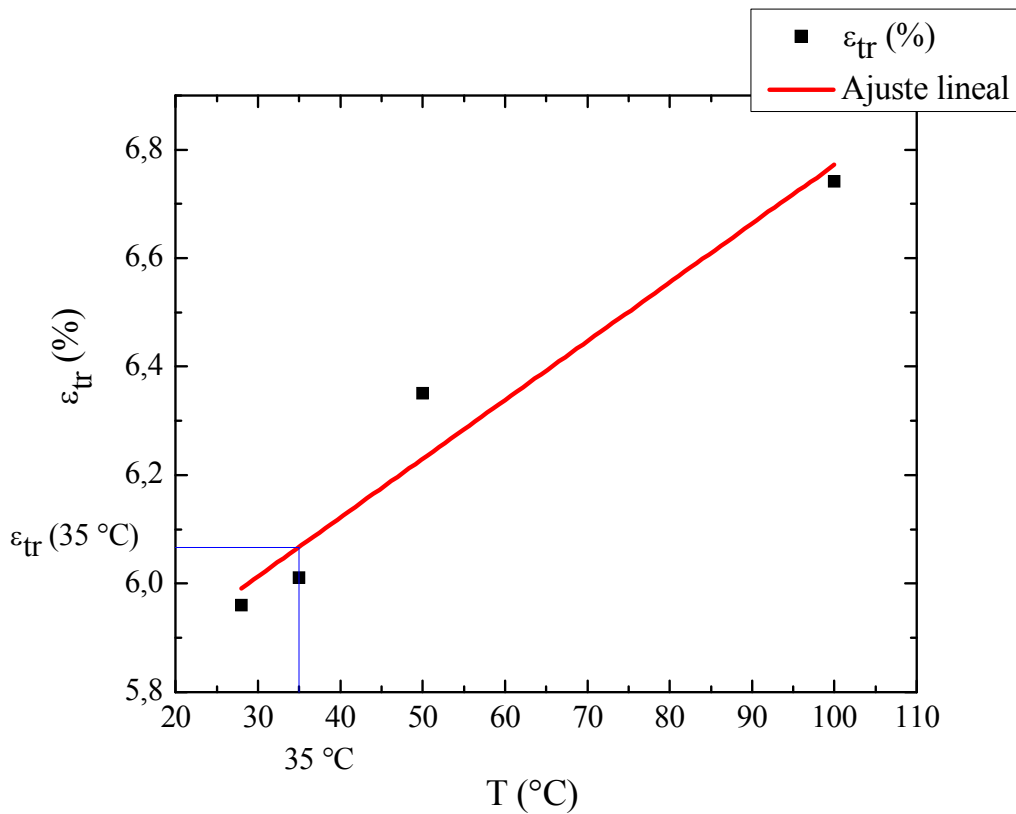


Figura 3.10. ϵ_{tr} en función de la temperatura [5,6,21].

Por último se realizó un ensayo de ciclado completo en una probeta de 60 mm de longitud a una temperatura de 35 °C y a una velocidad de 0,1 mm min⁻¹ con las mordazas de cilindro. La curva tensión – deformación se puede observar en la Figura 3.11 donde se midieron las deformaciones necesarias para transformar los L_E considerados.

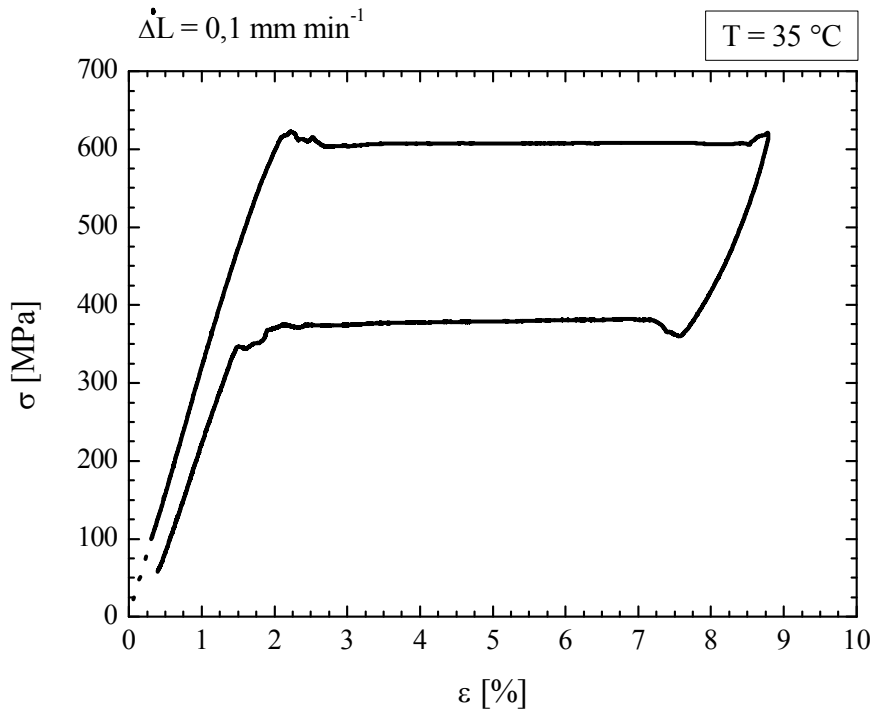


Figura 3.11. Curva tensión – deformación del ciclo pseudoelástico completo.

De las mediciones realizadas y a partir de las expresiones 3.9 y 3.10 se obtuvo que para el caso de L_E de 20 mm el error fue del 24 %, para L_E de 40 mm dio como resultado un 9 % y para un L_E de 60 mm un error del 1 %. Resultando estos errores aceptables para los diferentes análisis realizados en esta tesis.

Finalmente es importante aclarar el método de observación de los frentes de transformación utilizado. Esto es importante debido a la naturaleza de la transformación martensítica que sucede en las aleaciones de NiTi (ver Capítulo 1), y a la importancia que se les da en esta tesis para estudiar los efectos intrínsecos de la vida a fatiga. A tal fin se utilizó una cámara de video de alta resolución conectada a una computadora de adquisición y un sistema de iluminación difusa. Debido al brillo de la capa de óxido presente en la superficie del alambre estudiado, que genera un bajo contraste entre la fase martensítica y la austenítica, los frentes de transformación pudieron ser detectados y seguidos. En la Figura 3.12 se muestran imágenes obtenidas con el método utilizado a una velocidad de desplazamiento de desplazamiento de travesaño de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$.

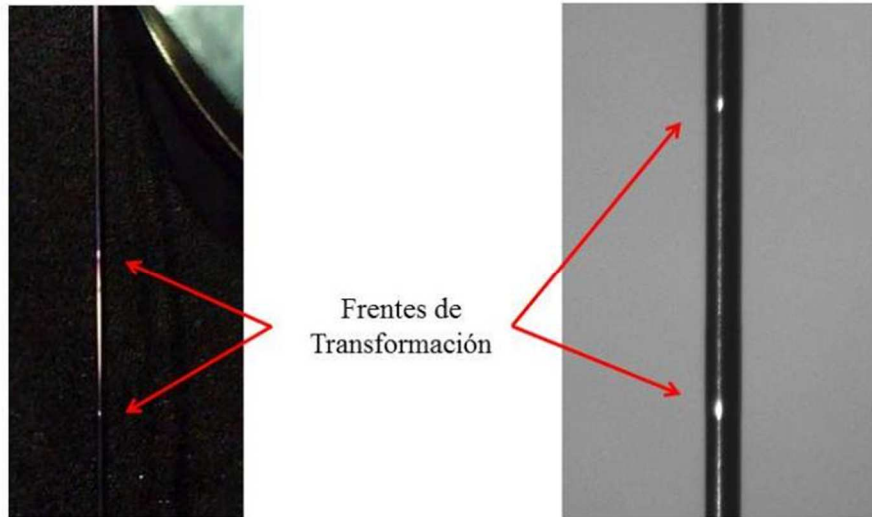


Figura 3.12. *Frentes de transformación a una velocidad de travesaño de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$.*

3.3 Referencias.

- [1] K. Otsuka, C.. M. Wayman, Shape Memory Materials, 1 st, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998.
- [2] T. Sawaguchi, G. Kausträter, A. Yawny, M. Wagner, G. Eggeler, Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape-memory wires in bending-rotation fatigue, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 2847–2860.
- [3] S. Mao, X. Han, M.H. Wu, Z. Zhang, F. Hao, D. Liu, Y. Zhang, B. Hou, Effect of Cyclic Loading on Apparent Young's Modulus and Critical Stress in Nano-Subgrained Superelastic NiTi Shape Memory Alloys, *Mater. Trans.* 47 (2006) 735–741. doi:10.2320/matertrans.47.735.
- [4] A.M. Condó, F.C. Lovey, J. Olbricht, C. Somsen, A. Yawny, Microstructural aspects related to pseudoelastic cycling in ultra fine grained Ni-Ti, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 138–141. doi:10.1016/j.msea.2007.05.106.
- [5] J. Olbricht, A. Yawny, J.L. Pelegrina, A. Dlouhy, G. Eggeler, On the stress-induced formation of R-phase in ultra-fine-grained Ni-rich NiTi shape memory alloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 42 (2011) 2556–2574. doi:10.1007/s11661-011-0679-y.
- [6] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, *Zeitschrift Für Met.* 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [7] J.L. Pelegrina, J. Olbricht, A. Yawny, G. Eggeler, Temperature-induced transformations and martensitic reorientation processes in ultra- fine-grained Ni rich pseudoelastic NiTi wires studied by electrical resistance, *J. Alloys Compd.* 735 (2018) 2574–2583. doi:10.1016/j.jallcom.2017.12.009.
- [8] T.M. Brill, S. Mittelbach, W. Assmus, M. Mullner, B. Luthi, Elastic properties of NiTi, *J. Phys. Condens. Matter.* 3 (1991) 9621–9627. doi:10.1088/0953-8984/3/48/004.
- [9] G. Airoidi, D. a. Lodi, M. Pozzi, The Electric Resistance of Shape Memory Alloys in the Pseudoelastic Regime, *Le J. Phys. IV.* 07 (1997) C5-507-C5-512. doi:10.1051/jp4:1997580.
- [10] X.D. Wu, J.S. Wu, Z. Wang, The variation of electrical resistance of near stoichiometric NiTi during thermo-mechanic procedures, *Smart Mater. Struct.* 8 (1999) 574–578. doi:10.1088/0964-1726/8/5/307.
- [11] M. Rahim, J. Frenzel, M. Frotscher, J. Pfetzinger-Micklich, R. Steegmüller, M. Wohlschlögel, H. Mughrabi, G. Eggeler, Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys, *Acta Mater.* 61 (2013) 3667–3686. doi:10.1016/j.actamat.2013.02.054.
- [12] J.A. Shaw, S. Kyriakides, Thermomechanical aspects of NiTi, *J. Mech. Phys. Solids.* 43 (1995) 1243–1281. doi:10.1016/0022-5096(95)00024-D.
- [13] M.A. Iadicola, J.A. Shaw, An experimental method to measure initiation events during unstable stress-induced martensitic transformation in a shape memory alloy wire, *Smart Mater. Struct.* 16 (2007) S155–S169. doi:10.1088/0964-1726/16/1/S16.
- [14] A. Yawny, J. Olbricht, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling and ageing effects at ambient temperature in nanocrystalline Ni-rich NiTi wire, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 86–90. doi:10.1016/j.msea.2007.04.124.

- [15] H. Soul, A. Yawny, Thermomechanical model for evaluation of the superelastic response of NiTi shape memory alloys under dynamic conditions, *Smart Mater. Struct.* 22 (2013). <http://stacks.iop.org/0964-1726/22/i=3/a=035017>.
- [16] J.A. Shaw, M.A. Iadicola, The Effect of Uniaxial Cyclic Deformation on the Evolution of Phase Transformation Fronts in Pseudoelastic NiTi Wire, in: *Proc. ASMS'01 2001 ASME Adapt. Struct. Mater. Syst. Symp.*, New York, 2001.
- [17] E8/E8M - 09. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International, (2009). doi:10.1520/E0008_E0008M-09.
- [18] K. Otsuka, X. Ren, Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys, *Prog. Mater. Sci.* 50 (2005) 511–678. doi:DOI 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.
- [19] F. Auricchio, E. Sacco, A one-dimensional model for superelastic shape-memory alloys with different elastic properties between austenite and martensite, *Int. J. Non. Linear. Mech.* 32 (1997) 1101–1114.
- [20] C. Maletta, F. Furgiuele, Fracture control parameters for NiTi based shape memory alloys, *Int. J. Solids Struct.* 48 (2011) 1658–1664. doi:10.1016/j.ijsolstr.2011.02.014.
- [21] J. Olbricht, A. Yawny, A.M. Condó, F.C. Lovey, G. Eggeler, The influence of temperature on the evolution of functional properties during pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 142–145. doi:10.1016/j.msea.2007.01.182.

Capítulo 4

Caracterización de la fatiga funcional

Como se explicó en el Capítulo 2, la comunidad científica ha propuesto que la fatiga en MMF podría estudiarse desde dos perspectivas: la fatiga funcional y la fatiga estructural [1]. Esta división parecería ser conveniente si tenemos en cuenta que la mayoría de los trabajos publicados en la literatura en la temática [2–6] consideran que la fatiga funcional se agota en un número limitado de ciclos, alcanzando el material un comportamiento estable. Esto ocurriría, típicamente luego de 100-150 ciclos. Desde este momento y hasta la rotura, las propiedades funcionales se mantendrían básicamente constantes. De esta manera ambas perspectivas estarían desacopladas. Se podría entonces caracterizar, por un lado, los cambios en los parámetros que definen el ciclo pseudoelástico realizando un número limitado de ciclos y, por otro lado, la vida a rotura bajo las mismas condiciones de sollicitación. En el presente capítulo se muestra que esta forma de tratar del problema de fatiga es incorrecta ya que las propiedades funcionales de los alambres de NiTi considerados siguen evolucionando con el ciclado por encima de los 100-150 ciclos considerados necesarios para estabilizar el comportamiento. Se presentan estos resultados y se estudia la influencia de la temperatura y la velocidad de deformación en las evoluciones observadas. Sin embargo, se muestra también que la caracterización de la fatiga funcional encuentra un límite debido a la ocurrencia de falla por fractura inducida por el propio método de ensayo utilizado. Se bosquejan entonces alternativas que permitan resolver esta limitación y extender el estudio hasta la rotura del material sin la influencia de factores extrínsecos (p. ej., interacción con las mordazas de apriete). De esta manera, podrían estudiarse adecuadamente tanto los aspectos funcionales como estructurales propios del material asociados al ciclado pseudoelástico, a lo que nos referimos en esta tesis como el estudio de la fatiga intrínseca y que constituye el objetivo central del trabajo.

4.1 Descripción de los ensayos de fatiga funcional.

En todos los casos se ensayaron muestras de 35 mm de longitud libre entre mordazas y se utilizaron las mordazas de apriete descritas en el Capítulo 3. Se realizaron 11 ensayos de ciclado pseudoelástico controlados por desplazamiento en la máquina de ensayos INSTRON 5567 (Tabla 4.1), utilizando tres velocidades de desplazamiento del travesaño: $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ (3 ensayos), 1 mm min^{-1} (6 ensayos) y 5 mm min^{-1} (2 ensayos). Estas equivalen a velocidades promedios de deformación de $0,0029 \text{ min}^{-1}$, $0,029 \text{ min}^{-1}$ y $0,14 \text{ min}^{-1}$, respectivamente. Las temperaturas de ensayo fueron de $35 \text{ }^\circ\text{C}$ (9 ensayos) y $50 \text{ }^\circ\text{C}$ (2 ensayos). La velocidad de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ se seleccionó para disminuir al máximo los efectos térmicos de la transformación martensítica propios de las altas velocidades de desplazamiento [7]. Las velocidades de 1 mm min^{-1} y de 5 mm min^{-1} se utilizaron para analizar los efectos térmicos de la transformación martensítica en la fatiga funcional del alambre estudiado. La nomenclatura utilizada para la denominación de los ensayos se compone por el código CF-X-Y donde las iniciales CF se refieren al tipo de análisis (Ciclado Funcional), el valor X se refiere al tipo de ensayo ($X = T$ para el caso de ciclado de transformación completa y $X = R$ para el ciclado reducido) e Y al número de ensayo. En el caso de los ensayos de ciclado de transformación completa (ensayos CF-T-1 a 7), los límites inferior y superior estuvieron dados por la carga. De esta manera, con el límite máximo de carga se aseguró que se completara la transformación en toda la longitud del alambre, mientras que el límite inferior aseguraba que todo el tren de carga mantuviera con una precarga mínima luego de retransformar completamente de manera de evitar aflojamientos. En el caso de los ensayos de ciclado reducido (ensayos en los que no se completó la transformación de toda la longitud del alambre, ensayos CF-R-1 a 4), los límites estuvieron dados por control por desplazamiento de manera de controlar la cantidad de material transformado. El ensayo CF-R-1 se realizó en dos etapas. A la Etapa 1 (E1) con límites por desplazamiento se agregó una Etapa 2 (E2) de ciclado completo limitado por carga de forma de asegurar la transformación en toda la longitud de la probeta.

La Tabla 4.1 muestra los ensayos realizados y el número de ciclos aplicados en cada etapa.

Tabla 4.1. Ensayos de fatiga funcional.

Ensayo	Temperatura (°C)	ΔL (mm min ⁻¹)	$\dot{\epsilon}$ (min ⁻¹)	ϵ_{\max} (%)	ϵ_{\min} (%)	σ_{\max} (MPa)	σ_{\min} (MPa)	Número de ciclos	
								Etapa 1	Etapa 2
CF-T-1	35	0,1	0,0029			631	72	110	
CF-T-2	35	1	0,029			630	72	110	
CF-T-3	50	1	0,029			798	72	110	
CF-T-4	50	0,1	0,0029			736	72	110	
CF-T-5	35	1	0,029			677	71	2302*	
CF-T-6	35	5	0,145			739	69	3363*	
CF-T-7	35	5	0,145			741	69	3474*	
CF-R-1	35	0,1	0,0029	E1-5	E1-3,86	E2-640	E2-72	110	110
CF-R-2	35	1	0,029	4,96	3,81			110	
CF-R-3	35	1	0,029	6,84	2,85			3602*	
CF-R-4	35	1	0,029	6,42	3,28			5139*	

* Fractura

4.2 Fatiga Funcional para $N \leq 110$ ciclos.

4.2.1 Ensayos de comparación con la bibliografía.

Como primer paso del análisis se realizó el ensayo CF-T-1 (ver Tabla 4.1) aplicando 110 ciclos pseudoelásticos completando la transformación martensítica en la longitud libre entre mordazas. El mismo se realizó a una muy baja velocidad de desplazamiento (0,1 mm min⁻¹) de forma de disminuir los efectos térmicos en el comportamiento pseudoelástico. En este caso se observó el movimiento de un solo frente de transformación / retransformación. La idea de este primer ensayo es caracterizar el comportamiento funcional del alambre a estudiar y su eventual evolución con el ciclado y comparar estos resultados con los reportados en la literatura para materiales similares. Cabe aclarar que con estas condiciones de ensayo se necesitaron 6 días para completar el ensayo. La Figura 4.1 muestra la evolución del comportamiento σ - ϵ (Ensayo CF-T-1).

Para caracterizar la evolución de las tensiones de los *plateau* de transformación se utilizó una línea de referencia trazada en forma paralela a la carga elástica del primer ciclo, a una deformación $\varepsilon = 3,4\%$. De esta forma la misma se ubicó a la mitad de la amplitud de deformación aplicada en el ciclo inicial [6]. La deformación ε informada fue obtenida dividiendo la elongación ΔL (desplazamiento del travesaño) por la longitud libre de la muestra entre mordazas (ver sección 3.2.4 del Capítulo 3).

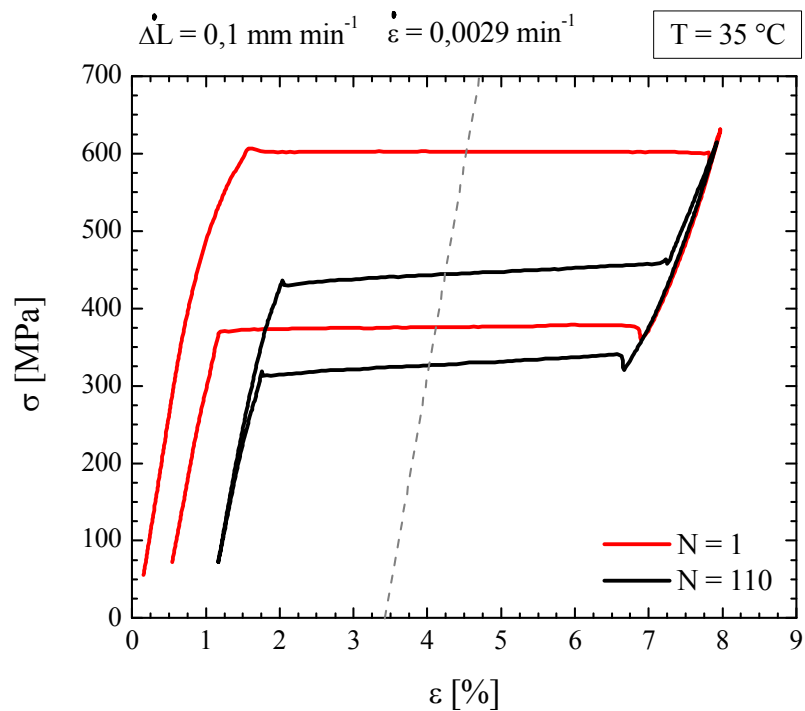


Figura 4.1. Evolución de las trayectorias σ - ε con el ciclado en el ensayo CF-T-1.

En el ciclo $N=1$ de la Figura 4.1, las tensiones de transformación y retransformación no presentan picos asociados a la aparición de nuevos frentes de transformación. Por lo tanto se podría decir que el ensayo fue realizado en condiciones isotérmicas para el alambre analizado debido a la baja velocidad de desplazamiento utilizada [7,8]. Analizando el comienzo del *plateau* de transformación, no se observa el pico de tensión necesario (del orden de los 70 MPa) para generar un primer núcleo de martensita, de acuerdo a lo reportado en [8,9]. La ausencia del pico de nucleación se debería a que la muestra se encuentra en fase martensita en la zona de apriete de las mordazas. Por lo tanto, al llegar a la tensión crítica se moverán los frentes de transformación desde las mismas hacia el centro de la probeta. Como puede advertirse en

la Figura 4.1, la evolución de las tensiones críticas viene acompañada por un aumento en la deformación remanente como lo indica la bibliografía estudiada y como fue explicado en el Capítulo 2. Observando el ciclo N = 110 se puede ver que las tensiones de transformación y retransformación presentan una inclinación a medida que avanza el número de ciclos [4,5]. Esta inclinación podría ser explicada por efectos de estabilización de la fase martensita transformada bajo carga como fue propuesto por Yawny et al. (2008) [10].

La Figura 4.2 muestra la caída de las tensiones de los *plateaus* de transformación y retransformación en función del número de ciclos. Se puede observar que la tasa de variación disminuye con el número de ciclos N. Además, se puede observar que la tensión asociada al *plateau* de transformación presenta una caída más significativa que la correspondiente a la tensión de retransformación [2–6].

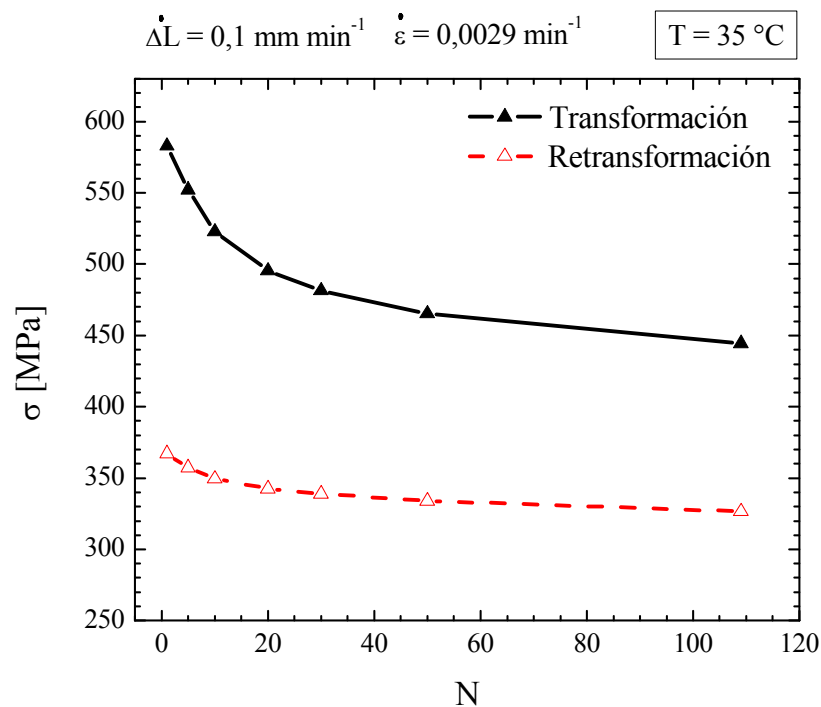


Figura 4.2. Evolución de tensiones de transformación-retransformación (CF-T-1).

En la Figura 4.3 se presenta la evolución de la deformación remanente ϵ_R en función del número de ciclos. La misma fue determinada a la carga mínima al finalizar la descarga en cada ciclo (ver Figura 4.1). La deformación remanente experimenta un

aumento en apariencia asintótico hacia un valor de aproximadamente 1 %. Se puede observar que en el primer ciclo pseudoelástico concentra el mayor aporte a la deformación remanente, que en este caso fue del orden del 0,48 %. Este comportamiento está en concordancia con resultados previos reportados en [1,3,4,6].

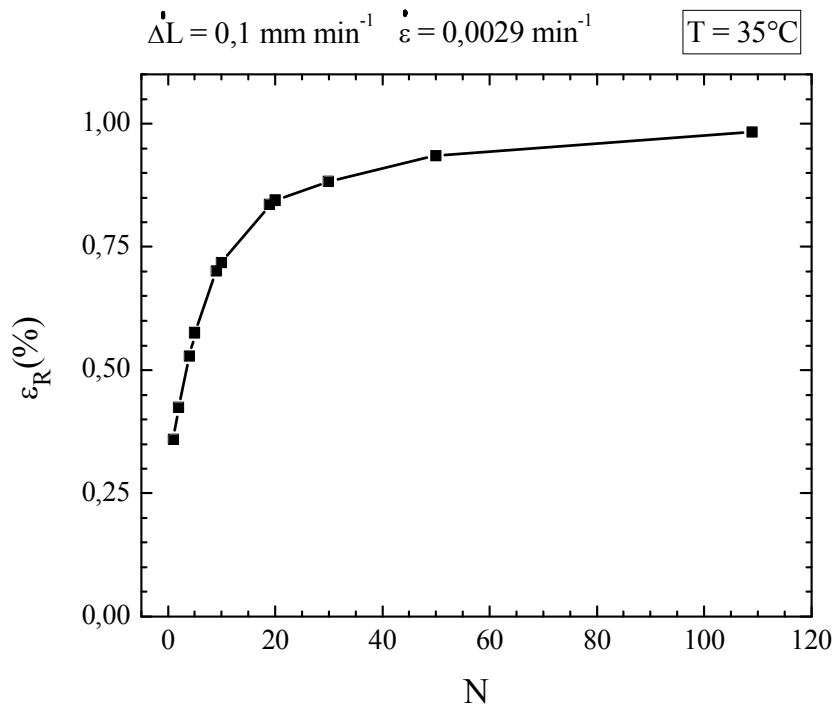


Figura 4.3. Evolución de la deformación remanente ϵ_R en el ensayo CF-T-1.

Los resultados de este ensayo muestran el comportamiento pseudoelástico del alambre estudiado evitando los efectos térmicos de la transformación martensítica. También se pudo observar el efecto de las mordazas de apriete sobre la nucleación de la martensita y el movimiento de los frentes de transformación. En este caso se observó un solo frente que avanzó desde una mordaza hacia el centro de la probeta. A partir de la información obtenida de este ensayo se propuso analizar los efectos de la temperatura y de la velocidad de desplazamiento en las características funcionales del alambre analizado. En la siguiente sección se describen los ensayos realizados.

4.2.2 Efecto de la temperatura y de la velocidad de desplazamiento.

Para analizar el efecto de la temperatura y de la velocidad de desplazamiento en las características funcionales del alambre estudiado se consideró el ensayo CF-T-1 descrito en la sección anterior y se realizaron los ensayos CF-T-2 al CF-T-5 (ver Tabla 5.1) a temperaturas de 35 °C (CF-T-2 y CF-T-5) y 50°C (CF-T-3 y CF-T-4). Los ensayos a 50 °C se realizaron de forma de aumentar las tensiones de transformación y así analizar su efecto en el comportamiento pseudoelástico. De esta forma se logra un aumento del orden de 105 MPa de las tensiones de transformación para el primer ciclo pseudoelástico (según Clausius-Clapeyron [6,11]). Se utilizaron velocidades de desplazamiento del travesaño de 0,1 mm min⁻¹ y 1 mm min⁻¹ para ambas temperaturas. Al aumentar la velocidad un orden de magnitud se buscó analizar los efectos térmicos de la transformación martensítica en el comportamiento pseudoelástico del alambre estudiado [7,12]. En primer lugar se midió la evolución de las tensiones críticas de transformación en función de N (número de ciclos) de los 5 ensayos. Las mismas fueron determinadas por la intersección de la línea de referencia con las curvas σ - ϵ de cada ciclo, como fue explicado en la Figura 4.1 para el caso del ensayo CF-T-1. La evolución de los *plateaus* de transformación y retransformación es mostrada en la Figura 4.5. La Figura 4.5.a presenta los datos en doble escala lineal y en la Figura 4.5.b se representan los mismos datos en escala doble logarítmica. Observando la Figura 4.5 queda claro el efecto de la velocidad de desplazamiento en las tensiones de transformación. Al aumentar la velocidad de desplazamiento de 0,1 mm min⁻¹ a 1mm min⁻¹ la tensión de transformación aumenta 5 % en promedio, mientras que la de retransformación disminuye 9 % en promedio para las dos temperaturas de ensayo utilizadas (35 °C y 50 °C). Al comparar las tensiones críticas de transformación a diferentes temperaturas se puede observar que un aumento de 15 °C dio lugar a un aumento promedio del 16 % para la transformación y del 31 % para la retransformación. Estos porcentajes de aumento se corresponden con los valores esperados teniendo en cuenta el coeficiente de Clausius-Clapeyron informado en la bibliografía para materiales similares [6,11].

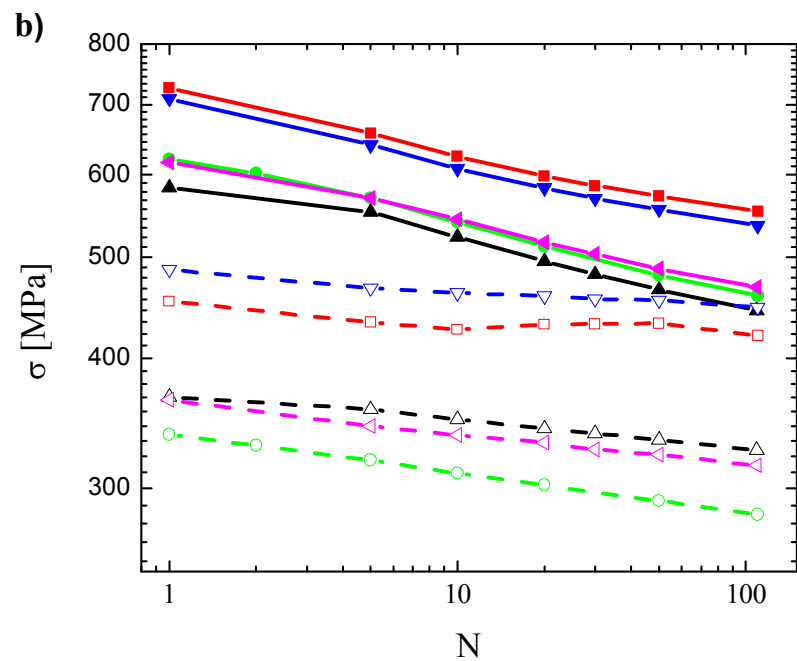
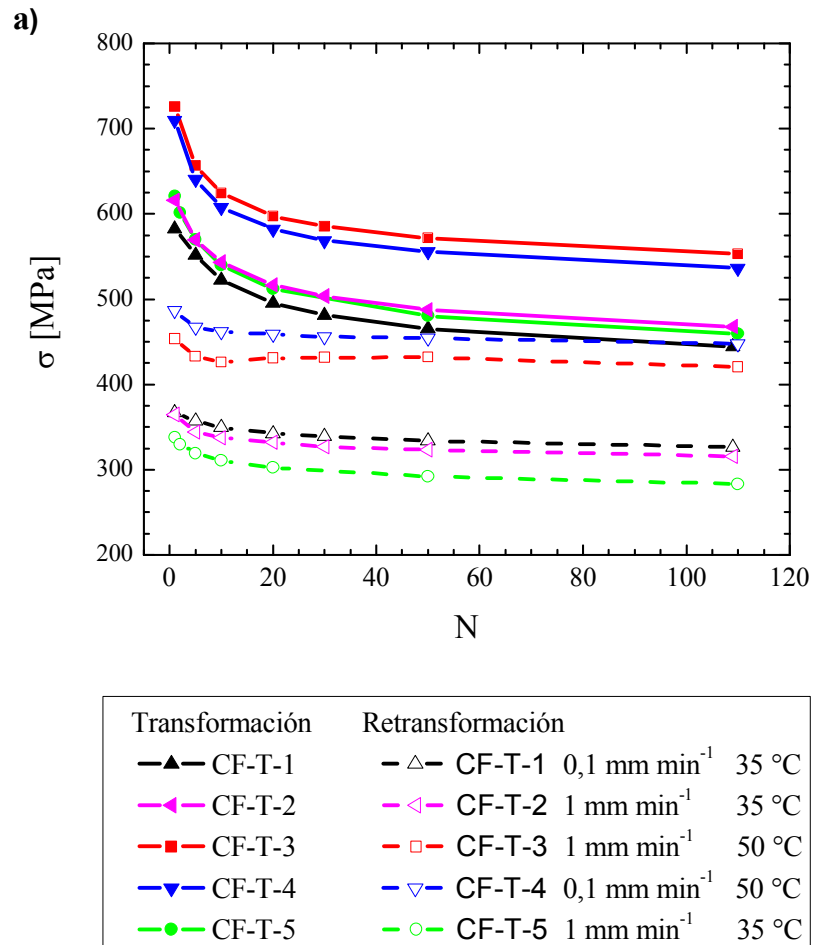


Figura 4.5. Evolución de tensiones de transformación. **(a)** Escala Lineal. **(b)** Escala doble logarítmica.

La caída de las tensiones luego de los 110 ciclos pseudoelásticos para el caso del *plateau* de transformación fue del orden de 150 MPa para los ensayos a 35 °C y de 170 MPa en el caso a 50 °C. Esta mayor caída de tensiones demuestra que a mayor temperatura y velocidad de desplazamiento los efectos de la fatiga funcional son mayores. Esto puede interpretarse como un efecto de las mayores tensiones asociadas a ambas condiciones.

En la Figura 4.6 se puede observar la acumulación de la deformación remanente ε_R en función del número de ciclos de los cinco ensayos analizados. Debido a que no se utilizó extensómetro para medir las deformaciones, no se puede ser concluyente respecto a los valores absolutos de las deformaciones remanentes. Sin embargo, analizando la Figura 4.6 queda claro que en todos los casos la tasa de acumulación de deformación disminuye con el número de ciclos.

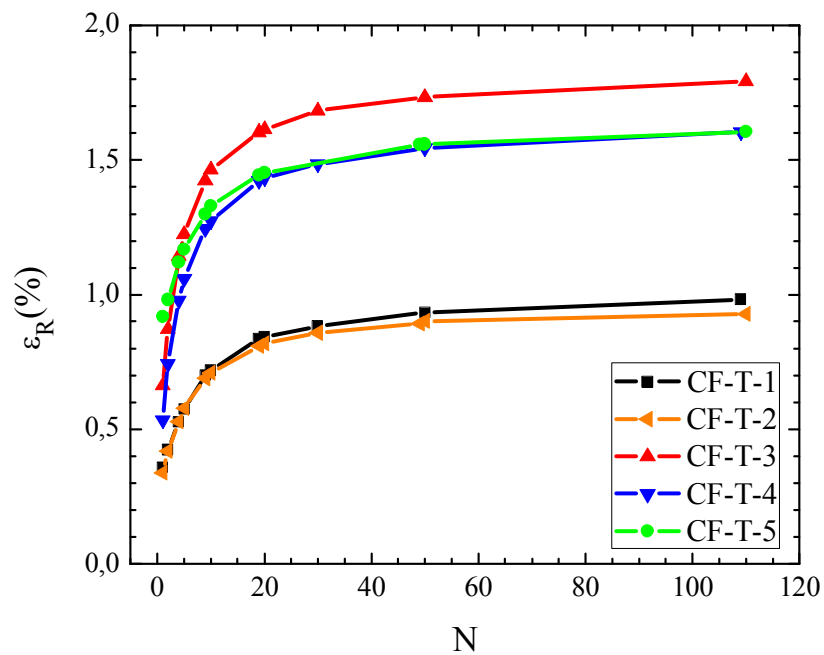


Figura 4.6. Evolución de deformaciones remanentes.

Si analizamos las tasas de la variación de las tensiones críticas por ciclo y de la deformación remanente se observa que aunque las tasas disminuyen fuertemente al comparar el ciclo inicial y el ciclo final, la evolución no se estabiliza en un número de ciclos N aproximadamente igual a 100, como lo propuesto en la bibliografía.

Este comportamiento puede observarse en la Tabla 4.2 en la que se indican las tasas de variación tensiones críticas y de la deformación remanente (para ciclos N = 1 y N = 110). Esto puede apreciarse mejor en la Figura 4.5.b. La tasa de variación para N=110, si bien pequeña, no puede despreciarse. También se puede observar que la evolución de la deformación remanente no se anula luego de los 100 ciclos iniciales. Por lo tanto, resultaría importante analizar los efectos de la fatiga funcional luego de los 100 ciclos pseudoelásticos.

Tabla 4.2. Tasas de variación de las tensiones críticas por ciclo.

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación (MPa/ciclo)	Retransformación (MPa/ciclo)	ϵ_R (%/ciclo)
CF-T-1	1	-7,66	-2,49	0,065
	110	-0,36	-0,12	8,08E-04
CF-T-2	1	-11,59	-5,06	0,08
	110	-0,33	-0,13	5,23E-04
CF-T-3	1	-17,21	-5,16	0,21
	110	-0,32	-0,19	1,00E-03
CF-T-4	1	-17,28	-4,89	0,21
	110	-0,32	-0,12	1,00E-03
CF-T-5	1	-12,26	-8,27	0,064
	110	-0,35	-0,15	7,63E-04

De los resultados obtenidos hasta el momento se puede concluir que la evolución de la fatiga funcional del alambre de NiTi analizado continúa luego de los 100 ciclos pseudoelásticos iniciales. Por lo tanto, desde el punto de vista de las aplicaciones, interesa sobremanera extender el estudio de la fatiga funcional a mayor número de ciclos, inclusive hasta la rotura. Esto será analizado en la siguiente sección.

4.3 Fatiga funcional a mayor número de ciclos.

Teniendo en cuenta las conclusiones derivadas de los ensayos descritos en la sección anterior, se decidió estudiar la fatiga funcional a número de ciclos por encima de $N = 100 - 150$. En primer lugar, se decidió continuar con el ensayo de ciclado CF-T-5. También se realizaron dos ensayos a una mayor velocidad de desplazamiento ($\dot{\Delta L} = 5 \text{ mm min}^{-1}$) para evaluar los efectos de la velocidad de deformación en la caídas de las tensiones de transformación y en la deformación remanente final (ensayos CF-T-6 y CF-T-7).

La Figura 4.7 muestra la evolución de las propiedades funcionales asociadas al efecto pseudoelástico hasta el ciclo 2000 correspondiente al ensayo CF-T-5. La rotura en este ensayo se produjo a los 2302 ciclos en la zona donde comienza el contacto del material con una de las mordazas. Para medir la evolución de las tensiones de los *plateaus* de transformación se utilizó una línea de referencia trazada paralela a la carga elástica del primer ciclo, a una deformación $\varepsilon = 3,4 \%$. Se mantuvo la línea de referencia en la misma posición que la utilizada en los ensayos descritos en la sección anterior.

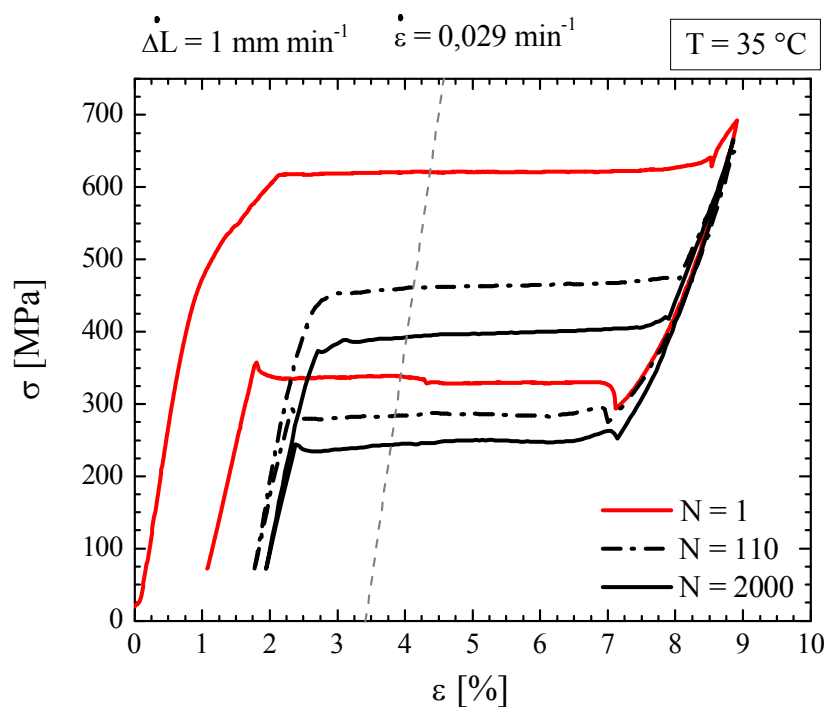
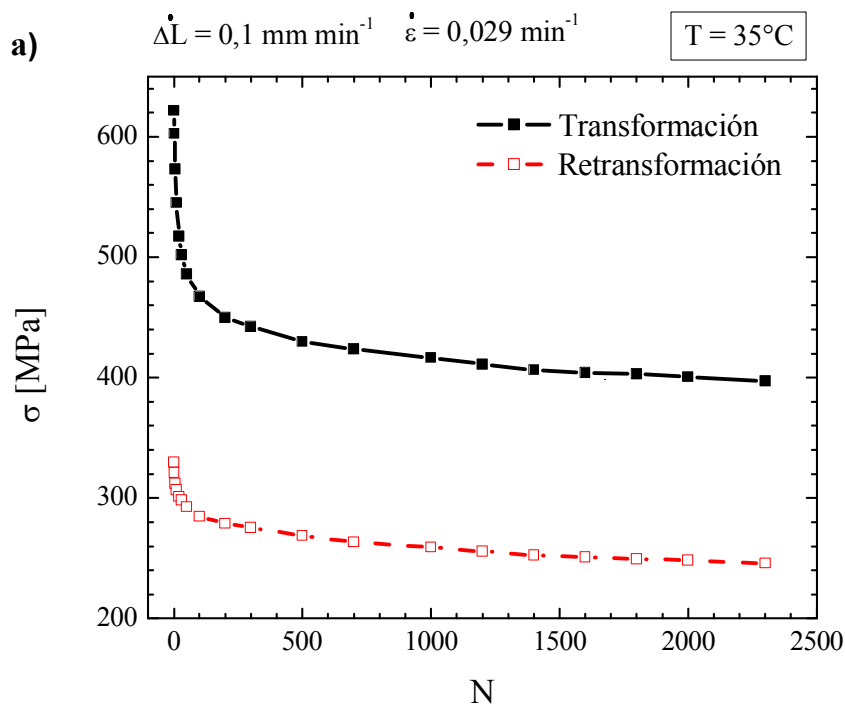


Figura 4.7. Evolución de las trayectorias σ - ε con el ciclado en el ensayo CF-T-5.

La realización de este ensayo demandó 20 días. Si se hubiera utilizado la velocidad de desplazamiento de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ el ciclado habría tardado 126 días. Observando la Figura 4.7 se puede decir que las tensiones críticas de transformación continúan disminuyendo y que la deformación remanente continúa aumentando luego de la aplicación de los 110 ciclos considerados en la sección anterior.

La Figura 4.8 muestra la evolución de las tensiones de *plateau* de transformación. La Figura 4.8.a presenta los valores en escalas lineales y la Figura 4.8.b representa los mismos resultados en escala doble logarítmica. A partir de la disminución de tensiones observadas en la Figura 4.8.a podemos inferir que en los primeros 100 ciclos ocurre el 70 % de la caída total de tensiones de transformación y el 54 % de la caída total de tensiones de retransformación experimentadas durante todo el ensayo. Queda claro que un gran porcentaje de la caída de las tensiones por efecto de la fatiga funcional se produce en los primeros 100 ciclos pero luego las variaciones, a una tasa de cambio menor continúan hasta producirse la rotura. Este comportamiento resultaría muy importante en el caso de aplicaciones donde el propio ciclado del material podría crear efectos como la pérdida de carga o el aflojamiento de estructuras [13].



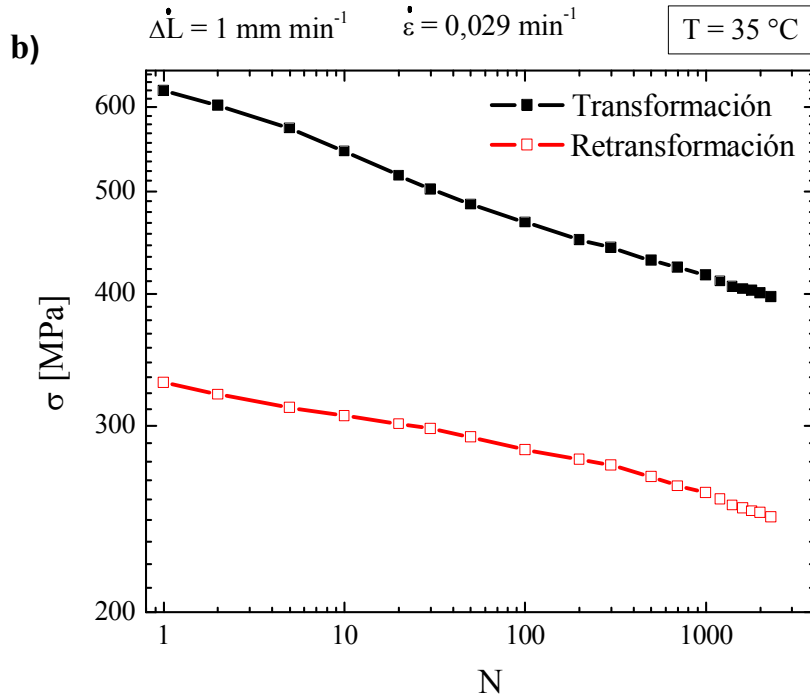


Figura 4.8. Evolución de tensiones de transformación de CF-T-5. a) Escala Lineal. b) Escala doble logarítmica.

La Tabla 4.3 muestra las tasas de disminución de tensiones para los ciclos 1, 110, 300, 1000 y 2300. Puede observarse que la tasa de variación de las tensiones, si bien disminuye fuertemente, no se hace nula luego de la aplicación de una centena de ciclos, número este considerado habitualmente como suficiente para lograr una estabilización del comportamiento del material [1,3,4,6]. Este comportamiento puede observarse más claramente en la Figura 4.8.b.

Tabla 4.3. Tasas de variación de las tensiones críticas hasta la rotura.

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación (MPa/ciclo)	Retransformación (MPa/ciclo)
CF-T-5	1	-12,26	-8,27
	110	-0,35	-0,15
	300	-0,12	-0,05
	1000	-0,04	-0,02
	2300	-0,01	-0,01

Para estudiar el efecto del aumento de la velocidad de deformación se realizaron los ensayos CF-T-6 y CF-T-7 ($\Delta L = 5 \text{ mm min}^{-1}$). En ambos casos la rotura se produjo también en la zona de contacto del alambre con una de las mordazas, a los 3363 ciclos para el ensayo CF-T-6 y a los 3474 ciclos para el ensayo CF-T-7. En la Figura 4.9 se grafican en escala logarítmica las tensiones críticas de transformación en función del número de ciclos de los tres ensayos realizados. Para determinar la evolución de las tensiones de *plateau* de transformación y retransformación se utilizó en los tres casos una línea de referencia como la mostrada en la Figura 4.7. Comparando el ensayo CF-T-5 con los ensayos de mayor velocidad de deformación (CF-T-6 y CF-T-7) se observa que la evolución de las tensiones tienen el mismo comportamiento cualitativo aunque, cuantitativamente, las variaciones tienen mayor magnitud. La tensión de transformación es un 5 % en promedio mayor en los ensayos CF-T-6 y CF-T-7 que en el ensayo CF-T-5 y la tensión de retransformación es un 13 % menor para el caso de mayor velocidad de deformación. Este comportamiento se debe a la influencia de la velocidad de desplazamiento sobre las tensiones críticas de transformación y retransformación debido a efectos térmicos [7].

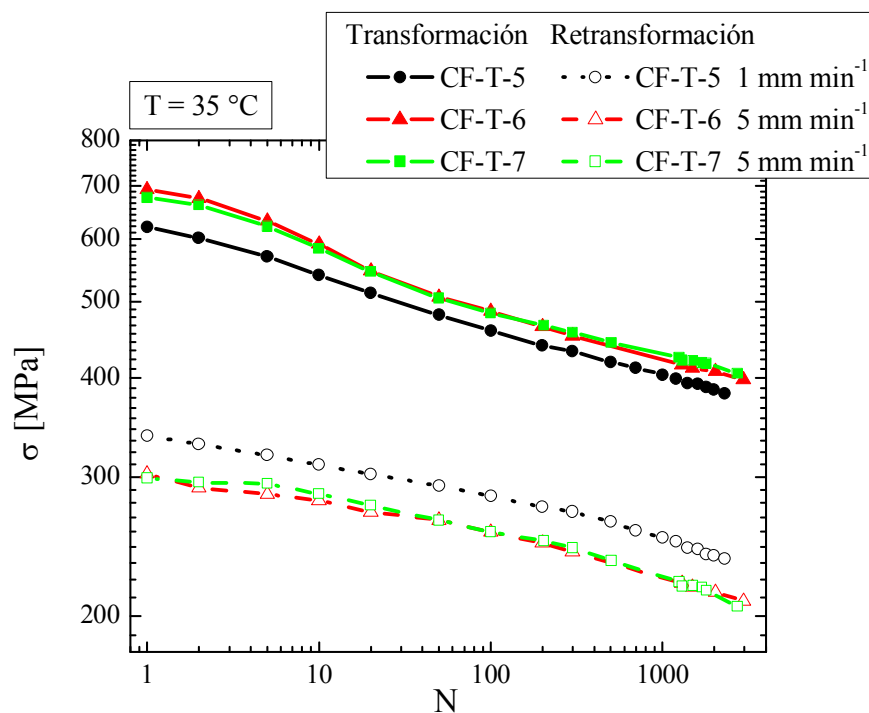


Figura 4.9. Evolución de tensiones críticas en función del número de ciclos.

Este análisis puede ser verificado al comparar las tasas de variación de las tensiones críticas por ciclo y observar que son similares en los tres ensayos realizados, ver Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Tasas de variación de las tensiones críticas hasta la rotura.

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación (MPa/ciclo)	Retransformación (MPa/ciclo)
CF-T-5	1	-12,26	-8,27
	2300	-0,01	-0,01
CF-T-6	1	-14,87	-1,42
	2852	-0,01	-0,006
CF-T-7	1	-13,64	-1,63
	2733	-0,01	-0,01

En la Figura 4.10 se graficó la deformación remanente ϵ_R de los ensayos CF-T-5, CF-T-6 y CF-T-7 en escala doble logarítmica. Puede observarse que la deformación remanente sigue aumentando luego de los 100 ciclos pseudoelásticos pero muestra un comportamiento asintótico más claro que el observado en la Figura 4.6.b, indicando que el sistema tiende a una deformación remanente total específica.

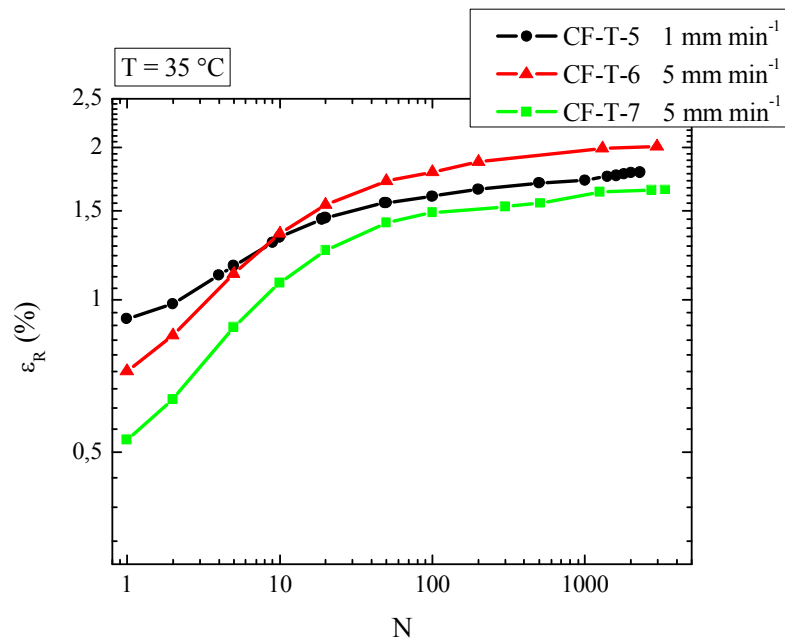


Figura 4.10. Evolución de deformaciones remanentes.

La Tabla 4.5 muestra las tasas de variaciones para los ciclos 1, 110 y 2300.

Tabla 4.5. Tasa de variación de la deformación remanente.

Ensayo	Ciclo (Número)	ε_R (%/ciclo)
CF-T-5	1	0,06
	110	7,6E-04
	2300	1,7E-05
CF-T-6	1	0,13
	110	1,4E-03
	2952	1,2E-05
CF-T-7	1	0,11
	110	0,0014
	3340	6,1E-06

Los resultados anteriores muestran que las evoluciones de los parámetros que caracterizan el comportamiento funcional de los alambres superelásticos de NiTi continúan a número de ciclos muy encima de los 100-150 habitualmente considerados como suficientes para estabilizar el comportamiento del material. De esta manera se podría decir que se ha caracterizado tanto la fatiga funcional como estructural. Sin embargo, el análisis de la falla muestra que en todos los casos la rotura se produjo en la zona de contacto mordazas-probeta, probablemente debido a la alta concentración de tensiones. Otro posible fenómeno que pudiera acelerar la etapa de iniciación de defectos en esa zona sería el de *fretting* como fue propuesto por Soria et al. (2019) [14]. Este proceso se refiere al daño originado debido al movimiento relativo y repetitivo entre dos cuerpos en contacto bajo carga. Esto indicaría que la falla por fatiga se estaría adelantando debido a la influencia de factores extrínsecos al material. Con el propósito de salvar esta limitación se propuso modificar el método de ensayo utilizado de manera de, con el mismo tipo de mordazas, evitar la ocurrencia de transformación en la zona de comienzo del contacto entre mordaza y probeta. Una primera aproximación fue la de alejar el frente de transformación de las mordazas y así evitar la interacción con las mismas. Como esta interacción se da en ambos extremos de la deformación asociada el

ciclo pseudoelástico, se recurrió la utilización de un ciclado interior de amplitud reducida.

4.4 Ciclado pseudoelástico reducido.

La transformación martensítica presenta un comportamiento localizado como se explicó en el Capítulo 2. Por lo tanto se pueden realizar ciclos sin la necesidad de completar la transformación en todo el alambre. A estos se los denomina como ciclos reducidos. El carácter localizado de la transformación se traduce en que los efectos del ciclado solo afectan la zona donde el frente ha pasado sin afectar el resto del material [3,6]. En este caso y de acuerdo a lo propuesto en la Sección 4.3, el ciclado se realizó de forma de alejar el frente de transformación de la zona de contacto con las mordazas.

A fin de verificar este comportamiento en el material estudiado se realizó el ensayo CF-R-1 para estudiar la fatiga funcional en el caso de ciclado pseudoelástico reducido. Primero se realizó un ciclo de transformación completa que luego se utilizó de referencia para analizar los efectos del ciclado reducido. Luego se deformó la muestra hasta un 5%, en ese punto se realizó el ciclado parcial aplicando un desplazamiento total de travesaño de 0,4 mm que equivale a una amplitud de deformación de 1,15 %, a su vez equivalente a un movimiento de 10 mm del frente de transformación sobre el alambre analizado. Se realizaron 108 ciclos pseudoelásticos con esta configuración a una velocidad de desplazamiento de travesaño de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ (velocidad de deformación promedio de $0,0029 \text{ min}^{-1}$) y la temperatura de ensayo de $35 \text{ }^\circ\text{C}$. Durante esta etapa del ensayo se generó y se mantuvo un solo frente de transformación. Luego se descargó la muestra para poder analizar los efectos del ciclado reducido sobre el comportamiento pseudoelástico de la misma. Como último paso se realizaron 110 ciclos completando la transformación en toda la longitud de la muestra para cuantificar los efectos del ciclado fuera de la zona ciclada. La Figura 4.12 muestra los resultados del ensayo CF-R-1. La Figura 4.12.a muestra el ciclo $N = 1$ completo de transformación, a modo de referencia, y el ciclado reducido realizado. La Figura 4.12.b muestra la descarga luego de realizar los 108 ciclos reducidos. Para medir la evolución de las tensiones de los *plateaus* de

transformación se utilizó una línea de referencia, como se puede observar en la Figura 4.12.a. La misma fue trazada paralela a la carga elástica del primer ciclo y fue ubicada a una deformación $\varepsilon = 3,4 \%$ de forma de poder realizar la medición en todos los ciclos reducidos. El análisis de los efectos del ciclado reducido en el resto del alambre, donde el frente no tuvo movimiento, se realizó comparando las curvas σ - ε del ciclo $N = 1$ como referencia y el ciclo de descarga $N = 110$ (Figura 4.12.b). Cabe aclarar que en el ciclo de descarga se completó la transformación para analizar el efecto en las propiedades funcionales del ciclado reducido en toda la muestra.

En la Figura 4.12.a se puede observar el ciclo $N = 1$ donde se completó la transformación martensítica en toda la longitud de la muestra. En el ciclo $N = 2$ se deformó la muestra de forma tal que el frente de transformación se posicionó cerca del centro de la zona libre de ensayo y se comenzó con el ciclado parcial. Este ciclado parcial se detuvo en el ciclo $N = 109$. En la Figura 4.12.b se puede observar el ciclo $N = 110$ en donde se completó la transformación del resto de la muestra para luego descargar completamente. Se puede observar en este ciclo que cuando el frente de transformación entra en la zona de la muestra que se mantuvo en fase austenita (Zona A de la Figura 4.12.b) la tensión del *plateau* de transformación fue de 590 MPa. Observando la Zona 1 de la Figura 4.12.a se advierte que la tensión de transformación correspondiente a la zona que se mantuvo en fase martensita fue también de 590 MPa. Teniendo en cuenta que para ambas zonas de la muestra el frente de transformación pasó a través de ellas por segunda vez, sería lógico este resultado, pero se debe tener en cuenta que en el caso de la Figura 4.12.b toda la muestra fue afectada por 110 ciclos de carga.

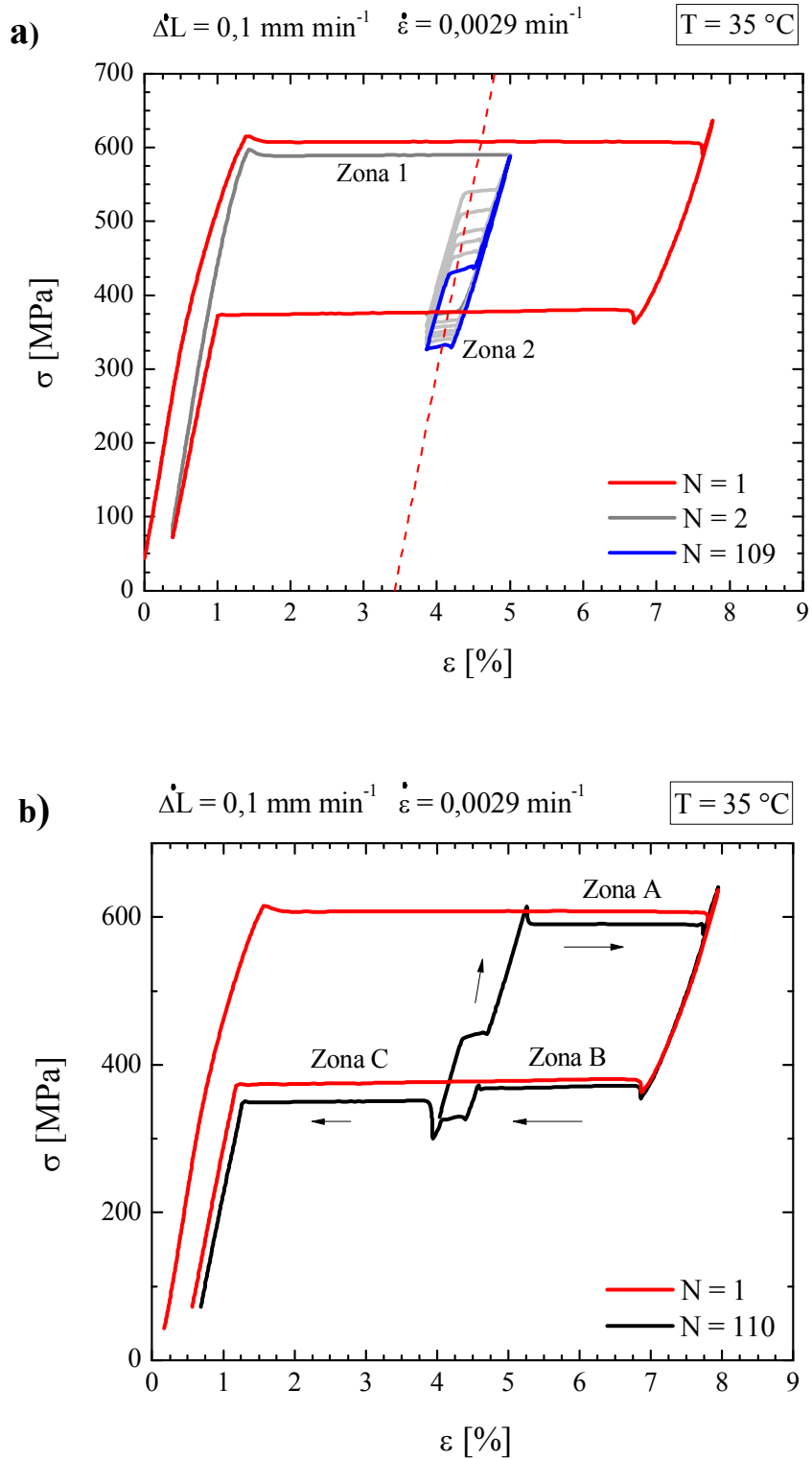


Figura 4.12. (a) Evolución de las trayectorias σ - ε con el ciclado del ensayo CF-R-1. (b) Ciclo de descarga del ensayo CF-R-1.

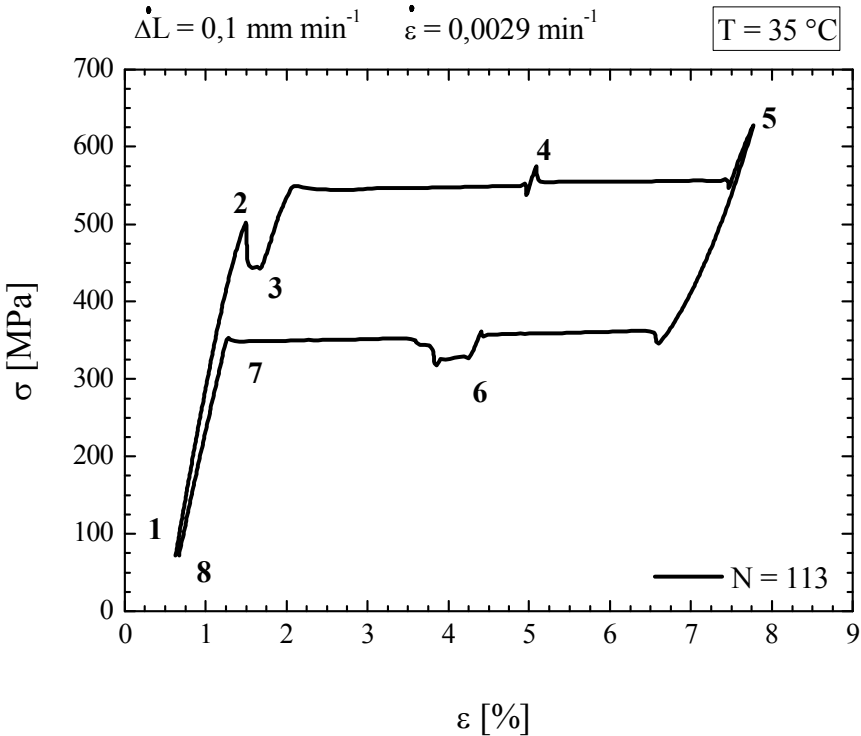
Al descargar la muestra la tensión de retransformación de la zona en fase austenita (Zona B de la Figura 4.12.b) fue de 370 MPa lo que concuerda con el paso por segunda

vez del frente de retransformación por esa zona. Esto se puede comprobar comparando con los resultados del ciclado del Ensayo CF-T-1 que, con condiciones de ensayo similares pero completando la transformación en todo el alambre, la tensión de retransformación del segundo ciclo fue de 360 MPa (ver Figura 4.5). Este comportamiento puede ser explicado porque los efectos de la fatiga funcional sólo se produjeron en la zona donde el frente de transformación tuvo movimiento durante el ciclado (Zona 2 de la Figura 4.12.a). La zona del material que se mantuvo en fase martensita (Zona C de la Figura 4.12.b) exhibió una caída de la tensión de retransformación con respecto a la zona que se mantuvo en austenita. Esta zona fue transformada a martensita en el ciclo de carga, se mantuvo en esta fase durante todo el ciclado y se retransforma a fase austenita cuando la deformación aplicada bajó del 4 %. Esta relajación podría estar relacionada con la estabilización de la fase martensita, considerando lo reportado en [10]. Una vez descargada la muestra se realizaron 110 ciclos adicionales, aunque ahora completos. Esto significa, transformando toda la longitud de alambre libre entre mordazas para estudiar el comportamiento del frente de transformación en la zona ciclada. Los límites de este ciclado fueron dados por carga (ver Tabla 4.1) de forma de asegurarse de completar la transformación y evitar la descarga de la muestra debido a la deformación remanente relacionada con el ciclado pseudoelástico.

En las Figuras 4.13, 4.14 y 4.15 se grafican las curvas σ - ϵ de los ciclos $N = 113$, $N = 124$, $N = 130$ y $N = 220$ (lo que significan 3, 14, 20 y 110 ciclos completos adicionales a los 110 ciclos reducidos, respectivamente). Se pudo observar que durante los primeros ciclos completos adicionales, la nucleación de martensita se producía en la zona del alambre afectada por el ciclado reducido previo. Luego, alrededor del ciclo $N = 120$, se verificó que la transformación comenzaba en la zona de mordazas. Este proceso se explica a continuación. Se analiza en primer lugar el ciclo $N = 113$ como se puede observar en la Figura 4.13.a y en la Figura 4.13.b se muestra esquemáticamente el comportamiento del frente de transformación durante el ciclo 113. La zona acotada con la distancia “L”, limitada por las posiciones min y max indican la longitud del alambre donde el frente de transformación se movió durante el ciclado reducido y se

esquematizan las mordazas de apriete utilizadas en el ensayo. El número de esquema se corresponde con los comportamientos marcados en la curva tensión-deformación.

a)



b)

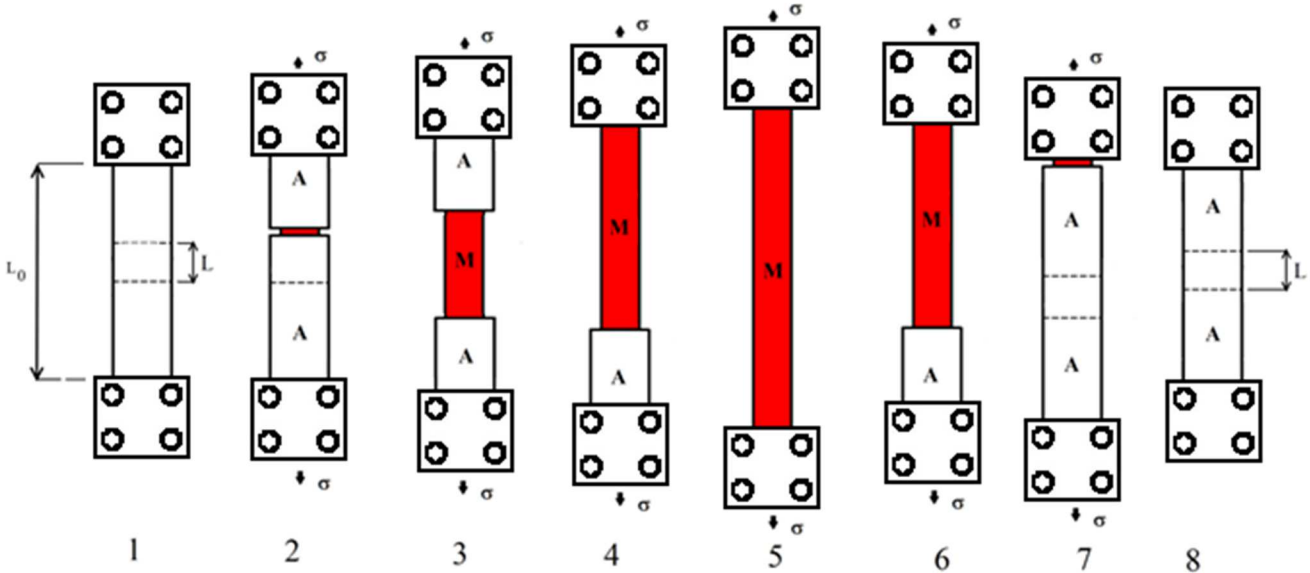


Figura 4.13. (a) Curva σ - ϵ del ciclo 113. (b) Esquema del comportamiento del frente de transformación durante el ciclo completo.

Al comenzar a deformar la muestra, la nucleación de martensita se produce en la zona ciclada en la primera etapa (Zona 2 de la Figura 4.13.a, esquema 2 de la Figura 4.13.b). Este comportamiento ocurriría porque la disminución de la tensión de transformación en esa zona fue de 158 MPa y la misma es mayor a la tensión necesaria para nuclear un nuevo dominio de martensita que es del orden de los 70 MPa [8,9]. Este comportamiento se puede explicar debido a los efectos de la fatiga funcional producidos por el ciclado reducido en esa zona del material. Una vez que toda la zona ciclada se ha transformado, la carga sube y el frente se continúa moviendo en la zona que se transformó la primera vez, hasta llegar a la mordaza. Ver esquema 3 y 4 de la Figura 4.13.b. Cuando el frente llega a la mordaza la transformación continúa en la zona del material que siempre se mantuvo en fase austenítica (ver esquema 5 de la Figura 4.13.b). Para que la transformación continúe se observa un pico de tensión (Zona 4 de la Figura 4.13.a). Este fenómeno demuestra que se dificulta el movimiento del frente de transformación debido a una posible estabilización de la fase austenita [10]. Al completar la transformación en todo el alambre la muestra es descargada. La retransformación comienza en la mordaza donde el material siempre se mantuvo en fase austenítica debido a que la tensión de retransformación es mayor en esa zona (Esquema 6 de la Figura 4.13.b) y el frente de transformación avanza hasta la zona ciclada (Zona 6 de la Figura 4.13.a). El frente pasa por la zona ciclada donde la tensión de retransformación es mucho menor debido al ciclado, y termina la retransformación en la mordaza donde la muestra se mantuvo en fase martensita (Esquemas 7 y 8 de la Figura 4.13.b).

Analizando los ciclos $N = 124$ y $N = 130$ (Figuras 4.14 y 4.15, respectivamente) se puede observar que al avanzar con el ciclado la transformación deja de comenzar en la zona pre-ciclada. Este fenómeno puede ser explicado porque las tensiones de transformación en las distintas zonas del material van disminuyendo por efectos de la fatiga funcional que se describió anteriormente. Esto resulta en que, ahora sea más favorable el movimiento de frentes de transformación desde las mordazas. Finalmente en el ciclo $N = 130$ se observó que el frente de transformación avanzó desde una de las mordazas.

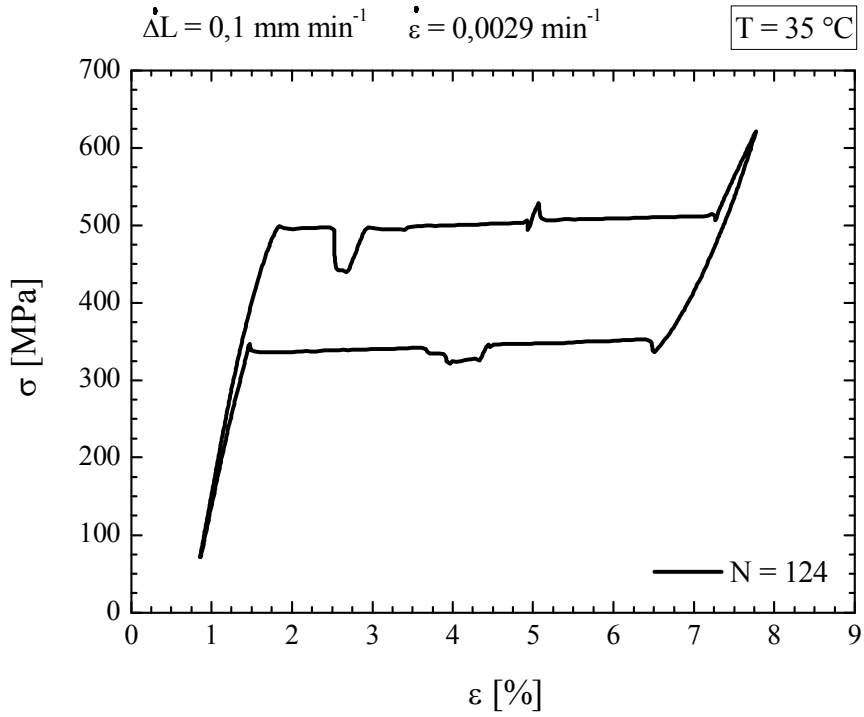


Figura 4.14. Curva σ - ε del ciclo 124

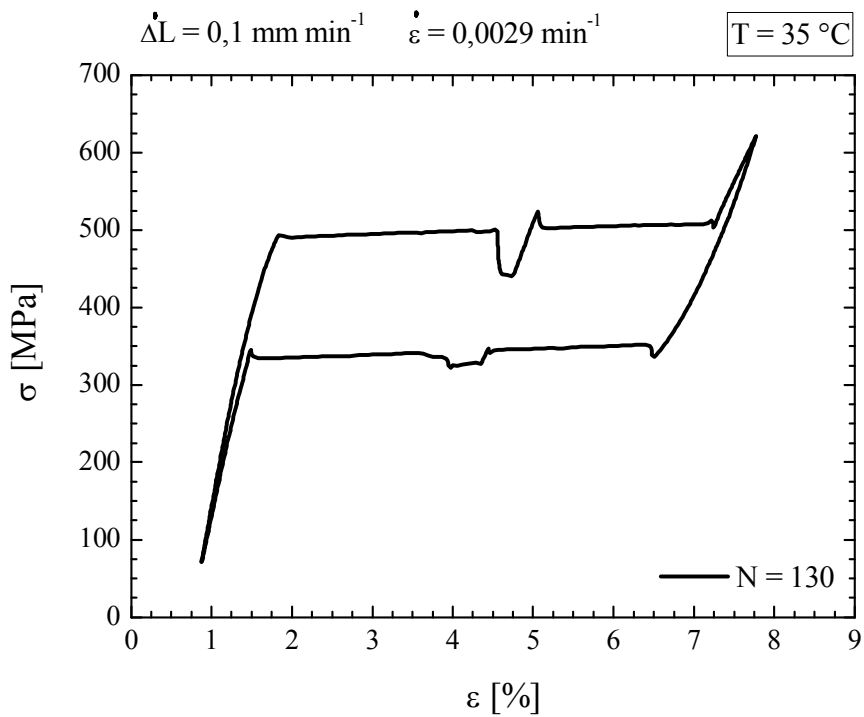


Figura 4.15. Curva σ - ε del ciclo 130

El proceso que se observa entre el ciclo 124 y el 130 (Figuras 4.14 y 4.15) puede ser explicado porque la tensión de transformación deja de ser constante. La tensión de transformación va disminuyendo con el número de ciclos, pero no de manera uniforme. Como se comentó antes al describir la Figura 4.1, esto se debería a efectos de estabilización de la martensita en las zonas que se mantienen transformadas mayor tiempo a lo largo del ciclo completo [10]. Por lo tanto, a medida que el frente de transformación avanza, la tensión necesaria va aumentando haciendo más propicio que un frente de transformación se nucleee en la zona ciclada. Este comportamiento explicaría que la transformación comience en las mordazas, y que a una deformación aplicada del 2,5 % continúe en la zona ciclada, ver Figura 4.14. Luego de varios ciclos (ver Figura 4.15), la diferencia de tensión entre la zona ciclada y la zona sin ciclar es menor a los 70 MPa (pico de tensión necesario para que se produzca la nucleación [5, 6]) y por lo tanto el frente de transformación avanza desde la mordaza en vez de nuclear en la zona ciclada.

En la Figura 4.16 se presenta el último ciclo de transformación completa ($N = 220$). La zona ciclada en la primer etapa (ciclado reducido) se vio afectada de menor manera que el resto del material. Esto puede ser explicado por el menor efecto de la fatiga funcional luego de los primeros 100 ciclos pseudoelásticos realizados en la primera etapa del ensayo, como se analizó anteriormente.

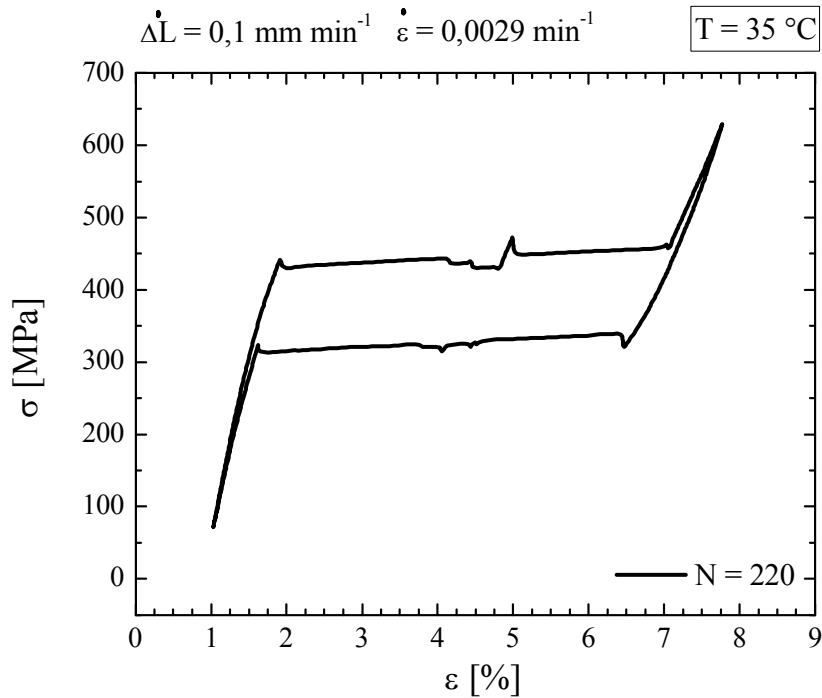


Figura 4.16. Curva σ - ϵ del ciclo 220

Para cuantificar el efecto del ciclado pseudoelástico reducido en las características funcionales del alambre estudiado se compararon las curvas σ - ϵ del ciclado reducido (ensayo CF-R-1) con el ensayo CF-T-1 de ciclado completo. Ambos ensayos fueron realizados a la misma velocidad de desplazamiento de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ (velocidad de deformación promedio de $0,0029 \text{ min}^{-1}$) y la misma temperatura de ensayo ($T = 35 \text{ }^\circ\text{C}$). En la Figura 4.17 se superpusieron los ciclos completos $N = 1$ de ambos ensayos. Se puede observar una muy buena superposición entre ambos. Esto permite hacer una buena comparación de los efectos de la fatiga funcional relacionada con estos dos tipos de ensayo (reducido y completo).

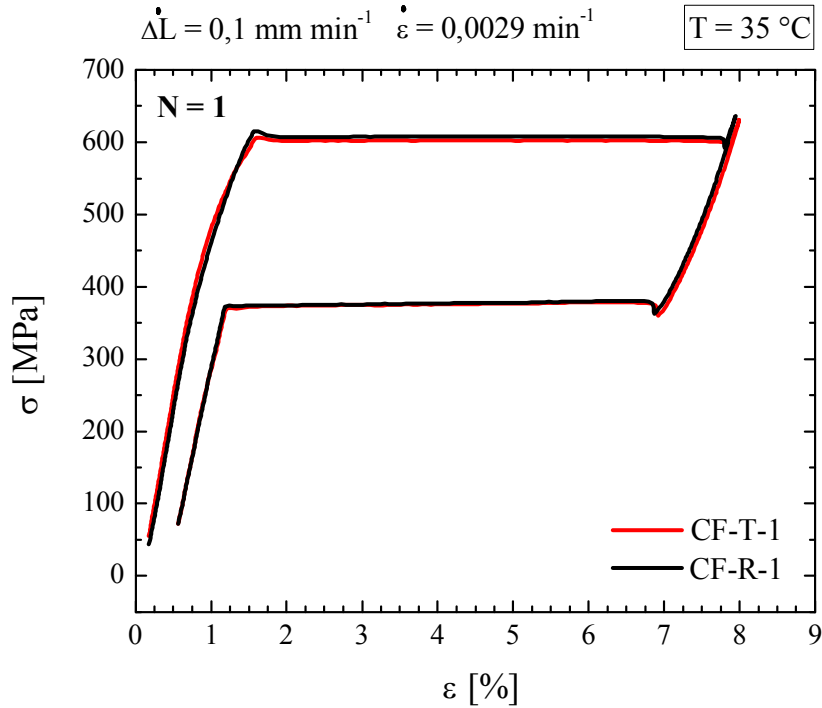


Figura 4.17. Comparación ciclo $N=1$ de ensayos CF-T-1 y CF-R-1.

En la Figura 4.18 se grafica el ciclo $N = 109$ correspondiente a los ensayos CF-T-1 y CF-R-1. Se puede observar que las tensiones críticas en ambos casos son similares. En el caso del ensayo CF-R-1 la tensión comienza a subir luego de aplicar una deformación del 4,6 % porque el frente necesita mayor tensión para continuar desplazándose en la zona del alambre que permaneció sin transformaciones adicionales a la sufrida en el primer ciclo representado en la Figura 4.17 (corresponde al comportamiento observado en el ciclo $N = 110$ de la Figura 4.12.b).

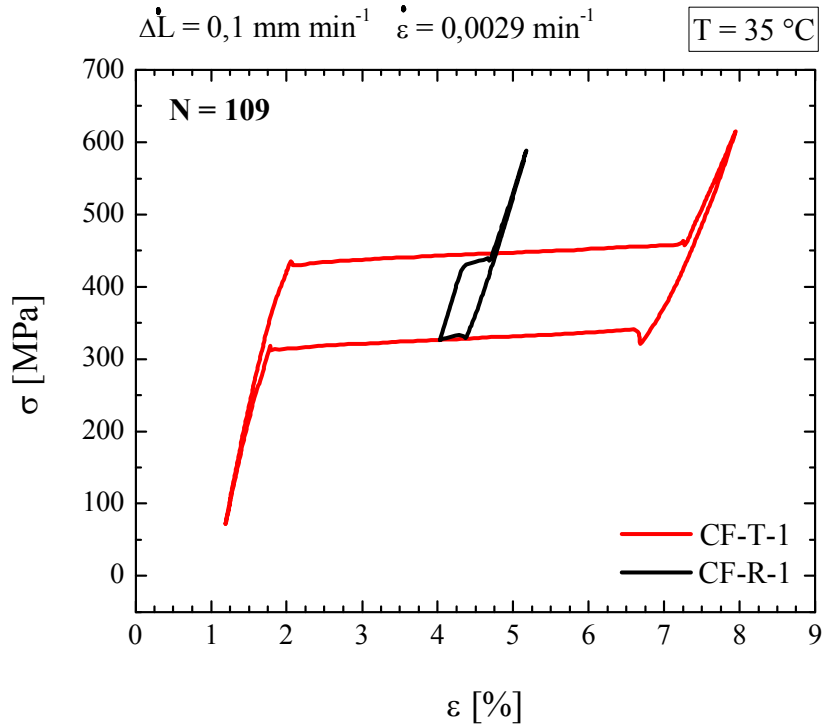


Figura 4.18. Comparación ciclo $N=109$ de los ensayos CF-T-1 y CF-R-1.

En la Figura 4.19 se compara el ciclo $N=110$ de ambos ensayos donde se puede observar como la transformación martensítica afectó de manera diferenciada la zona de la probeta donde el frente de transformación tuvo movimiento durante el ciclado reducido. Este efecto queda fuertemente en evidencia al comparar el *plateau* de transformación de la zona donde la muestra se mantuvo en fase austenita en el ensayo CF-R-1 (Zona 1 de la Figura 4.19) y la tensión crítica en el caso del ensayo CF-T-1. La tensión de *plateau* del ensayo CF-R-1 es 138 MPa mayor a la tensión en el ensayo CF-T-1, diferencia que se corresponde con el número de ciclos o número de transformaciones realizadas. También se puede observar la inclinación de los *plateau* de transformación y retransformación del ensayo CF-T-1, comportamiento que no se observa en las zonas no afectadas por el movimiento del frente de transformación en el ensayo CF-R-1.

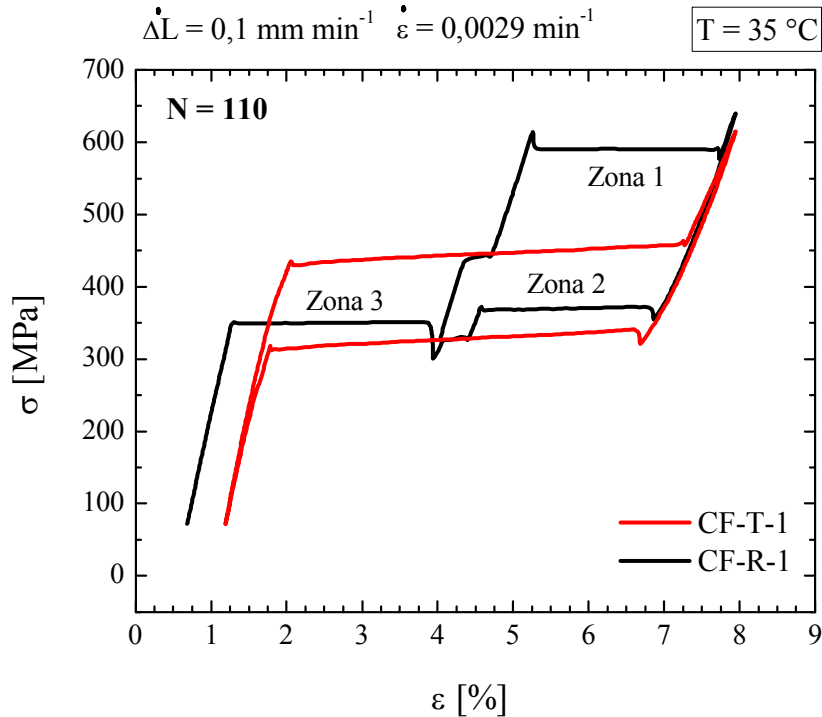


Figura 4.19. Comparación ciclo $N=110$ de los ensayos CF-T-1 y CF-R1.

La deformación remanente final, luego de realizar 110 ciclos, fue de 0,98 % para el ciclado completo (ensayo CF-T-1) y del 0,49 % para el ciclado reducido (ensayo CF-R-1). Esta diferencia en la deformación remanente final se debería a que existe una proporcionalidad directa entre la deformación remanente y la amplitud de deformación aplicada como fue sugerido en [6,15]. Por lo tanto, a mayor deformación final aplicada mayor deformación remanente final.

En la Figura 4.20 se muestran los ciclos finales de los ensayos CF-T-1 (ciclo 110) y CF-R-1 (ciclo 220: 110 ciclos reducidos más 110 ciclos totales). En el caso del ciclado completo del ensayo CF-R-1 las tensiones, histéresis y deformación remanente son similares al comportamiento del ensayo CF-T-1 y no aparece un efecto evidente del ciclado previo en las características funcionales del material fuera de la zona donde se realizó el ciclado reducido.

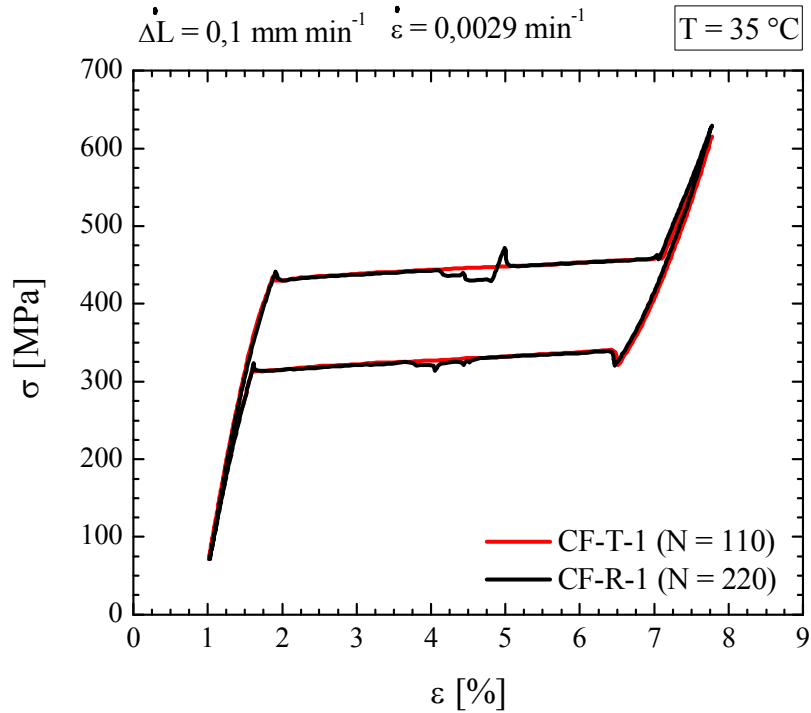


Figura 4.20. Ciclos finales de los ensayos CF-T-1 y CF-R-1.

Por último, a fin de analizar los efectos térmicos de la velocidad de deformación en ciclados reducidos se realizó el ensayo CF-R-2 a la misma temperatura y con la misma amplitud de deformación utilizada en el ensayo CF-R-1 (1,15 %) pero a una velocidad de desplazamiento de travesaño un orden de magnitud mayor ($\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$). En este caso la transformación también se desarrolló con un solo frente, originado en una de las mordazas. En la Figura 4.21 se muestra la curva σ - ε del ciclado pseudoelástico reducido realizado en el ensayo CF-R-2. Para determinar la evolución de las tensiones de los *plateaus* de transformación se utilizó una línea de referencia. La misma fue ubicada a una deformación $\varepsilon = 3,4 \%$, de manera de poder comparar adecuadamente los resultados obtenidos con las mediciones realizadas en el ensayo CF-R-1.

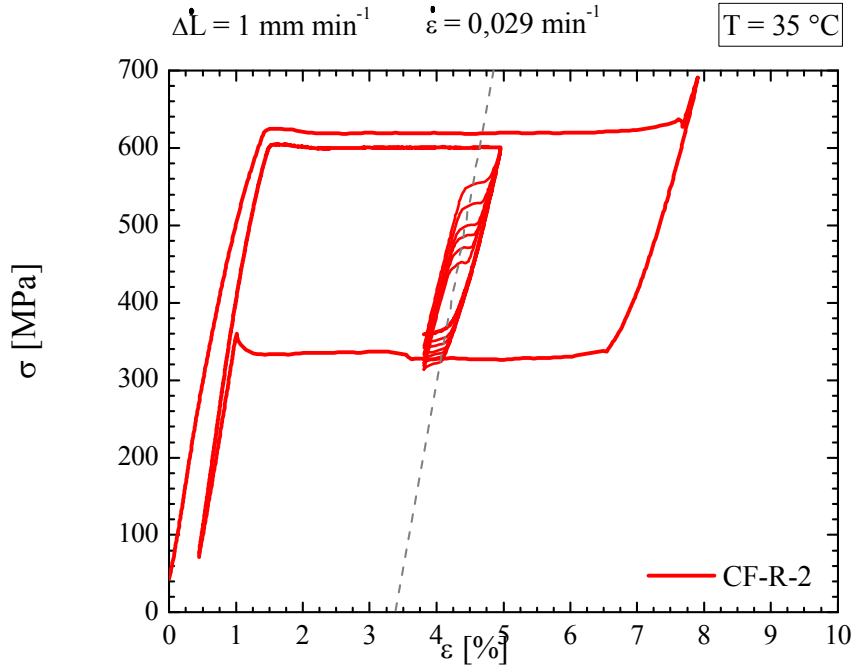


Figura 4.21. *Ensayo CF-R-2.*

La Figura 4.22 muestra la evolución de las tensiones críticas de transformación en función del número de ciclos de los ensayos CF-R-1 y CF-R-2 durante el ciclado reducido. Se agregó la evolución de tensiones del ensayo CF-T-1 a modo de referencia. Analizando la Figura 4.22 se puede observar que las tensiones críticas presentan el mismo comportamiento en los tres casos. Esto también se puede observar al comparar las respectivas tasas de variación por ciclo listadas en la Tabla 4.6. Se observa que los tres ensayos presentan tasas de evolución de tensiones similares.

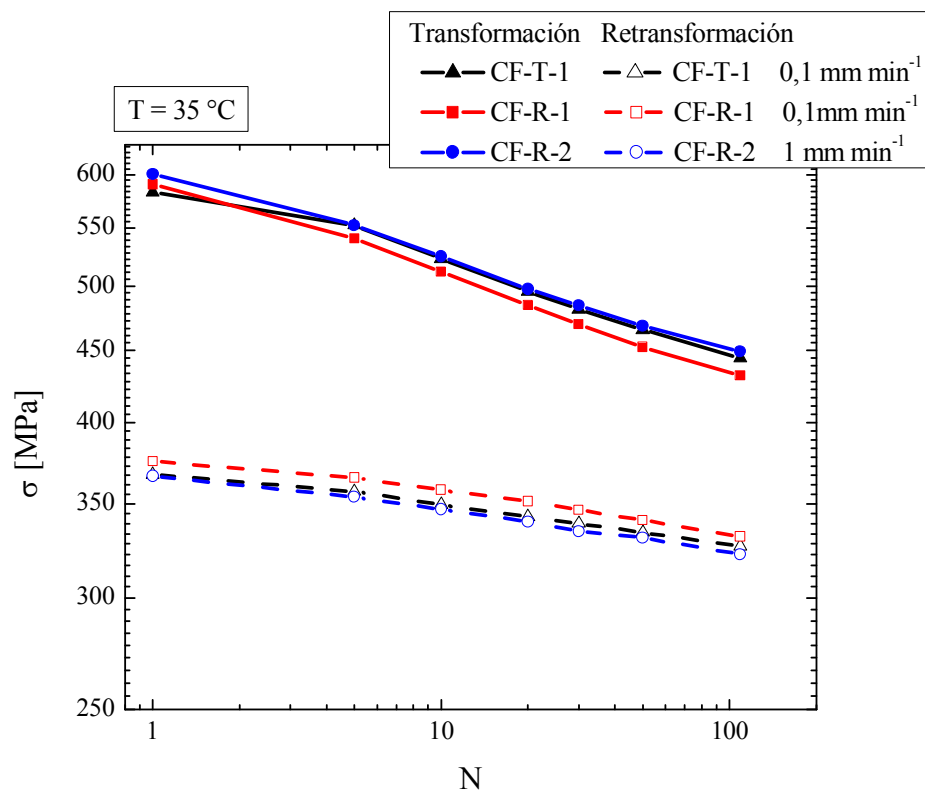


Figura 4.22. Evolución de las tensiones críticas de transformación de los ensayos CF-T-1, CF-R-1 y CF-R-2.

Tabla 4.6. Tasas de variación de las tensiones críticas.

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación (MPa/ciclo)	Retransformación (MPa/ciclo)
CF-T-1	1	-7,66	-2,49
	110	-0,36	-0,12
CF-R-1	1	-12,52	-2,45
	110	-0,35	-0,15
CF-R-2	1	-12,10	-3,08
	110	-0,33	-0,15

De los resultados obtenidos se puede decir que la caída de las tensiones de transformación en todos los casos no difiere mucho del realizado a transformación completa con un comportamiento cuasiestático. Por lo tanto, se podría concluir que los efectos de la fatiga funcional no dependerían de la cantidad de material transformado sino del número de transformaciones que sucedieron en el material. Además, la deformación

remanente luego del ciclado reducido es del mismo orden en ambos casos ya que para el ensayo CF-R-1 fue de 0,16 % mientras que para el ensayo CF-R-2 fue de 0,17 %.

4.5 Ensayos de ciclado pseudoelástico reducido para $N > 110$ ciclos.

Teniendo en cuenta el comportamiento observado en la sección anterior se realizaron dos ensayos de ciclado pseudoelástico reducido hasta llegar a la rotura de la muestra (ensayos CF-R-3 y CF-R-4 de la Tabla 4.1) a una velocidad de desplazamiento $\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$. La Figura 4.23 muestra la evolución de las propiedades funcionales asociadas al efecto pseudoelástico hasta el ciclo 3600, correspondiente al ensayo CF-R-3. La rotura se produjo a los 3602 ciclos en la zona de contacto del material con la mordaza. Para determinar la evolución de la tensión de transformación y retransformación se utilizó una línea de referencia paralela a la carga elástica del primer ciclo, ubicada a una deformación $\varepsilon = 4 \%$ de forma de realizar las mediciones a la mitad del *plateau* de ciclado reducido.

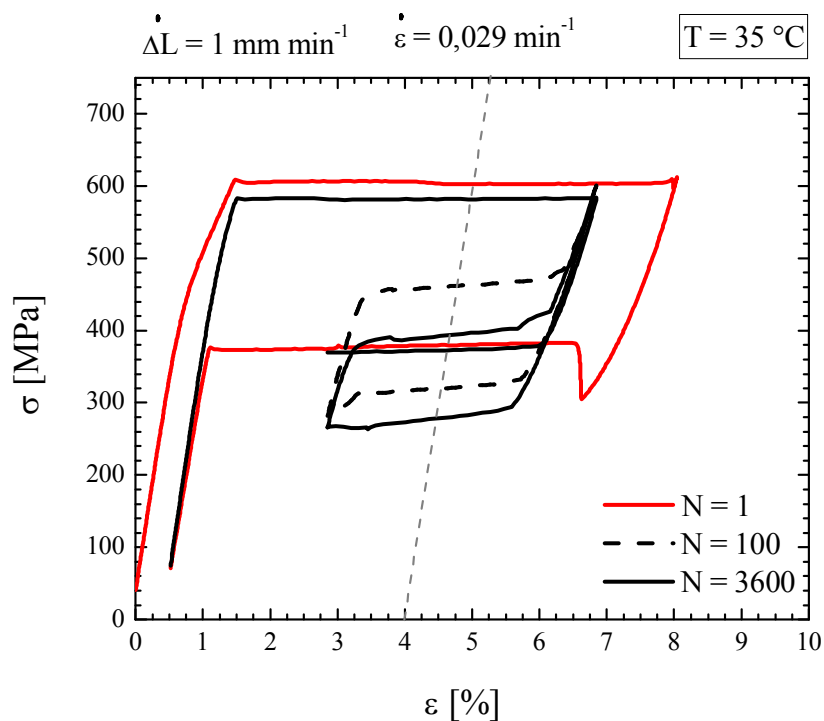
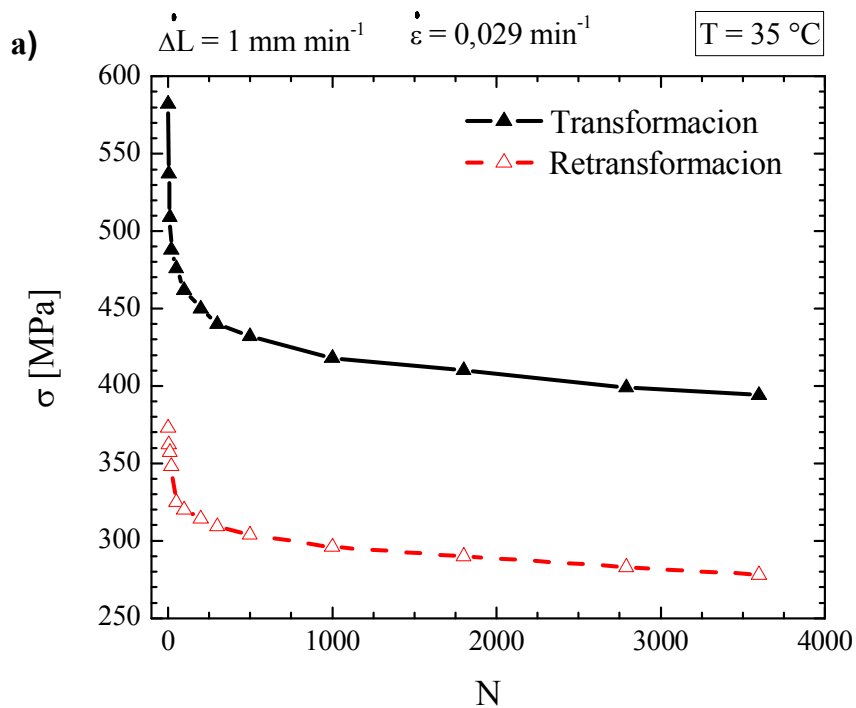


Figura 4.23. Evolución de las trayectorias σ - ε con el ciclado hasta la rotura del ensayo CF-R-3.

En la Figura 4.24 se muestran las tensiones de *plateau* de transformación y retransformación determinadas por la intersección de la línea de referencia, mostrada en la Figura 4.22, con las curvas σ - ε de cada ciclo. La Figura 4.24.a presenta los valores en escalas lineales y la Figura 4.24.b representa los mismos valores en escala doble logarítmica. Analizando la caída de tensiones en la Figura 4.24 podemos inferir que en los primeros 100 ciclos ocurre el 64 % de la caída total de tensiones de transformación y el 53 % de la caída total de tensiones de retransformación observadas durante todo el ensayo. Estos valores se corresponden con los observados en el ensayo CF-T-5 que fueron del orden del 70 % y del 54 % para cada caso



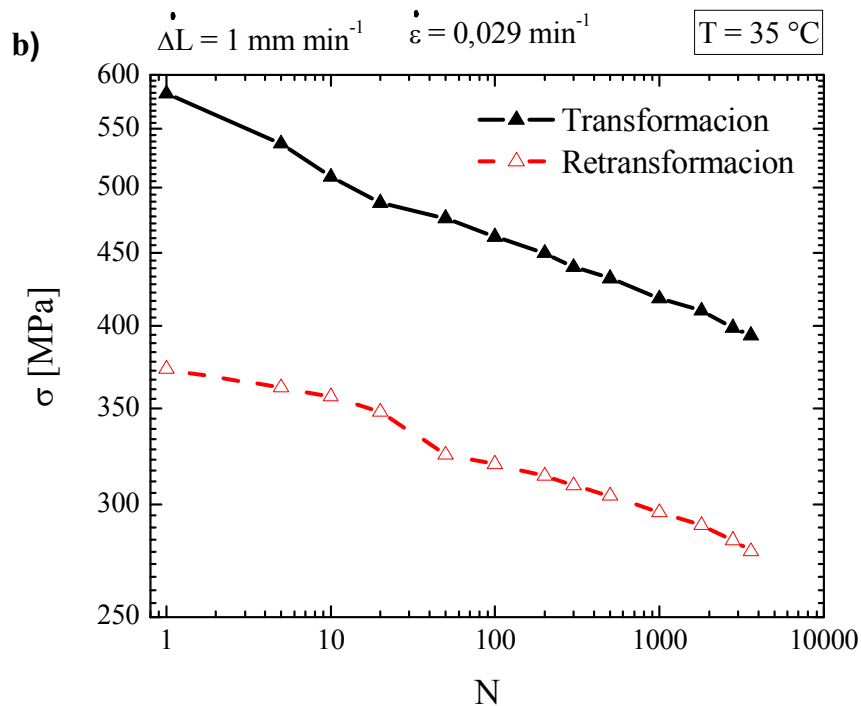


Figura 4.24. Evolución de tensiones de transformación del ensayo CF-R-3. **(a)** Escala lineal. **(b)** Escala doble logarítmica.

En la Figura 4.25 se muestran las tensiones de *plateau* de transformación y retransformación del ensayo CF-R-4. La Figura 4.25.a presenta los valores en escalas lineales y la Figura 4.25.b representa los mismos valores en escala doble logarítmica. Este ensayo se realizó bajo las mismas condiciones que el ensayo CF-R-3 y tuvo como objetivo corroborar la repetitividad de los datos obtenidos y que el problema de la rotura en mordazas era persistente. La rotura se produjo a los 5139 ciclos en la zona de contacto del material con la mordaza. Las caídas de tensiones muestran una caída cuyo comportamiento es del tipo al encontrado en el ensayo CF-R-3.

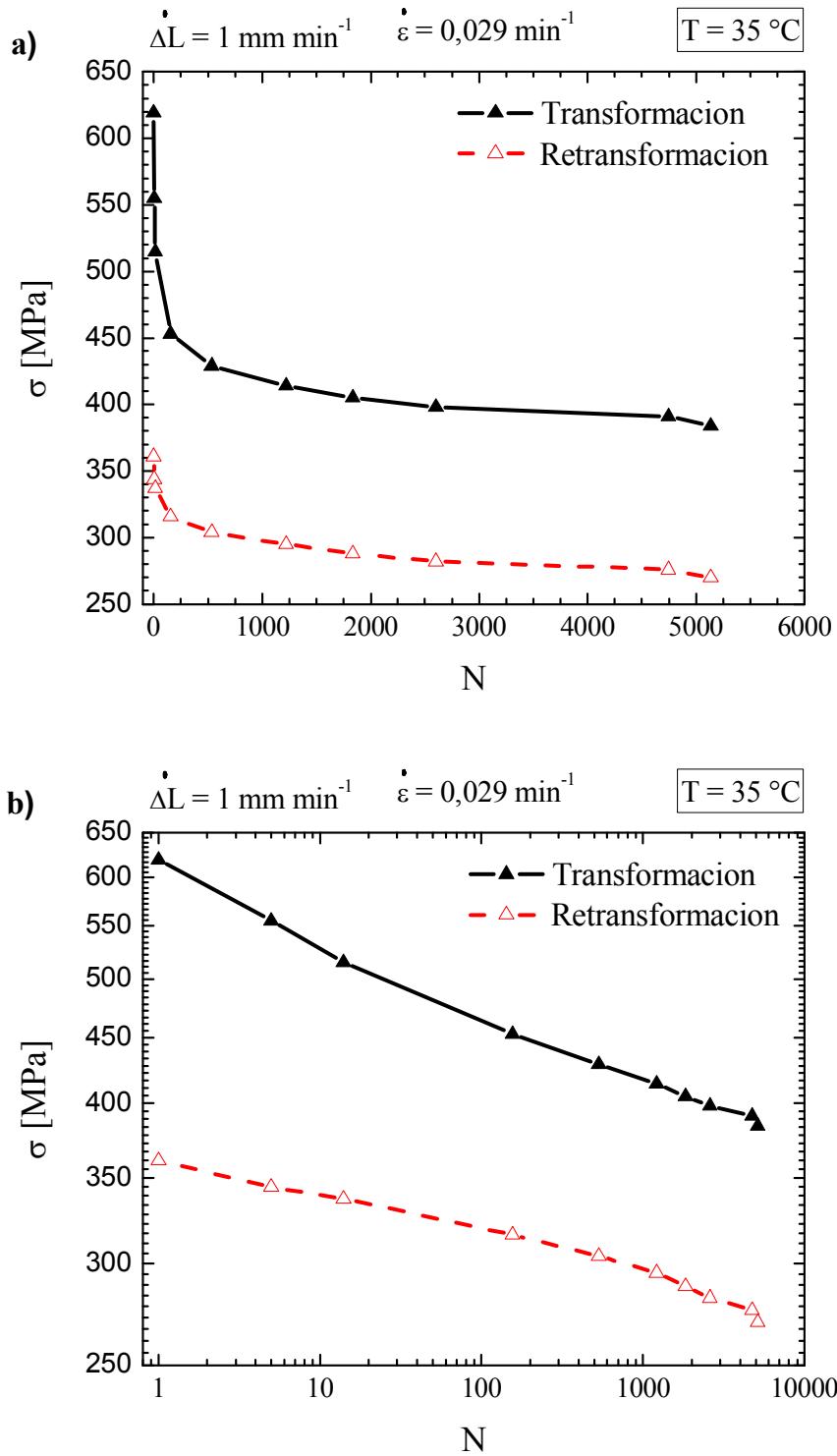


Figura 4.25. Evolución de tensiones de transformación del ensayo CF-R-4. **(a)** Escala lineal. **(b)** Escala doble logarítmica.

Comparando las tasas de variaciones obtenidas en los ensayos CF-R-3 y CF-R-4 con el comportamiento observado en el ensayo CF-T-5, realizado a una velocidad $\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$ y ciclado a transformación completa, se pueden encontrar similitudes en

las mismas (ver Tabla 4.7). Este comportamiento mostraría que los efectos de la fatiga funcional no se verían afectados por la cantidad de material transformado luego de los 100 ciclos pseudoelásticos y hasta la rotura observada.

Tabla 4.7. *Tasas de variación de las tensiones críticas.*

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación MPa/ciclo	Retransformación MPa/ciclo
CF-T-5	1	-12,26	-8,27
	110	-0,35	-0,15
	2300	-0,01	-0,01
CF-R-3	1	-11,25	-2,75
	110	-0,28	-0,10
	3600	-0,01	-0,01
CF-R-4	1	-16,00	-4,25
	110	-0,44	-0,15
	5136	-0,01	-0,005

Finalmente, la Figura 4.26 muestra los resultados de todos los ensayos realizados a 35 °C. Puede observarse que en todos los casos se obtuvieron tendencias y pendientes similares en la evolución de las tensiones de transformación / retransformación con el número de ciclos. Podrían tomarse los valores correspondientes al ensayo CF-T-5 como representativos.

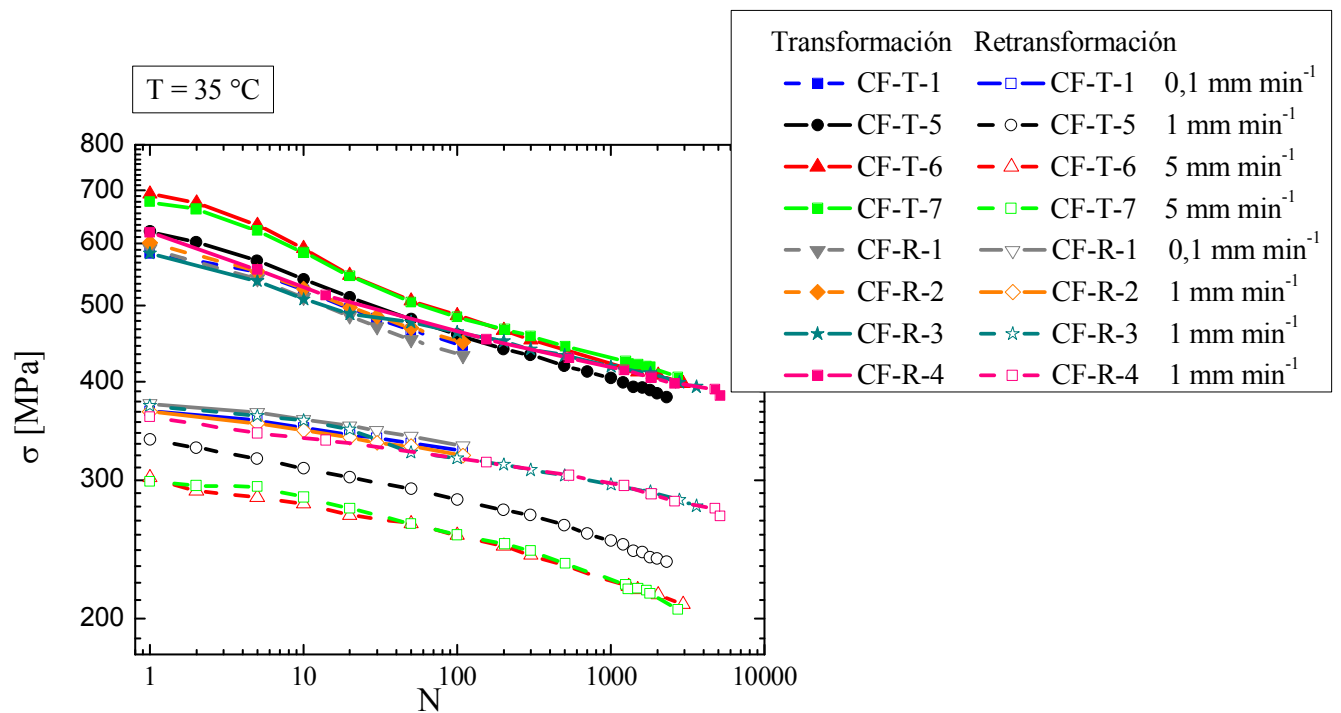


Figura 4.26. Ensayos de fatiga pseudoelástica a 35 °C.

Analizando los resultados obtenidos se puede establecer la viabilidad de estudiar los efectos de la fatiga funcional sobre las tensiones críticas de transformación, mediante la realización de ensayos de ciclado reducido. Sin embargo, si bien la metodología permite evitar las transformaciones cíclicas en las mordazas, se detectó la limitación del arreglo experimental propuesto ya que la rotura sigue generándose en la zona de contacto mordazas-muestra, lo que obliga a buscar una mejora adicional que permita evitarlo. Es imperativo minimizar los efectos extrínsecos en las mordazas para localizar el fenómeno de fractura en la zona libre del alambre con ciclado pseudoelástico.

4.6 Conclusiones.

Se estudió el comportamiento hasta la rotura mediante ensayos de ciclado de transformación completa y ciclado reducido y se compararon los efectos en el comportamiento funcional en ambos casos.

Se comprobó el comportamiento funcional del material estudiado hasta los 110 ciclos pseudoelástico y su concordancia con lo informado por la bibliografía. Además, se estudió el efecto de la velocidad en la transformación martensítica y su relación con la temperatura dentro de ese mismo régimen de ciclos.

Se mostró que la evolución de las características funcionales continúa a un mayor número de ciclos que los informados en otros trabajos. También se comprobó que el comportamiento de la evolución de tensiones críticas de transformación no depende de la cantidad de material transformado.

Los efectos intrínsecos de la fatiga estructural no pudieron ser analizados debido a que persiste la fractura del alambre en contacto con las mordazas, probablemente debido a la alta concentración de tensiones y también a los fenómenos de *fretting* que pudieran acelerar la etapa de iniciación de defectos en esa zona. Esto requiere una mejora adicional de la metodología experimental que permita evitar la falla en mordazas.

Teniendo en cuenta lo estudiado hasta el momento, en el próximo capítulo se propone una nueva metodología de ensayo que no solo evite la interacción de los frentes de transformación con las mordazas sino que también se busca alejar la transformación martensítica de las mismas. Además se propone la utilización de mordazas cuyas condiciones de contacto con el alambre sean menos severas, a efectos de minimizar los efectos extrínsecos en las mordazas para localizar el fenómeno de fractura en la zona libre del alambre con ciclado pseudoelástico.

4.7 Referencias.

- [1] G. Eggeler, E. Hornbogen, A. Yawny, A. Heckmann, M. Wagner, Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 378 (2004) 24–33. doi:10.1016/j.msea.2003.10.327.
- [2] J. Olbricht, A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Localised transformation and functional fatigue in pseudoelastic of NiTi wires, *Jornadas SAM/CONAMET 2005.* (2005) 4–9.
- [3] J. Olbricht, A. Yawny, A.M. Condó, F.C. Lovey, G. Eggeler, The influence of temperature on the evolution of functional properties during pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 142–145. doi:10.1016/j.msea.2007.01.182.
- [4] S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, K. Otsuka, Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys, *Metall. Trans. A.* 17 (1986) 115–120. doi:10.1007/BF02644447.
- [5] K. Gall, H. Maier, Cyclic deformation mechanisms in precipitated NiTi shape memory alloys, *Acta Mater.* 50 (2002) 4643–4657. doi:10.1016/S1359-6454(02)00315-4.
- [6] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, *Zeitschrift Für Met.* 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [7] J.A. Shaw, S. Kyriakides, Thermomechanical aspects of NiTi, *J. Mech. Phys. Solids.* 43 (1995) 1243–1281. doi:10.1016/0022-5096(95)00024-D.
- [8] H. Soul, A. Yawny, Thermomechanical model for evaluation of the superelastic response of NiTi shape memory alloys under dynamic conditions, *Smart Mater. Struct.* 22 (2013). <http://stacks.iop.org/0964-1726/22/i=3/a=035017>.
- [9] M.A. Iadicola, J.A. Shaw, An experimental method to measure initiation events during unstable stress-induced martensitic transformation in a shape memory alloy wire, *Smart Mater. Struct.* 16 (2007) S155–S169. doi:10.1088/0964-1726/16/1/S16.
- [10] A. Yawny, J. Olbricht, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling and ageing effects at ambient temperature in nanocrystalline Ni-rich NiTi wire, *Mater. Sci. Eng. A.* 481–482 (2008) 86–90. doi:10.1016/j.msea.2007.04.124.
- [11] A. Isalgue, V. Torra, A. Yawny, F.C. Lovey, Metastable effects on martensitic transformation in SMA : PPPart VI. the Clausius-Clapeyron relationship, *J. Therm. Anal. Calorim.* 91 (2008) 991–998. doi:10.1007/s10973-007-8604-8.
- [12] J.A. Shaw, S. Kyriakides, On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy, *Acta Mater.* 45 (1997) 683–700. doi:10.1016/S1359-6454(96)00189-9.
- [13] H. 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, 2011.
- [14] S.R. Soria, C.E. Callisaya, H. Soul, S. Claramonte, A. Yawny, Fretting damage of Ni-rich ultrafine grained NiTi superelastic wires, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 90 (2019) 655–664. doi:10.1016/j.jmbbm.2018.11.019.
- [15] Y. Liu, I. Houver, H. Xiang, L. Bataillard, S. Miyazaki, Strain dependence of Pseudoelastic Hysteresis of NiTi, (1999).

Capítulo 5

Propuesta de un nuevo ensayo de fatiga para el estudio de alambres de NiTi pseudoelástico.

A partir de lo investigado hasta aquí queda claro que caracterizar los efectos del ciclado pseudoelástico en las propiedades funcionales y en la integridad de alambres de NiTi presenta dificultades experimentales significativas. Es importante recordar que en el marco de esta tesis se pretende caracterizar las propiedades de los alambres como componentes, es decir como elementos a ser utilizados en distintas aplicaciones. Esto obliga a incluir en el análisis las condiciones superficiales en las que se proveen o utilizan, lo que impide la solución de utilizar probetas con dimensiones reducidas en la sección de prueba (probetas *dog-boned*). Sin embargo, como se observó en el capítulo anterior, el uso de probetas de alambre con mordazas de apriete introduce mecanismos de daño que producen la rotura temprana en la zona de agarre, impidiendo la determinación de lo que en este trabajo de tesis denominamos la resistencia intrínseca a la rotura por fatiga. Esto, a su vez, impide la adecuada caracterización de la fatiga funcional hasta la falla.

En el presente capítulo, se propone una nueva metodología para la caracterización de la fatiga funcional y estructural intrínseca de alambres de NiTi pseudoelásticos. La misma se basa en la posibilidad de obtener el equivalente a una probeta de sección reducida realizando un pre-ciclado en una zona específica de la probeta de alambre. Este proceso produce una disminución de las tensiones en dicha zona, lo que puede ser aprovechado convenientemente, luego de introducir un número de ciclos adecuado, para localizar la transformación en la misma. Adicionalmente, para disminuir la severidad de las condiciones de contacto asociada al uso de mordazas de apriete, se propone la utilización del sistema de mordazas de cilindro descritas en el Capítulo 3 y detallado en el Anexo A.

5.1 Antecedentes.

La Figura 5.1 ilustra esquemáticamente los efectos de la fatiga pseudoelástica en las propiedades funcionales de un alambre de NiTi. La línea negra corresponde al ciclo $N = 1$ mientras que la línea roja representa el comportamiento del ciclo $N = 100$. En este caso se espera la presencia de un pico de tensión, como se grafica en los ciclos 1 y 100 de la Figura 5.1, debido a la nucleación de un nuevo dominio de transformación [1,2]. Se puede observar que los niveles de tensión asociados con ambos *plateaus* de transformación disminuyen y la cantidad de deformación remanente aumenta con el incremento del número de ciclos. Como hemos visto en detalle en el capítulo anterior, la caída de las tensiones críticas se produce fuertemente en los primeros 100 ciclos de carga, obteniéndose una caída de la tensión de transformación cercanas a los 150 MPa a una temperatura de 35 °C. Además, los efectos de la fatiga funcional pueden ser localizados en cierta zona de la muestra debido al comportamiento de la transformación martensítica. Este comportamiento puede ser aprovechado para controlar la zona de ensayo efectiva de la muestra sin la necesidad de generar variaciones geométricas. Para generar la localización de la transformación, se propone realizar 100 ciclos superelásticos en cierta zona del material definida por un valor medio y un rango de deformación aplicada. Luego de completar este ciclado la muestra será descargada y como resultado se asegurará que las siguientes transformaciones se produzcan en la zona ciclada, siempre y cuando la transformación sea controlada por deformación. Esto es posible debido a la disminución de la tensión crítica de transformación en la zona pre-ciclada como se mostró en la sección 4.5.2 del Capítulo 4.

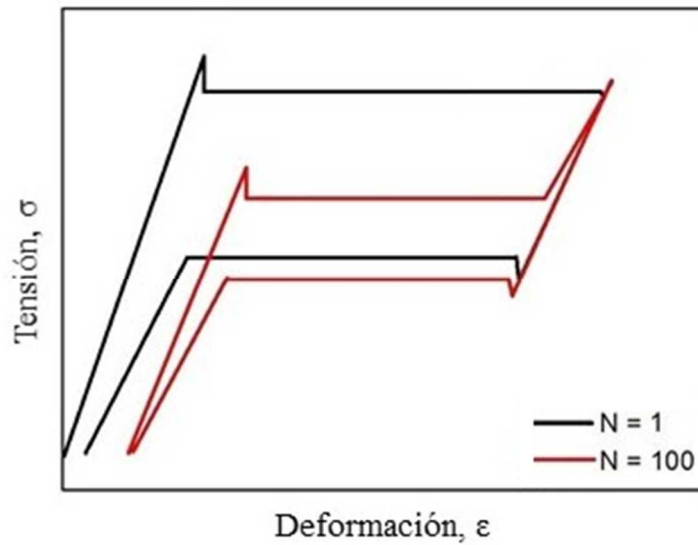


Figura 5.1. Esquema de los efectos de fatiga funcional en alambres pseudoelásticos de NiTi.

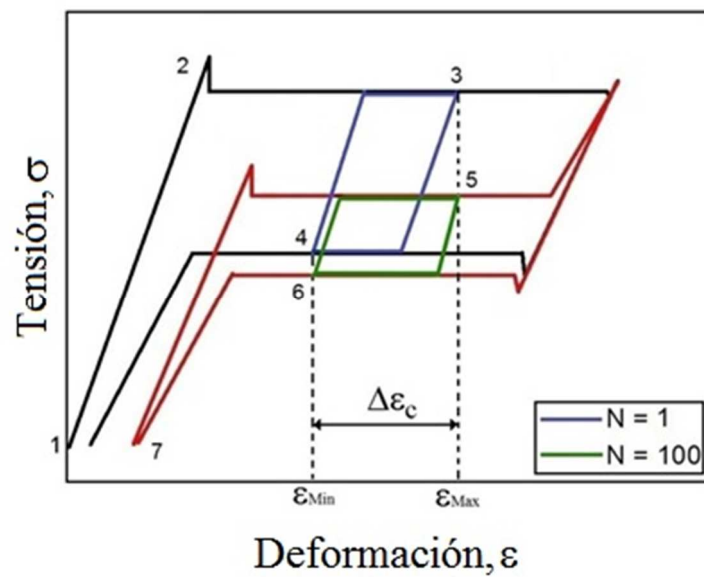
5.2 Método propuesto de generación de una probeta con zona de tensión de transformación reducida: la probeta funcional.

Teniendo en cuenta lo estudiado en el Capítulo 4 y expuesto en las consideraciones previas se describe a continuación el procedimiento de ensayo propuesto. La descripción es de forma esquemática pero ya se propondrán velocidades de desplazamiento según los resultados obtenidos en el capítulo anterior. En todo momento se considera el uso de las mordazas de cilindro. Luego se validará el método propuesto mediante la realización de ensayos de fatiga hasta la rotura.

En la Figura 5.2 se muestra esquemáticamente el método propuesto para la generación de la probeta con una zona de tensiones de transformación / retransformación reducidas, a la que llamaremos probeta funcional. La Figura 5.2.a presenta un esquema de las curvas tensión-deformación (σ - ϵ) que dan lugar a la creación de la probeta funcional. Las líneas azul y verde representan el comportamiento pseudoelástico esperado cuando se carga y se descarga la muestra entre los límites ϵ_{Max} y ϵ_{Min} para $N = 1$ y $N = 100$, respectivamente. La Figura 5.2.b corresponde a un esquema simplificado que muestra la evolución de la interfase austenita-martensita a medida que la deformación

aplicada progresiva. También se indica la sección del alambre que se encuentra en contacto con las mordazas de cilindro. La parte superior se fijó como referencia para mostrar los movimientos relativos de las otras secciones de la muestra, incluyendo la interfase de transformación. También se indican las zonas del alambre en fase austenita (A) y en fase martensita (M). La velocidad de desplazamiento utilizada para la generación de la probeta funcional ($\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$) fue seleccionada de manera de disminuir los efectos del calor latente de transformación en las tensiones críticas [3]. Bajo esta condición, una sola interfase B2 / B19' se mantendría en movimiento durante el ciclado. De esta manera, se evita a nucleación de interfases adicionales fuera de la región de interés [3,4].

a)



b)

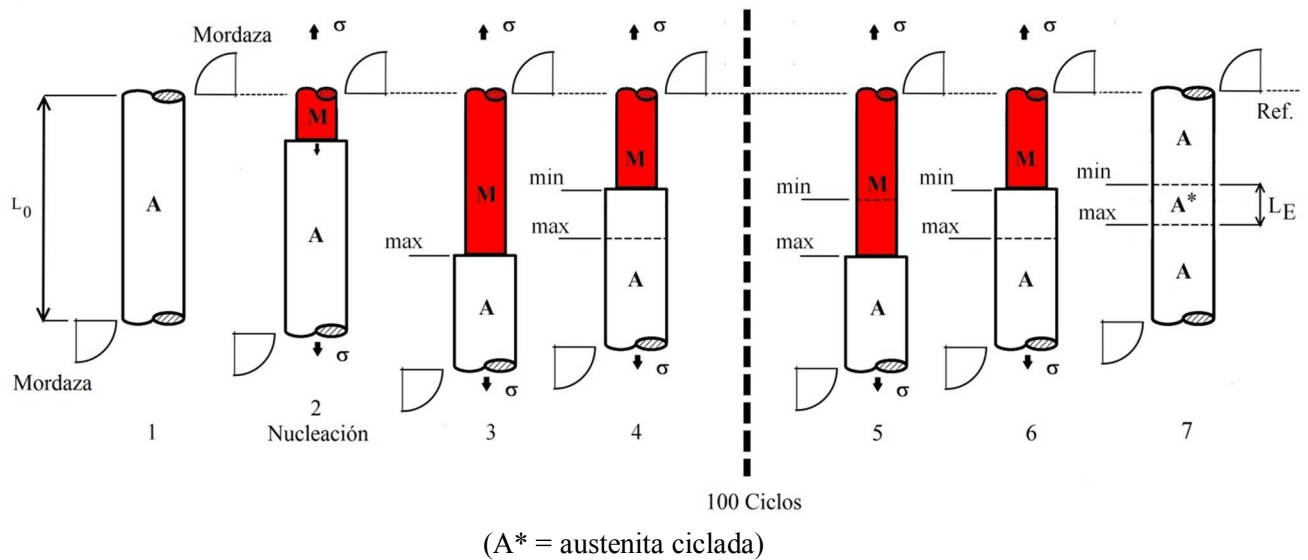


Figura 5.2. Creación de la probeta funcional. (a) Tensión vs. deformación aplicada.

(b) Comportamiento de la interfase austenita-martensita.

Como primer paso, la muestra es cargada desde la posición 1 hasta la posición 3, pasando a través de la posición 2 y aplicando la deformación ϵ_{Max} (ver Figura 5.2.a). Durante el cual se genera el frente de transformación que se mueve desde la mordaza hasta a una posición máxima (referencia *max* en el esquema 3 de la Figura 5.2.b). En la posición 2 aparece un pico de tensión, justo antes del *plateau* de transformación, que se debe a la nucleación de un nuevo dominio de martensita. Luego, la probeta es parcialmente retransformada hasta la posición 4 correspondiente a la deformación ϵ_{Min} . Se observa primero una descarga elástica hasta que comienza el *plateau* de retransformación a una tensión crítica menor a la de transformación, deteniéndose al alcanzar la deformación ϵ_{Min} (posición 4 en la Figura 5.2.a). Al descargar, el frente se mueve hasta una posición mínima (referencia *min* en el esquema 4 de la Figura 5.2.b). Como resultado el alambre presentaría una región en fase martensita (zona roja en el esquema 4 de la Figura 5.2.b) y una región parcialmente retransformada entre los límites del movimiento del frente de transformación (*min-max*). El rango de deformación aplicada entre las posiciones 3 y 4 ($\Delta\epsilon_C = \epsilon_{Max} - \epsilon_{Min}$, ver Figura. 5.2.a) fue seleccionado de forma de tener en cuenta el volumen de la muestra que se desea ciclar (longitud efectiva L_E).

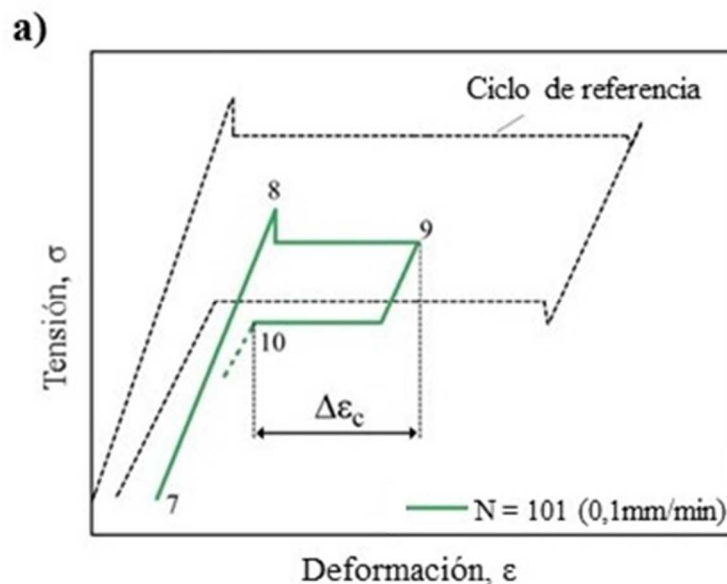
Una vez que el primer ciclo es finalizado, al llegar a la posición 4 (ver Figura 5.2.a), se continúa ciclando la muestra aplicando el rango de deformación $\Delta\varepsilon_C$ dado por ε_{Min} y ε_{Max} , manteniendo la misma velocidad de desplazamiento durante 100 ciclos. Como resultado, el frente de transformación se movería entre las referencias *max* y *min* como se puede observar en la Figura 5.2.b. Las tensiones críticas de transformación correspondientes a la zona ciclada en la que ocurrió la fatiga funcional serían similares al caso del ciclado de transformación en toda la muestra (ver en la Figura 5.2.a la línea roja (N = 100)). El comportamiento del ciclo número 100 debería ser aproximadamente como el de la línea verde en la Figura 5.2.a, siendo las tensiones mínima y máxima aplicadas las señaladas por la posición 6 y 5, respectivamente.

Luego de completar los 100 ciclos, la muestra se descarga hasta la posición 7 de la Figura 5.2.a. A partir de este momento, si la muestra es cargada nuevamente se producirá la nucleación de un frente de transformación dentro de la zona de interés. De esta manera se crea una zona de resistencia a la transformación reducida, que cumplirá la función de longitud efectiva para el análisis intrínseco de fatiga. Esta longitud efectiva se limita por las referencias *max* y *min* y corresponde a una zona de "austenita ciclada", rotulada con el símbolo A^* (esquema 7 de la Figura 5.2.b). Esta área es la región del alambre donde los efectos de la transformación martensítica sobre la vida a fatiga del material pueden ser ahora estudiados.

5.3 Verificación de la creación de la zona efectiva de ensayo.

Una vez que se ha generado la zona efectiva de ensayo (zona de austenita ciclada con reducción de las tensiones de transformación), el análisis de la vida a fatiga puede ser iniciado. Sin embargo, antes de iniciar el ensayo de fatiga propiamente dicho es posible verificar la correcta creación de la probeta funcional. Esta verificación puede ser realizada aplicando un ciclo de carga con una amplitud de deformación $\Delta\varepsilon_C$ a una baja velocidad de desplazamiento. De esta forma, se puede comprobar que no se produzca la nucleación de martensita fuera de la zona efectiva de ensayo.

La Figura 5.3 muestra esquemáticamente el proceso de verificación. El ciclo que se representa en la Figura 5.3.a ($N = 101$) muestra el comportamiento esperado cuando se realiza un ciclo pseudoelástico, cargando desde cero, en la zona A*. También se puede observar, como referencia, una curva de línea de puntos negra que representa un primer ciclo superelástico completo. La muestra es cargada, usando nuevamente una velocidad de desplazamiento $\Delta\dot{L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$, desde la posición 7 hasta la posición 9 y luego es descargada hasta la posición 10. De esta manera se asegura que la transformación comience en la zona deseada (A*). La Figura 5.3.b muestra esquemáticamente la evolución de la posición de la interfase austenita-martensita durante la transformación. Si el procedimiento de creación de la probeta funcional fue realizado correctamente la nucleación debería ocurrir en la posición 8 de la Figura 5.3.a y dentro de la zona delimitada por las referencias *max* y *min* (Figura 5.3.b). A la velocidad de desplazamiento seleccionada se moverá un solo frente de transformación como se verificó en el Capítulo 4 [3] y se muestra esquemáticamente en la Figura 5.3.b. En la posición 10 de la Figura 5.3.a, la muestra está lista para ser ciclada y el ensayo puede ser iniciado.



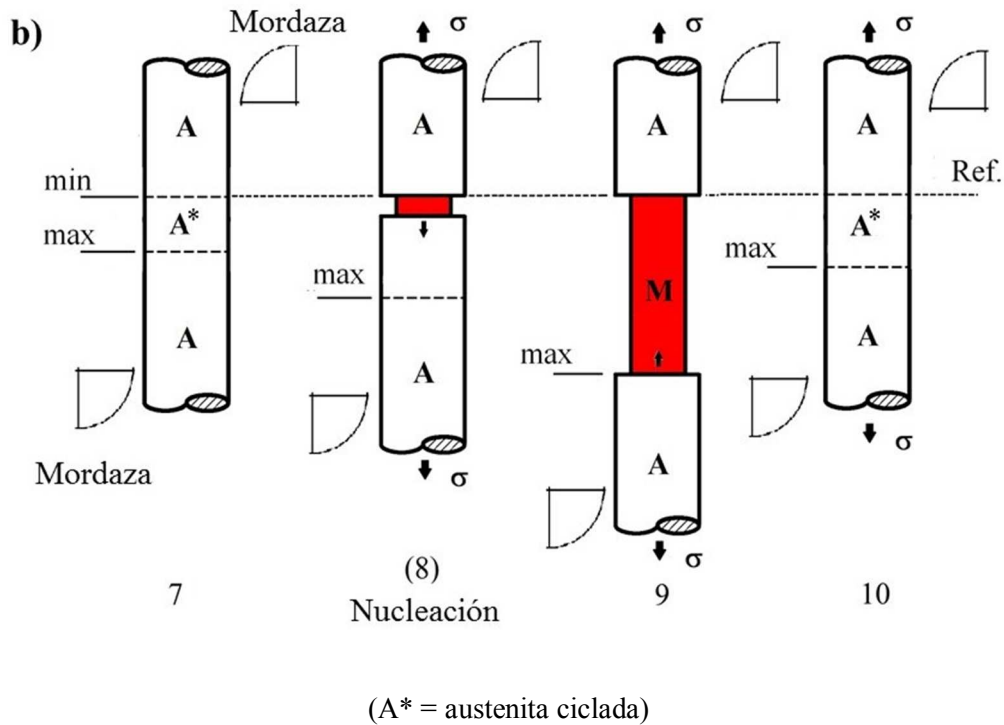


Figura 5.3. Verificación de la generación de la probeta funcional. (a) El primer ciclo a baja velocidad fue realizado en la zona ciclada. (b) Comportamiento de la interfase austenita-martensita.

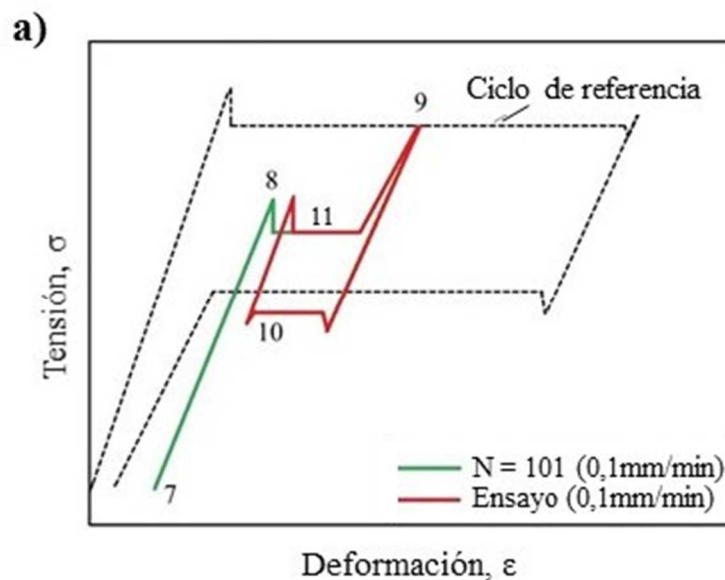
5.4 Ensayos de ciclado pseudoelástico. Opciones.

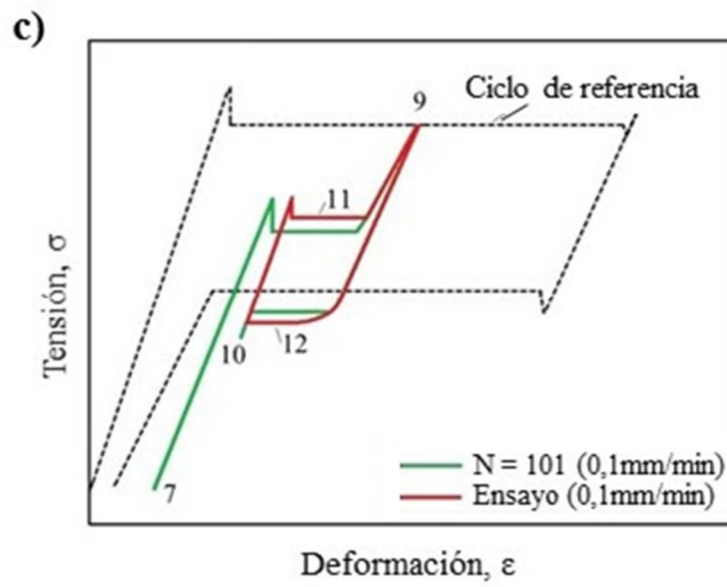
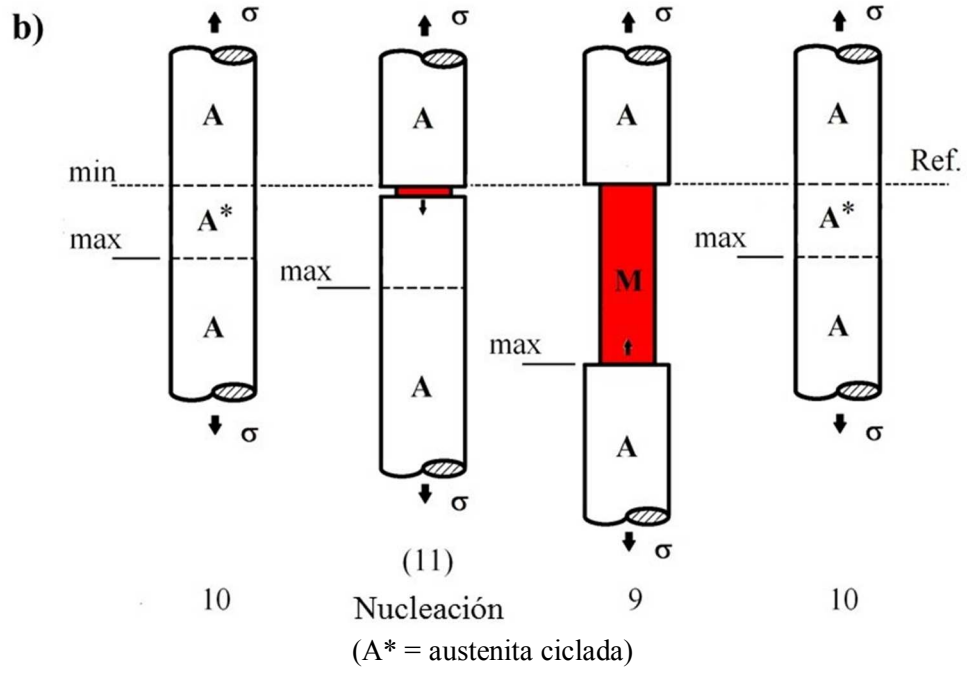
Una vez que la verificación de la generación de la probeta funcional fue completada se puede comenzar con el ensayo de fatiga pseudoelástica. Existen diferentes tipos de ensayos que se pueden realizar de acuerdo con el objetivo de análisis: ensayos de ciclado completo o reducido de la zona efectiva L_E , con alta o baja velocidad de desplazamiento. A continuación se realizará una descripción de los mismos y de los comportamientos esperables.

5.4.1 Ciclado completo.

En el caso del ciclado pseudoelástico completo, la transformación es realizada dentro de la longitud efectiva de ensayo dada por la zona A*. Este tipo de enfoque puede ser útil para analizar los efectos térmicos y la presencia de múltiples frentes de transformación debido a la aplicación de altas velocidades de desplazamiento [5]. La Figura 5.4 muestra el primer ciclo σ - ε completo a baja velocidad de desplazamiento (ver

Figura 5.4.a) y el correspondiente comportamiento (esquemático) del frente de transformación (Figura 5.4.b). También se muestra el primer ciclo σ - ε completo a alta velocidad de desplazamiento (ver Figura 5.4.c) y el correspondiente comportamiento (esquemático) del frente de transformación (Figura 5.4.d). En ambos casos el ciclado es realizado entre las posiciones 10 y 9 en las Figuras 5.4.a y 5.4.c que es equivalente al movimiento del frente o frentes de transformación en el área delimitada por las referencias *max* y *min* en el alambre ensayado (Figuras 5.4.b y 5.4.d). En el caso de baja velocidad (Figura 5.4.b), un solo frente de transformación se moverá a través de la toda la zona de ensayo. A altas velocidades de desplazamiento aparecerán múltiples núcleos de martensita debido a efectos térmicos (Figura 5.4.d) así como múltiples frentes de transformación se moverán en la zona de ensayo. Este efecto se debe a que la transformación martensítica es exotérmica y en condiciones en que no se puede disipar el calor generado, da lugar a un calentamiento en el entorno de frente de transformación de forma tal que puede resultar más favorable generar un nuevo núcleo en una zona de austenita a menor temperatura que a que proceda el crecimiento de la martensita ya generada [5].





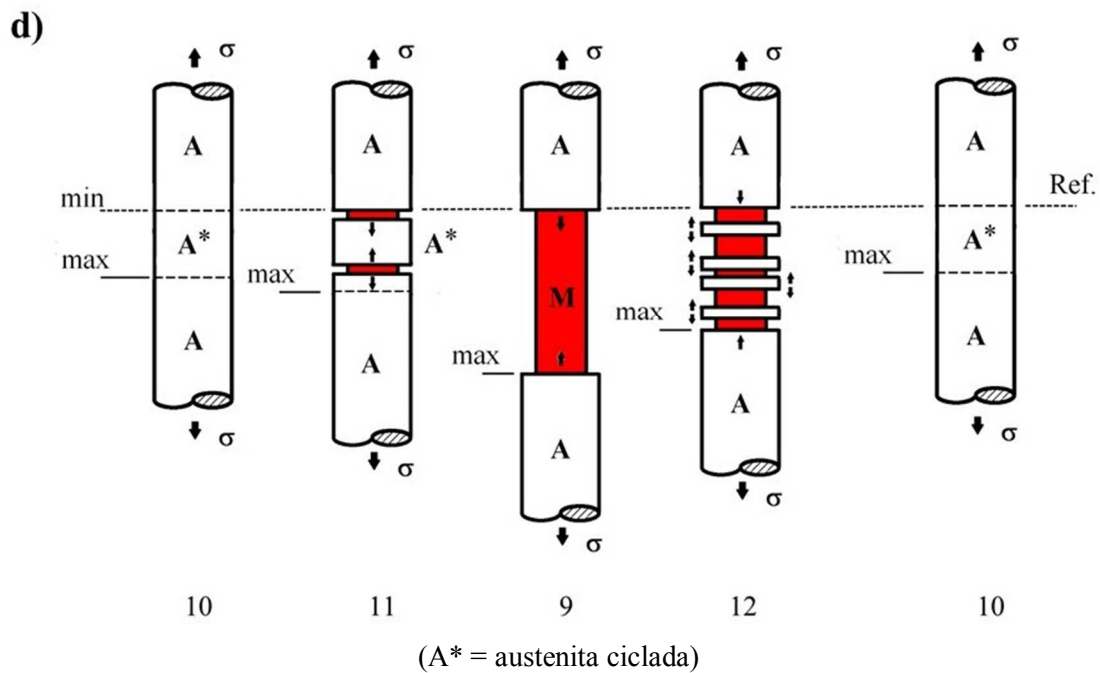
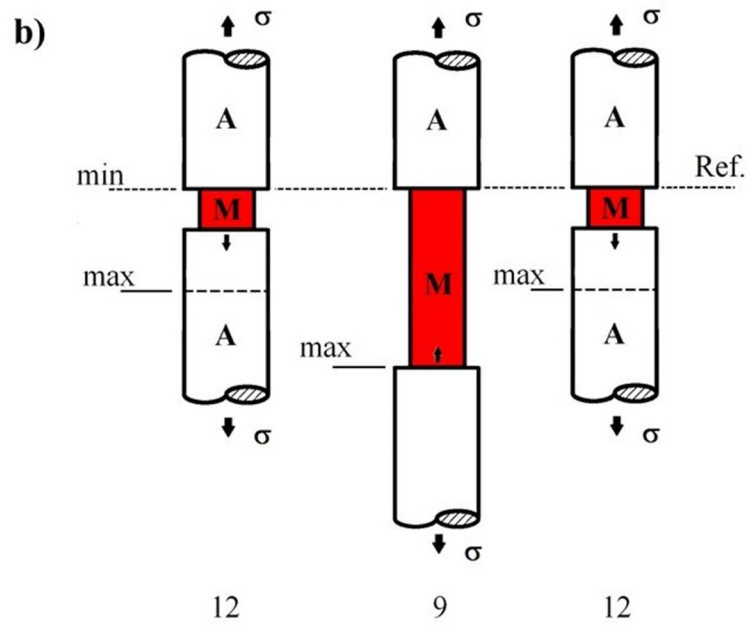
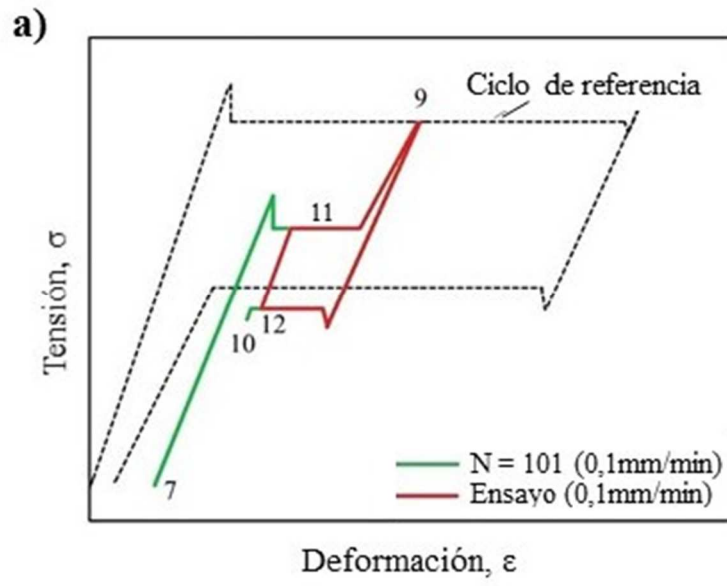


Figura 5.4. *Ciclado completo. (a) Ciclado a baja velocidad. (b) Comportamiento de la transformación martensítica a baja velocidad. (c) Ciclado a mayor velocidad. (d) Comportamiento de la transformación martensítica a mayor velocidad.*

5.4.2 Ciclado reducido.

En el caso del ciclado pseudoelástico reducido, la transformación es realizada dentro de la longitud efectiva de ensayo dada por la zona A* dejando un núcleo de martensita transformada. En este tipo de ensayos se puede analizar los efectos de la transformación martensítica sin la presencia de la nucleación [6].

La Figura 5.5 muestra el primer ciclo σ - ϵ para un ciclo reducido a baja velocidad de desplazamiento (ver Figura 5.5.a) y el correspondiente comportamiento (esquemático) del frente de transformación (Figura 5.5.b). También se muestra el primer ciclo σ - ϵ para un ciclo reducido a alta velocidad de desplazamiento ver Figura 5.5.c, y el correspondiente comportamiento (esquemático) del frente de transformación (Figura 5.5.d).



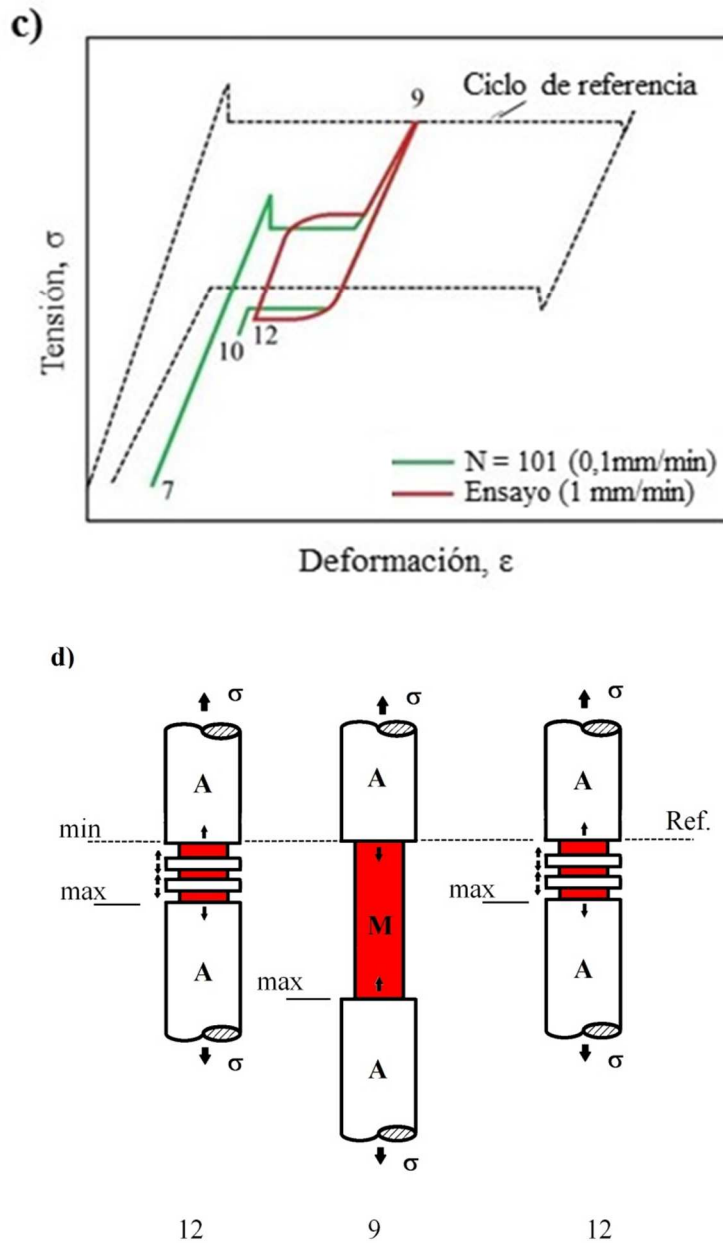


Figura 5.5. *Ciclado sin nucleación de martensita. (a) Ciclado a baja velocidad. (b) Comportamiento de la transformación martensítica a baja velocidad. (c) Ciclado a mayor velocidad. (d) Comportamiento de la transformación martensítica a mayor velocidad.*

En ambos casos el ciclado es realizado entre las posiciones 12 y 9 de las Figuras 5.5.a y 5.5.c, que es equivalente al movimiento del frente o frentes de transformación en el área delimitada por las referencias *max* y *min* en el alambre ensayado (Figuras 5.5.b y 5.5.d). En el caso de baja velocidad (Figura 5.5.a y 5.5.b), un solo frente de transformación se moverá a través de la toda la zona de ensayo.

5.5 Ensayos de validación / implementación.

Para demostrar el correcto funcionamiento del método propuesto se realizaron tres ensayos iguales de ciclado pseudoelástico controlados por desplazamiento bajo condiciones de carga uniaxial en un equipo electromecánico INSTRON 5567. Se utilizó el alambre de NiTi y las mordazas de cilindro descritos en el Capítulo 3. Las velocidades de desplazamiento aplicadas fueron de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ para generación de la probeta funcional y de 1 mm min^{-1} para los ensayos de ciclado pseudoelástico. Se usaron muestras de 140 mm de longitud total (longitud libre $L_0 = 60 \text{ mm}$) y la temperatura de ensayo fue de $37 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.5.1 Creación de la probeta funcional.

La Figura 5.6 ilustra las curvas de tensión vs. deformación obtenidas durante la generación de la probeta funcional perteneciente al Ensayo 1. Se utilizó una velocidad de desplazamiento $\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$ como fue recomendada en la etapa de diseño del método de ensayo. Se superpuso como referencia una curva tensión-deformación de un ciclo pseudoelástico completo de un alambre ciclado a las mismas condiciones de ensayo (línea negra de puntos). En el primer ciclo, nombrado “Precarga” en la Figura 5.6, la muestra es deformada hasta un valor $\varepsilon_{\max} = 5,66 \%$. Una vez llegado a este límite la muestra fue descargada hasta una deformación de $\varepsilon_{\min} = 4,06 \%$. El rango de desplazamiento aplicado permitió generar una zona transformada de longitud $L_E = 10 \text{ mm}$ lo que equivale a 20 veces el diámetro del alambre. Una vez alcanzada la deformación ε_{\min} se comenzó con el ciclado funcional. Se realizaron 101 ciclos dentro de estos límites de deformación (4,06 - 5,66 %). Una vez completado el ciclado la muestra fue descargada como se muestra en la Figura 5.6. Recordemos que la deformación ε fue obtenida dividiendo la elongación ΔL (desplazamiento del travesaño) por la longitud libre de la muestra entre mordazas (ver sección 3.2.4 del Capítulo 3).

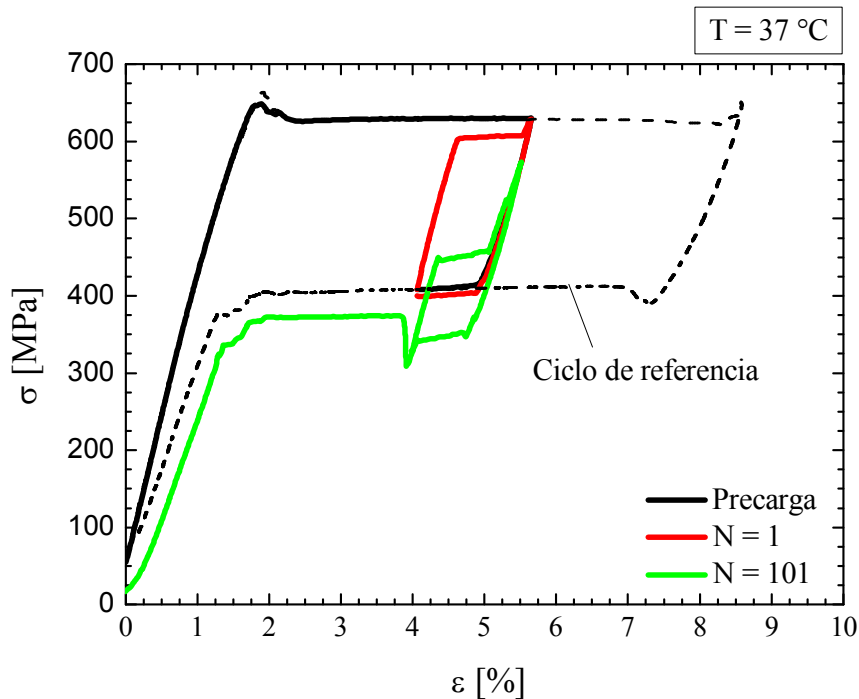


Figura 5.6. *Ensayo 1. Generación de la probeta funcional.*

El pico de tensión en el ciclo Precarga observado en la Figura 5.6 indica el comienzo de la transformación martensítica. Este pico indica la nucleación de un nuevo dominio de transformación en la muestra. Una vez que se genera el núcleo de martensita, la tensión baja ya que la propagación del mismo requiere menores tensiones [2]. Este comportamiento también evidencia que el agarre de las mordazas no indujo previamente martensita. Adicionalmente, el *plateau* de transformación no presenta picos o variaciones importantes y se observa el avance de un solo frente de transformación. Esto se corresponde con una transformación bajo condiciones cercanas a isotérmicas. Analizando el ciclo $N = 101$ (Figura 5.6), al aplicar una deformación menor al 4% el frente de retransformación ingresa a la zona de la muestra que se mantuvo en fase martensita durante la generación de la probeta funcional. En esa zona la tensión de retransformación aumenta 65 MPa con respecto a la tensión de retransformación necesaria en la zona ciclada. También se puede observar una caída de tensión con respecto al ciclo de referencia que podría ser explicada por efectos de estabilización de la fase martensita transformada bajo carga como fue propuesto por Yawny et al. (2008) [7] Aunque esta región también fue ciclada, como el resto de la muestra, no se produce el movimiento de

frentes de transformación en ella y por lo tanto la fatiga funcional no la afecta. Este comportamiento muestra el carácter localizado de la transformación martensítica y que el ciclado pseudoelástico fue realizado solo en la zona deseada.

5.5.2 Ciclado pseudoelástico.

La Figura 5.7 muestra los ciclos tensión - deformación más destacados del ensayo de ciclado pseudoelástico (Ensayo 1), que fue iniciado posteriormente a que la muestra fue completamente descargada después del ciclo $N = 101$. El ciclo $N = 102$ fue realizado a una velocidad $\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$ para asegurar que la transformación martensítica comience en la zona efectiva de ensayo. Se superpuso como referencia una curva tensión - deformación de un ciclo pseudoelástico completo correspondiente a un alambre ciclado a las mismas condiciones de ensayo que las utilizadas en la generación de la probeta funcional (línea negra de puntos). La deformación máxima aplicada (2,45 %) fue seleccionada para obtener una tensión máxima del orden de los 500 MPa. La deformación mínima (1,3 %) fue seleccionada para evitar que se produzca un ciclado de transformación completa en la zona efectiva de ensayo (ver el ciclo $N = 122$ en la Figura 5.7). De esta manera, se previenen los posibles efectos en la vida a fatiga de la nucleación de la martensita inducida bajo carga. Una vez que los límites fueron seleccionados se comenzó con el ciclado pseudoelástico a una velocidad de desplazamiento de 1 mm min^{-1} . Como se muestra en la Figura 5.7 el ciclo $N = 102$, realizado a una velocidad de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$, posee un pico de tensión al comienzo del plateau de transformación. Esta característica corresponde a la nucleación de un nuevo dominio de martensita en la interfase entre la región ciclada en la etapa anterior y el resto de la muestra. La comparación del ciclo $N = 122$ respecto al ciclo $N = 102$ indica claramente el efecto del calor latente de transformación en los *plateaus* de transformación. El *plateau* de transformación presenta un aumento de al menos 15 MPa mientras que el plateau de retransformación una caída del orden de 20 MPa con respecto a las tensiones obtenidas a baja velocidad. Como se analizó en el Capítulo 4 estas variaciones de tensiones debido a la velocidad de desplazamiento aplicada ($\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$) no afectaron el análisis de la fatiga funcional de las muestras

estudiadas pero usualmente este comportamiento es ignorado al analizar datos obtenidos a diferentes velocidades de deformación [8–10].

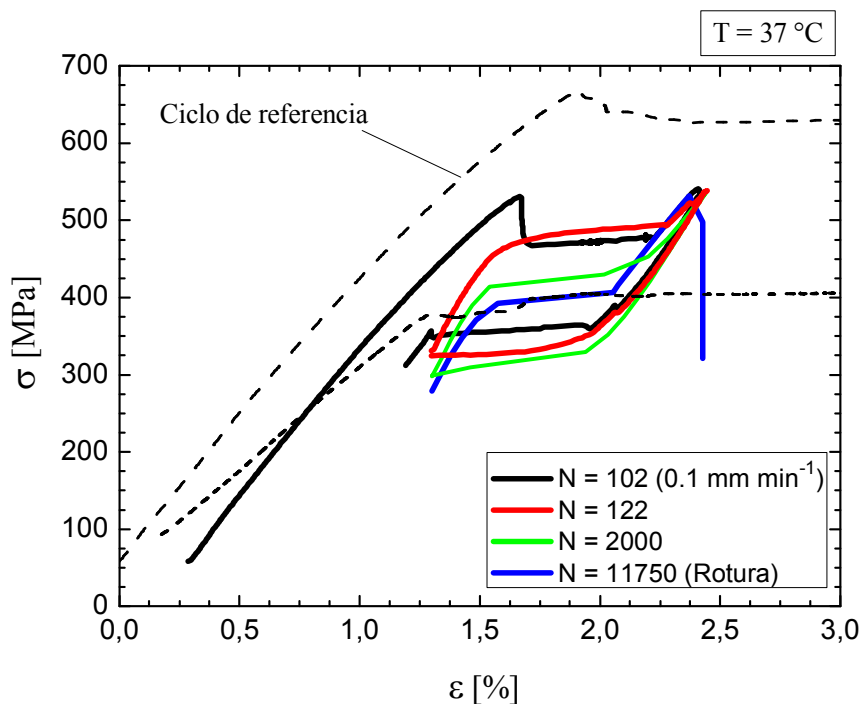


Figura 5.7. Ensayo de ciclado pseudoelástico reducido.

La tensión máxima obtenida fue del orden de los 500 MPa y la amplitud de tensión del orden de los 86 MPa. Estos valores se calcularon de acuerdo con el promedio obtenido ponderando la cantidad de ciclos y las correspondientes tensiones aplicadas. Analizando la Figura 5.7 también se puede observar que las tensiones críticas de transformación no son constantes y van cayendo hasta que se produce la rotura de la muestra. La rotura se produjo en el ciclo $N = 11750$ en la zona efectiva de ensayo generada en la primera etapa. Esto certifica la efectividad de la probeta funcional en el proceso de localización del ciclado pseudoelástico.

La Figura 5.8 ilustra el procedimiento en el Ensayo 2 para mostrar la repetitividad de la metodología propuesta. Se puede observar que el comportamiento general se repite y en este caso la rotura se produjo en el ciclo $N = 12889$ en la zona efectiva de ensayo generada en la primera etapa.

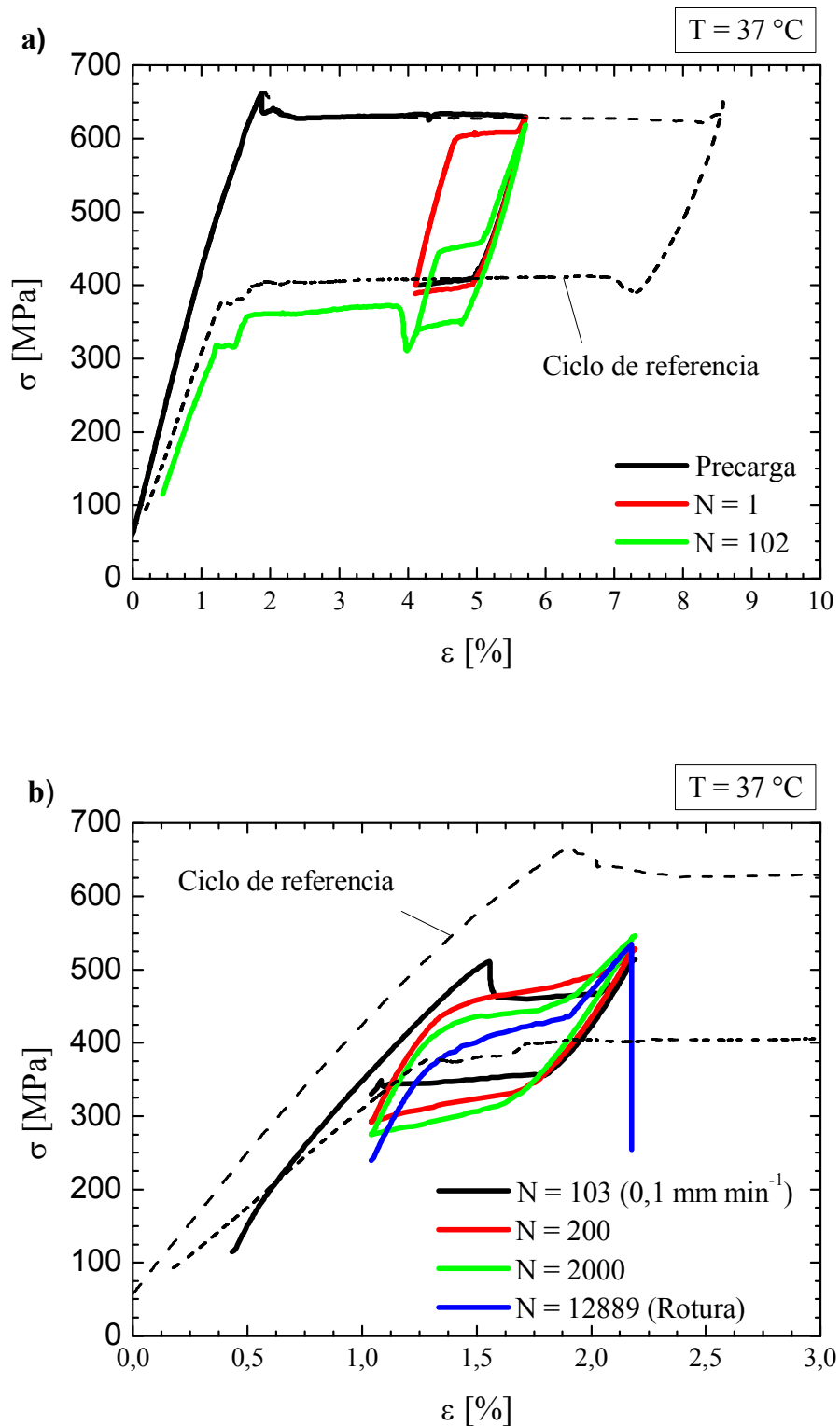


Figura 5.8. *Ensayo 2. (a) Generación de la probeta funcional. (b) Ensayo de ciclado pseudoelástico reducido.*

En el caso del Ensayo 3 la rotura se produjo en el ciclo $N = 6418$ en la zona efectiva de ensayo generada en la primera etapa. Aunque el número de ciclos a la rotura fue menor al de los otros dos casos se mantienen dentro del orden de magnitud esperado.

La Tabla 5.1 resume las condiciones experimentales y el número de ciclos a rotura obtenidos en cada uno de los 3 ensayos de verificación realizados. El número de ciclos a la rotura obtenidos en los ensayos realizados, con el método propuesto, duplicaron a los obtenidos en el Capítulo 4, ver Tabla 4.1. Estos resultados muestran claramente que la interacción entre las mordazas de cilindro y la muestra no afecta la vida a fatiga obtenida. El método experimental propuesto puede ser considerado adecuado para evaluar la fatiga intrínseca de alambres de NiTi superelástico en su condición de fabricación y uso.

Tabla 5.1. *Parámetros del ciclado pseudoelástico y vida a fatiga obtenida para los ensayos de verificación realizados.*

Ensayo	$\Delta\varepsilon$ (%)	σ_{\max} (MPa)	σ_a (MPa)	Número de ciclos a la rotura (N)
1	1,15	542	126	11750
2	1,15	525	138	12889
3	1,16	568	135	6418

En todos los ensayos de ciclado pseudoelástico realizados el número de frentes de transformación fue dos, los que se mantuvieron a lo largo del ciclado. De este modo se aseguró que la misma porción de material fue ciclado durante todo el ensayo. En la Figura 5.9 se muestra una fotografía donde se puede observar la presencia de los dos frentes de transformación en la zona efectiva de ensayo.

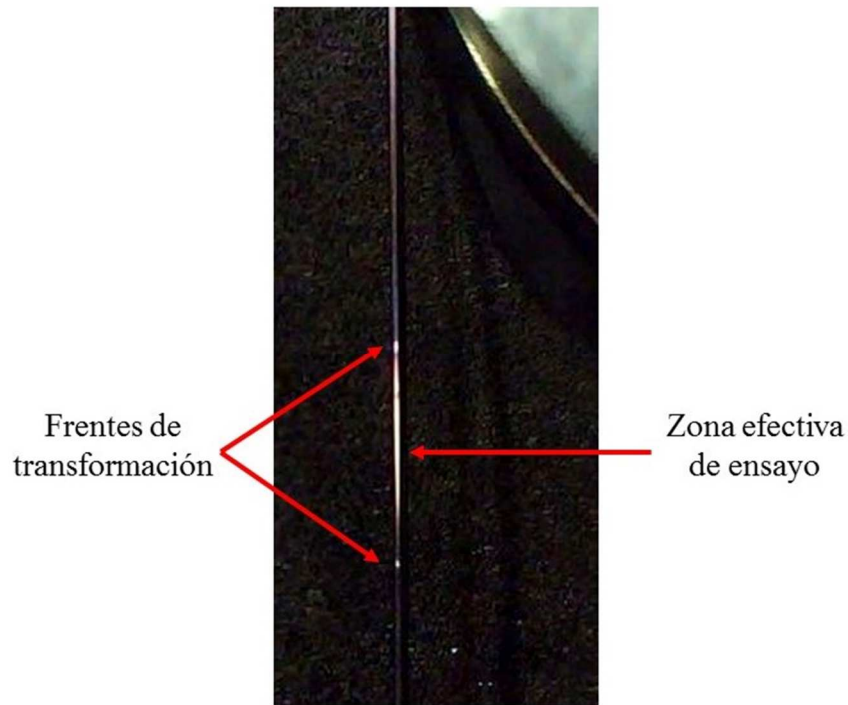


Figura 5.9. *Frentes de transformación presentes en el ensayo de validación realizado a una velocidad de 1 mm min^{-1} .*

De los resultados obtenidos y luego de algunas pruebas realizadas se recomienda que:

- Al generar la probeta funcional se recomienda utilizar una velocidad de desplazamiento de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$. De esta forma se puede asegurar un solo frente de transformación y pudo ser controlado correctamente.

- Al realizar ensayos de ciclado reducido queda claro que la velocidad de 1 mm min^{-1} es muy recomendable teniendo en cuenta lo expuesto en estos ensayos y lo demostrado previamente en el Capítulo 4. Además, si se aumenta esta velocidad, podrían aparecer nuevos núcleos de martensita a lo largo de la zona efectiva de ensayo alterando las condiciones de ensayo [3,11].

- En todas las opciones de ensayo se recomienda no superar la velocidad de desplazamiento de 10 mm min^{-1} para evitar la nucleación de martensita fuera de la zona efectiva de ensayo.

5.6 Conclusiones.

En este capítulo se propuso un procedimiento experimental específico para el análisis del comportamiento intrínseco a fatiga de NiTi, denominado el método de la probeta funcional. En este procedimiento la reducción de la sección efectiva se reemplaza por la reducción localizada de las tensiones críticas de transformación por medio de fatiga funcional. De esta manera se genera una localización del daño cíclico en una zona específica, equivalente a una reducción de área. Además se propone la utilización de las mordazas de cilindro, diseñadas y fabricadas en este trabajo, que permiten minimizar las condiciones favorables para la rotura por fatiga en la zona de contacto con el alambre de NiTi. La necesidad de utilizar estas mordazas de cilindro se vio reforzada por la aplicación de la metodología propuesta en cinco ensayos con mordazas de apriete, cuatro de los cuales experimentaron fractura en la zona de contacto alambre-mordaza.

Luego de diferentes pruebas e intentos de aplicar metodologías comúnmente utilizadas en estudios previos detallados en publicaciones científicas internacionales, se ha logrado desarrollar una metodología que nos permitirá concentrarnos en ensayos y análisis específicos sobre el mecanismo de daño intrínseco por fatiga en NiTi y sobre la influencia de muchas de las diferentes variables involucradas.

5.7 Referencias.

- [1] M.A. Iadicola, J.A. Shaw, An experimental method to measure initiation events during unstable stress-induced martensitic transformation in a shape memory alloy wire, *Smart Mater. Struct.* 16 (2007) S155–S169. doi:10.1088/0964-1726/16/1/S16.
- [2] H. Soul, A. Yawny, Thermomechanical model for evaluation of the superelastic response of NiTi shape memory alloys under dynamic conditions, *Smart Mater. Struct.* 22 (2013). <http://stacks.iop.org/0964-1726/22/i=3/a=035017>.
- [3] J.A. Shaw, S. Kyriakides, Thermomechanical aspects of NiTi, *J. Mech. Phys. Solids*. 43 (1995) 1243–1281. doi:10.1016/0022-5096(95)00024-D.
- [4] J. Olbricht, A. Yawny, A.M. Condó, F.C. Lovey, G. Eggeler, The influence of temperature on the evolution of functional properties during pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi, *Mater. Sci. Eng. A*. 481–482 (2008) 142–145. doi:10.1016/j.msea.2007.01.182.
- [5] G.N. Dayananda, M.S. Rao, Effect of strain rate on properties of superelastic NiTi thin wires, *Mater. Sci. Eng. A*. 486 (2008) 96–103. doi:10.1016/j.msea.2007.09.006.
- [6] S. Jaureguizar, H. Soul, M. Chapetti, A. Yawny, Characterization of Fatigue Life of Ultrafine Grained NiTi Superelastic Wires Under Uniaxial Loading, *Procedia Mater. Sci.* 9 (2015) 326–334. doi:10.1016/j.mspro.2015.05.001.
- [7] A. Yawny, J. Olbricht, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling and ageing effects at ambient temperature in nanocrystalline Ni-rich NiTi wire, *Mater. Sci. Eng. A*. 481–482 (2008) 86–90. doi:10.1016/j.msea.2007.04.124.
- [8] G. Kang, Q. Kan, C. Yu, D. Song, Y. Liu, Whole-life transformation ratchetting and fatigue of super-elastic NiTi Alloy under uniaxial stress-controlled cyclic loading, *Mater. Sci. Eng. A*. 535 (2012) 228–234. doi:10.1016/j.msea.2011.12.071.
- [9] N. Nayan, V. Buravalla, U. Ramamurty, Effect of mechanical cycling on the stress – strain response of a martensitic Nitinol shape memory alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 525 (2009) 60–67. doi:10.1016/j.msea.2009.07.038.
- [10] M. Rahim, J. Frenzel, M. Frotscher, J. Pfetzinger-Micklich, R. Steegmüller, M. Wohlschlögel, H. Mughrabi, G. Eggeler, Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys, *Acta Mater.* 61 (2013) 3667–3686. doi:10.1016/j.actamat.2013.02.054.
- [11] J.A. Shaw, S. Kyriakides, On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy, *Acta Mater.* 45 (1997) 683–700. doi:10.1016/S1359-6454(96)00189-9.

Capítulo 6

Fatiga en alambres pseudoelásticos de NiTi

En este capítulo se presenta la caracterización de la fatiga pseudoelástica de alambres de NiTi teniendo en cuenta los efectos de la transformación martensítica (TM). Para esta tarea se utilizó el procedimiento experimental desarrollado en el Capítulo 5. Los ensayos de ciclado pseudoelástico se realizaron a distintas temperaturas aplicando distintos rangos de deformación. Se realizaron también ensayos de ciclado sin la presencia de TM inducida por tensiones en fase austenita, fase martensita y en muestras parcialmente transformadas, ciclando entre las tensiones críticas del *plateau* superior e inferior. De esta manera, se pretende establecer el rol de la transformación martensítica en la vida a fatiga.

6.1 Ensayos de ciclado pseudoelástico de NiTi.

Las muestras ensayadas fueron de 60 mm de longitud libre de ensayo. En todos los ensayos de ciclado pseudoelástico se aplicó la metodología de ensayo desarrollada y detallada en el Capítulo 5. Se realizaron 15 ensayos de fatiga pseudoelástica controlados por desplazamiento bajo condiciones de carga uniaxial hasta la rotura en un equipo electromecánico INSTRON 1123. En todos los casos se utilizó una velocidad de desplazamiento de travesaño de 1 mm min^{-1} , lo que equivale a una velocidad promedio de deformación de $0,017 \text{ min}^{-1}$. Las temperaturas T de ensayo fueron de $25 \text{ }^\circ\text{C}$, $37 \text{ }^\circ\text{C}$ y $50 \text{ }^\circ\text{C}$ con el objetivo de analizar los efectos de la tensión en la vida a fatiga. Al modificar la temperatura, los niveles de tensiones críticas de transformación varían de acuerdo a la relación tipo Clausius - Clapeyron del orden de 7 MPa/K para el material estudiado [1–4] (ver Capítulo 2). Con un aumento de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ en la temperatura de ensayo se obtiene una variación en las tensiones críticas de transformación iniciales de 175 MPa . Esta variación de tensión resulta suficiente al momento de analizar los efectos de las tensiones máximas obtenidas en la vida a fatiga estructural de los alambres de NiTi. Al imponer los límites de ciclado por desplazamiento las tensiones disminuirán a lo largo de los ciclos aplicados

debido a los efectos de fatiga funcional antes descriptos. Por lo tanto, los valores de σ_{\max} reportados fueron calculados mediante un promedio ponderado en cada ciclo. De esta manera, en los ensayos realizados se obtuvo una tensión máxima del orden de los 513 MPa para la temperatura de 25 °C, 560 MPa para los de 37 °C, y 700 MPa para los de 50 °C. Para cada temperatura considerada se realizaron ensayos utilizando longitudes efectivas $L_E = 10$ mm, 20 mm y 40 mm, a fin de analizar el efecto de la cantidad de material transformado en la vida a fatiga. En todos los ensayos el ciclado fue realizado de manera de no completar la TM en la longitud efectiva generada por el método de la probeta funcional (ver Sección 5.2.2 del Capítulo 5). Los valores de $\Delta\varepsilon$ aplicados fueron calculados dividiendo la elongación ΔL (desplazamiento del travesaño) por la longitud libre de la muestra entre mordazas L_0 (ver Sección 3.2.4 del Capítulo 3).

La Tabla 6.1 resume las condiciones experimentales y el número de ciclos a fractura N obtenidos para las tres temperaturas de ensayo consideradas. En este caso se informa el rango de deformaciones $\Delta\varepsilon$, la deformación media ε_{med} y la amplitud de deformación ε_a ya que fueron utilizados en los análisis que se realizaron en este capítulo. Además se informa el rango de deformación $\Delta\varepsilon_C$ para generar la probeta funcional en cada ensayo (ver Sección 5.2 del Capítulo 5). La nomenclatura de ensayos se compone por el código CPX-YY donde las iniciales CP se refieren al tipo de ensayo de Ciclado Pseudoelástico, el valor X se refiere al número de ensayo e YY a la temperatura de ensayo.

Tabla 6.1. *Parámetros del ciclado pseudoelástico y resultados de la vida a fatiga para las tres temperaturas consideradas.*

Ensayo	T (°C)	$\Delta\varepsilon_C$ (%)	ε_{med} (%)	$\Delta\varepsilon$ (%)	ε_a (%)	σ_{max} (MPa)	σ_a (MPa)	Ciclos a la rotura N
CP1-25	25	1,91	1,72	1,67	0,835	518	199	13.597
CP2-25		1,64	1,4	1,16	0,58	513	190	7.235
CP3-25		3,22	2,96	2,29	1,145	513	180	10.738
CP4-25		4,92	3,12	3,51	1,755	480	181	8.902
CP1-37	37	1,6	1,62	1,14	0,57	525	138	12.889
CP2-37		1,59	1,58	1,16	0,58	542	126	11.750
CP3-37		1,6	1,77	1,15	0,575	568	135	6.418
CP4-37		3	2,28	2,32	1,16	553	149	6.805
CP5-37		3	2,27	2,29	1,145	561	155	7.442
CP6-37		4,67	5,31	4,64	2,32	551	156	8.600
CP7-37		4,64	3,35	3,74	1,87	562	165	8.940
CP1-50	50	2,4	2,12	1,16	0,58	587	88	14.636
CP2-50		2,39	3,1	1,14	0,57	712	110	10.600
CP3-50		3,1	3,06	2,28	1,14	661	152	5.178
CP4-50		3,94	4,49	3,35	1,675	733	139	9.176

Es importante aclarar, observando la dispersión del número de ciclos a rotura informados en la Tabla 6.1, que es típico al estudiar la vida a fatiga que existan variaciones en los ciclos obtenidos a rotura.

La Figura 6.1 muestra un ejemplo de los resultados obtenidos en ensayos realizados a una temperatura de 25 °C (CP1-25). La Figura 6.1.a corresponde a la generación de la probeta funcional, creada al aplicar 105 ciclos a baja velocidad ($\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$, velocidad promedio de deformación de $0,0017 \text{ min}^{-1}$) en un rango de deformación $\Delta\varepsilon_C = 1,91 \%$, entre el 5,41 % y el 3,5 % correspondiente a 17 mm de longitud efectiva de ensayo, aproximadamente. En este caso se decidió disminuir el rango de deformación original, como se puede observar en el ciclo N = 5 de la Figura 6.1.a, ya que se decidió generar la probeta funcional lo más pequeña posible. La Figura 6.1.b exhibe curvas que corresponden al ensayo de ciclado pseudoelástico realizado en la probeta funcional, en el que se aplicó un rango de 1,05 mm de desplazamiento que equivale a un rango de

deformación de 1,67 % y una deformación media de 1,72 %, a una velocidad de desplazamiento de travesaño $\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$ (velocidad promedio de deformación $0,017 \text{ min}^{-1}$). Como se puede observar en la Figura 6.1.b las curvas se graficaron desde $\varepsilon = 0 \%$ para mostrar en forma conveniente el comportamiento del ciclado. Los ensayos fueron realizados hasta la rotura y se verificó que la misma se produjo en la zona ciclada luego de 13.597 ciclos.

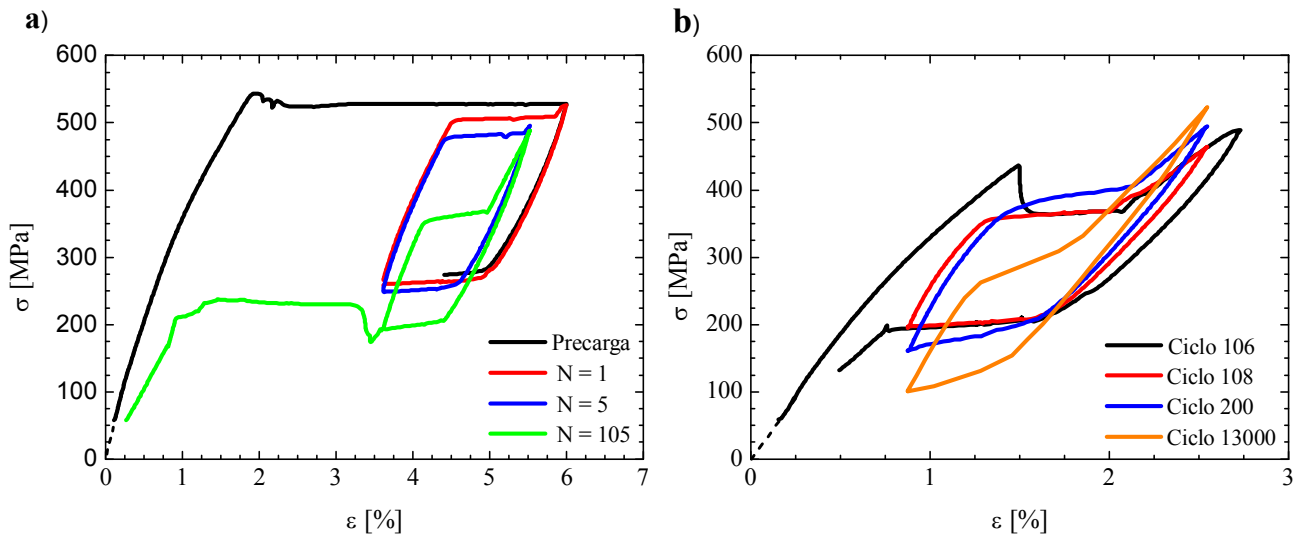


Figura 6.1. Ensayo CPI-25. **(a)** Generación de la probeta funcional $\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$. Estabilización de la zona transformada. **(b)** Ensayo $\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$ hasta la rotura.

La Figura 6.2 grafica un ejemplo de los resultados obtenidos en ensayos realizados a una temperatura de $37 \text{ }^\circ\text{C}$ (CP2-37). La Figura 6.2.a muestra el ciclado correspondiente a la creación de la probeta funcional de 101 ciclos a baja velocidad ($\dot{\Delta L} = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$, velocidad promedio de deformación $0,0017 \text{ min}^{-1}$) en un rango de deformación $\Delta\varepsilon_C = 1,59 \%$, entre el 5,65 % y el 4,06 % correspondiente a 15 mm de longitud efectiva de ensayo aproximadamente. La Figura 6.2.b muestra el resultado del ensayo de ciclado pseudoelástico realizado en la probeta funcional en el que se aplicó un rango de 0,72 mm de desplazamiento que equivale a un rango de deformación de 1,15 % y una deformación media de 1,59 % a una velocidad desplazamiento de travesaño $\dot{\Delta L} = 1 \text{ mm min}^{-1}$ (velocidad promedio de deformación $0,017 \text{ min}^{-1}$). Los ensayos fueron realizados hasta la rotura y se verificó que la misma se produjo en la zona ciclada luego de 11.750 ciclos.

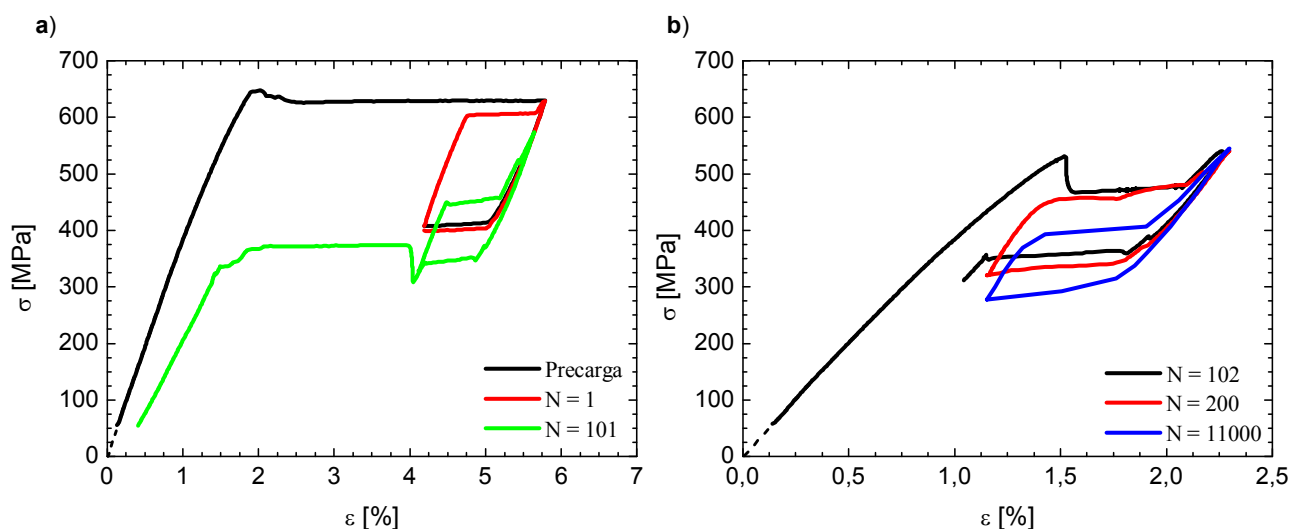


Figura 6.2. Ensayo CP2-37. **(a)** Generación de la probeta funcional $\dot{\Delta}L = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$. Estabilización de la zona transformada. **(b)** Ensayo $\dot{\Delta}L = 1 \text{ mm min}^{-1}$ hasta la rotura.

La Figura 6.3 muestra un ejemplo de los resultados obtenidos en ensayos realizados a una temperatura de $50 \text{ }^\circ\text{C}$ (CP1-50). La Figura 6.3.a muestra la generación de la probeta funcional. En este caso se realizaron 120 ciclos a baja velocidad ($0,1 \text{ mm min}^{-1}$, velocidad promedio de deformación $0,0017 \text{ min}^{-1}$) en un rango de deformación $\Delta\varepsilon_C = 2,4 \%$, entre el $6,32 \%$ y el $3,92 \%$ correspondiente a la generación de una probeta funcional con 21 mm de longitud efectiva de ensayo aproximadamente. La Figura 6.3.b exhibe curvas del ensayo de ciclado pseudoelástico, en el que se aplicó un rango de $0,72 \text{ mm}$ de desplazamiento que equivale a un rango de deformación de $1,16 \%$ y una deformación media de $2,62 \%$ a una velocidad de desplazamiento de travesaño 1 mm min^{-1} (velocidad promedio de deformación $0,017 \text{ min}^{-1}$). Los ensayos fueron realizados hasta la rotura y se verificó que la misma se produjo en la zona ciclada luego de 14.636 ciclos.

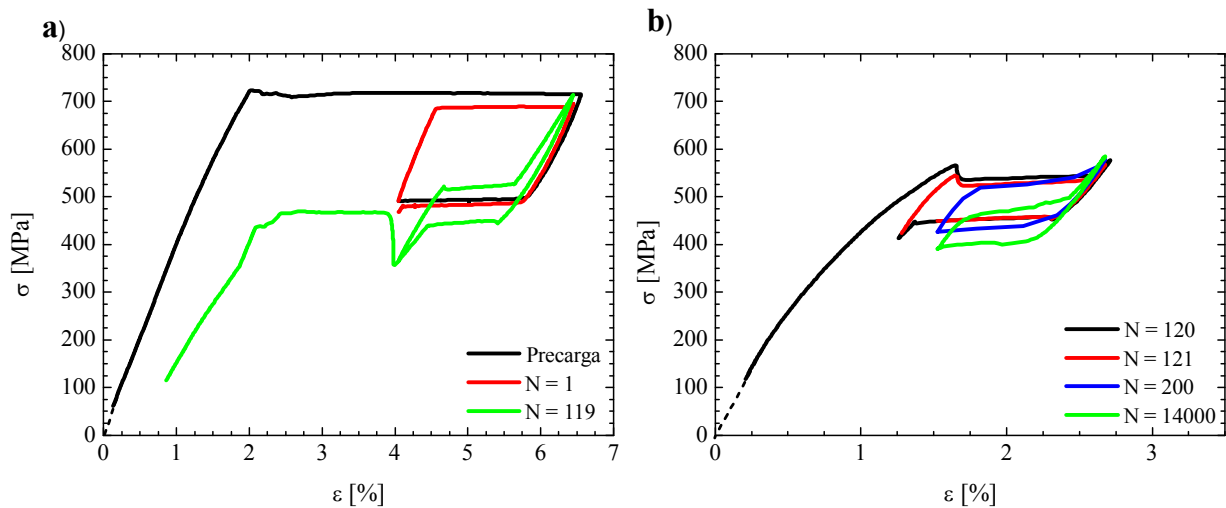


Figura 6.3. *Ensayo CPI-50. (a) Generación de la probeta funcional $\Delta L = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$. Estabilización de la zona transformada. (b) Ensayo $\Delta L = 1 \text{ mm min}^{-1}$ hasta la rotura.*

Es importante aclarar que:

- en todos los casos, la deformación mínima de ensayo aplicada fue elegida de manera de mantener una longitud de alambre aproximada de 1 mm en fase martensita (núcleo de martensita), dentro de la zona efectiva L_E de ensayo de la probeta.

- una vez comenzado el ensayo de ciclado pseudoelástico se observó que el núcleo de martensita se posiciona en el centro de la zona pre-ciclada en forma natural. Esto podría ser motivo de análisis a futuro.

- la rotura siempre se produjo en uno de los dos extremos de la zona donde la transformación fue activa durante el ciclado, esto es en la sección del alambre donde se localiza la posición extrema de la interfase martensita / austenita correspondiente a la tensión máxima alcanzada en cada ensayo.

6.1.1 Fatiga funcional.

Teniendo en cuenta lo analizado en el Capítulo 4 y una vez resuelto el problema de la rotura en mordazas mediante el método de ensayo propuesto en el Capítulo 5, se analizaron los efectos de la fatiga funcional hasta la rotura. Para ello, se midieron las tensiones de transformación / retransformación durante el ciclado correspondiente a la creación de la probeta funcional (aproximadamente 100 ciclos) y el posterior ciclado

pseudoelástico en los ensayos CP1-37, CP5-37 y CP6-37. La medición de la evaluación de las tensiones representadas en la Figura 6.4 fue realizada a una deformación $\varepsilon = 4\%$ para la etapa de generación de la probeta funcional y $\varepsilon = 1,25\%$ para el ciclado pseudoelástico posterior. Las evoluciones de las tensiones obtenidas se compararon con los resultados del ensayo CF-R-4 de ciclado reducido analizado en el Capítulo 4. Este ensayo se realizó a una velocidad de desplazamiento de travesaño de 1 mm min^{-1} , a una temperatura de 35 °C , un rango de deformación $\Delta\varepsilon = 3,14\%$ y una deformación media de $4,83\%$. La diferencia de temperatura de ensayo de 2 °C no inhabilita la comparación de los comportamientos ya que la diferencia de las tensiones críticas de transformación, calculada por la relación de Clausius-Clapeyron de 7 MPa / K , equivalen a solo 14 MPa .

En la Figura 6.4 se grafican las evoluciones de las tensiones de transformación / retransformación de los tres ensayos analizados junto a la evolución obtenida en el ensayo CF-R-4 del Capítulo 4.

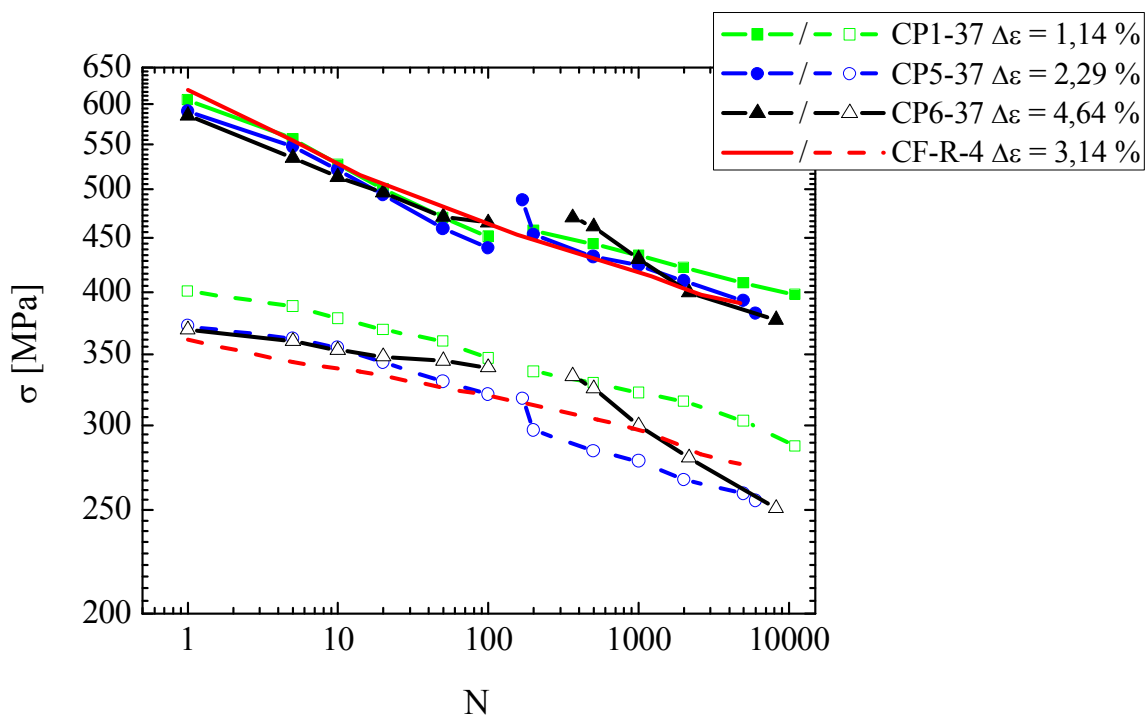


Figura 6.4. *Fatiga funcional hasta la rotura. Evolución de tensiones de los ensayos CP1-37, CP5-37, CP6-37 y CF-R-4.*

Se puede observar que la tasa de variación de las tensiones críticas mostraron ser similares. Queda claro, como se había analizado en el Capítulo 4, que la caída de las

tensiones continúa hasta la rotura de la probeta. Observando el comportamiento de las tensiones de transformación de los ensayos CP1-37, CP5-37 y CP6-37 podría decirse que su evolución no se ve afectada sustancialmente por la descarga realizada entre la creación de la probeta funcional y el ensayo de fatiga (ver procedimiento experimental desarrollado en el Capítulo 5). Solo se observan perturbaciones asociadas a la discontinuidad del ensayo. La Tabla 6.2 muestra el valor de la tasa de caída de las tensiones para los ciclos N = 1, 110 y el número de ciclo asociado a la rotura, en cada caso. Estos valores confirman la similitud de las evoluciones mostradas en la Figura 6.4. Esta similitud demuestra que la cantidad de material transformado no tendría efectos sobre la evolución de tensiones debido a la fatiga funcional.

Tabla 6.2. *Tasas de variación de las tensiones críticas.*

Ensayo	Ciclo (Número)	Transformación (MPa/ciclo)	Retransformación (MPa/ciclo)
CF-R-4	1	-16,00	-4,25
	110	-0,44	-0,15
	5136	-0,01	-0,005
CP1-37	1	-12,25	-3,25
	100	-0,38	-0,26
	11000	-0,00321	-0,00341
CP5-37	1	-10,75	-2,50
	100	-0,38	-0,18
	6000	-0,00768	-0,00409
CP6-37	1	-12,75	-2,25
	100	-0,12	-0,10
	8200	-0,00381	-0,00615

6.2 Ensayos de ciclado a rotura sin transformación. Ensayos tipo A, P y M.

Con el fin de analizar la influencia de la TM cíclica en la vida a fatiga estructural (lo que se realizará en la siguiente Sección 6.3), se realizaron 14 ensayos de ciclado sin transformación. Los ensayos se realizaron en las tres zonas características del material pseudoelástico (fase austenita, A, fase martensita, M, y en muestras parcialmente

transformadas, P), realizando ciclados controlados por desplazamiento con los mismos límites de carga pero con diferentes valores de deformación media.

Se utilizaron probetas de alambre de 60 mm de longitud entre mordazas, se configuró una frecuencia de ensayo de 5 Hz y el control se realizó por desplazamiento del actuador servohidráulico en las máquinas de ensayo MTS 810 e Instron 8800. Se utilizaron las mordazas de cilindro descritas en el Capítulo 3. Las temperaturas de ensayo fueron de 25 °C, 37 °C y 50 °C y se utilizaron las cámaras ambientales correspondientes en cada caso (ver Sección 3.2.1 del Capítulo 3).

Para comprobar el correcto control de la TM de manera de asegurar que no se presentarán núcleos de martensita o evitar el movimiento de frentes, se realizó una serie de ensayos previos descrita en el Anexo B. En el análisis no se detectaron efectos térmicos, debido a la velocidad de ciclado, que impidieran controlar la transformación martensítica mediante los límites de desplazamiento estimados.

La Figura 6.5 muestra las curvas tensión-deformación del ciclo inicial de tres de los ensayos realizados. Como referencia se superpuso la curva tensión-deformación de un ciclo completo pseudoelástico cuasiestático ($\Delta L = 0,1 \text{ mm min}^{-1}$, velocidad promedio de deformación de $0,0017 \text{ min}^{-1}$). Se puede observar el tipo de ensayo realizado y las zonas características donde se realizaron los ciclados. En todos los casos la deformación media fue configurada en el primer ciclo de carga.

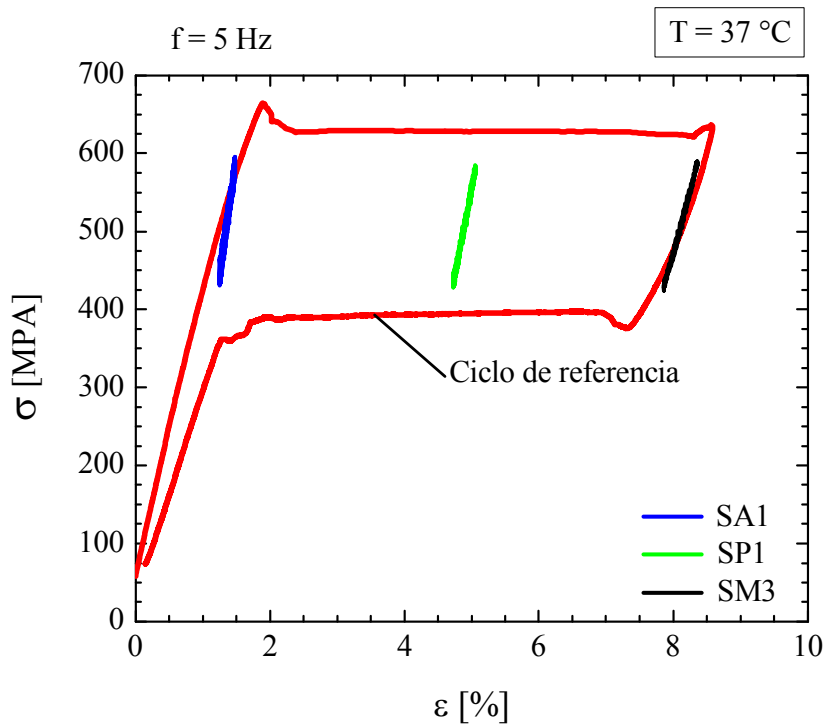


Figura 6.5. Ciclados sin transformación en las tres regiones características del alambre de NiTi.

La Tabla 6.3 muestra los principales parámetros de los 14 ensayos. La nomenclatura utilizada para la denominación de los ensayos se compone por el código SXY donde las iniciales SX se refieren las tres zonas características del material pseudoelástico (fase austenita, A, fase martensita, M, y en muestras parcialmente transformadas, P) y el valor Y al número de ensayo. En nueve casos se aplicó una deformación de forma tal que la tensión máxima obtenida se mantuvo por debajo de los 600 MPa y el rango en 178 MPa ($\sigma_{\max} - \sigma_{\min}$). De esta forma se trató de evitar la ocurrencia de transformaciones de fase evidentes durante el ciclado.

En el resto de los ensayos, dos en fase austenita (ensayo SA4 y SA5) y tres en fase martensita (ensayos SM4, SM5 y SM6), se aplicaron deformaciones máximas de manera de obtener tensiones máximas correspondientes a un ensayo pseudoelástico realizado a una temperatura de 37°C. Por lo tanto, los ensayos SA4 y SM4 debieron realizarse a deformaciones máximas de forma de generar una tensión máxima del orden de los 620 MPa correspondiente a la generación de la probeta funcional. Por otro lado los

ensayos SA5, SM5 y SM6 debieron ser realizados a deformaciones máximas de forma de generar una tensión máxima del orden de 542 MPa, similares a las obtenidas en los ensayos de vida a fatiga. Para obtener estos niveles de tensiones los ensayos de la fase austenita se realizaron a 50 °C, de forma de evitar el inicio de la transformación martensítica al obtener tensiones del orden de los 620 MPa, mientras que los realizados en fase martensita a 25 °C, para evitar la retransformación martensítica al obtener tensiones del orden de los 542 MPa. En el caso de los ensayos en fase martensítica (parcial o total) se transformó toda la longitud de la probeta mediante un ciclo de carga a una velocidad de 0,1 mm min⁻¹.

Tabla 6.3. *Parámetros y resultados de los ensayos sin transformación para las tres condiciones consideradas.*

Fase	Muestra	ϵ_{med} (%)	$\Delta\epsilon$ (%)	ϵ_a (%)	σ_{max} (MPa)	σ_a (MPa)	Número de ciclos
Austenita	SA1	1,38	0,20	0,1	587	88,5	> 10.000.000
	SA2	1,37	0,22	0,11	595	82	> 7.000.000
	SA3	1,46	0,18	0,09	581	73,5	> 10.000.000
	SA4	1,21	0,46	0,23	621	147	> 1.252.115
	SA5	0,848	0,40	0,198	543	123	> 3.322.579
Martensita parcial	SP1	4,905	0,35	0,175	581	75,5	2.513.480*
	SP2	4,405	0,35	0,175	598	84	4.240.129*
	SP3	4,48	0,28	0,14	599	82,5	960.558*
Martensita	SM1	7,87	0,48	0,24	598	84,5	895.015*
	SM2	8,145	0,37	0,185	596	83	932.956*
	SM3	8,12	0,52	0,26	590	83	560.954*
	SM4	10,84	0,96	0,48	634	143	132.700*
	SM5	8,09	0,80	0,4	542	125	> 10.000.000
	SM6	8,075	0,77	0,385	542	125	> 3.000.000

* Fractura

Las diferencias en los rangos de deformación aplicados en los ensayos de austenita respecto de los de martensita se deben a las diferencia de rigidez (mayor en austenita). La diferencia en la deformación media aplicada en cada caso se debió a la dificultad de posicionar el frente de transformación en la misma sección del alambre. En el ensayo

SM4 se tuvo que aplicar una mayor deformación máxima para obtener la carga máxima deseada.

Es necesario remarcar aquí que en el caso de los ensayos con martensita (total o parcial), la fractura final del alambre tuvo lugar en una sección del alambre en contacto con las mordazas. Recordemos que en estos ensayos no se utilizó una probeta funcional con zona efectiva con tensiones de transformación reducidas. Si bien ahora se utilizan mordazas optimizadas para el alambre, sigue existiendo el problema de falta de localización del daño (falta de zona efectiva, L_E), por lo que la rotura en mordazas será difícil de evitar.

6.3 Efecto de la transformación martensítica en la vida a fatiga de NiTi.

La comparación de la vida a fatiga obtenida en los ensayos de ciclado pseudoelástico presentados en la Sección 6.2 (Tabla 6.1) con los resultados de los ensayos presentados en la Sección 6.3 (Tabla 6.2), permite concluir que la presencia de la TM cumple un rol decisivo en la vida a fatiga. Los ensayos sin transformación cíclica mostraron vidas a fatiga de entre 10^5 y 10^6 ciclos, mientras que en el caso de ensayos con ciclado pseudoelástico, que involucran una TM cíclica, la vida se redujo a valores cercanos a 10^4 ciclos. Esto representa una reducción uno a dos órdenes de magnitud.

En la Figura 6.6 se observan los resultados del rango de deformación aplicada $\Delta\varepsilon$ vs. el número de ciclos N para todos los ensayos presentados en las Secciones 6.2 y 6.3, realizados a temperaturas de 25 °C, 37 °C y 50 °C. Como referencia, se incluye una curva de la resistencia a fatiga promedio correspondiente a aleaciones de titanio de alta resistencia [5]. También se incluye como referencia la deformación necesaria para comenzar la transformación martensítica $\varepsilon_{A \rightarrow M} = 1,2 \%$, a una temperatura de 37 °C [6].

Aunque en el caso de los ensayos de ciclado sin transformación en fase martensita la rotura se produjo en mordazas, se aprecia que la vida a fatiga fue de dos órdenes de magnitud mayor con respecto al ciclado realizado con presencia de transformación cíclica.

Del análisis de los resultados presentados en la Figura 6.6 también se puede inferir la siguiente conclusión importante: por encima de la deformación de inicio de la transformación martensítica ($\varepsilon_{A \rightarrow M}$), la vida a fatiga no depende del rango de deformación aplicada ni de la deformación media, sino que depende solo del número de transformaciones experimentadas por los distintos elementos de volumen del alambre. A esta idea se pudo arribar estudiando al material bajo las condiciones planteadas de alejamiento de la TM de las mordazas por medio de la probeta funcional y con efectos térmicos de la velocidad a niveles despreciables. Los resultados de vida a fatiga se encuentran claramente cerca de los 10.000 ciclos, independientemente del rango de deformación aplicado para estas condiciones de ensayo.

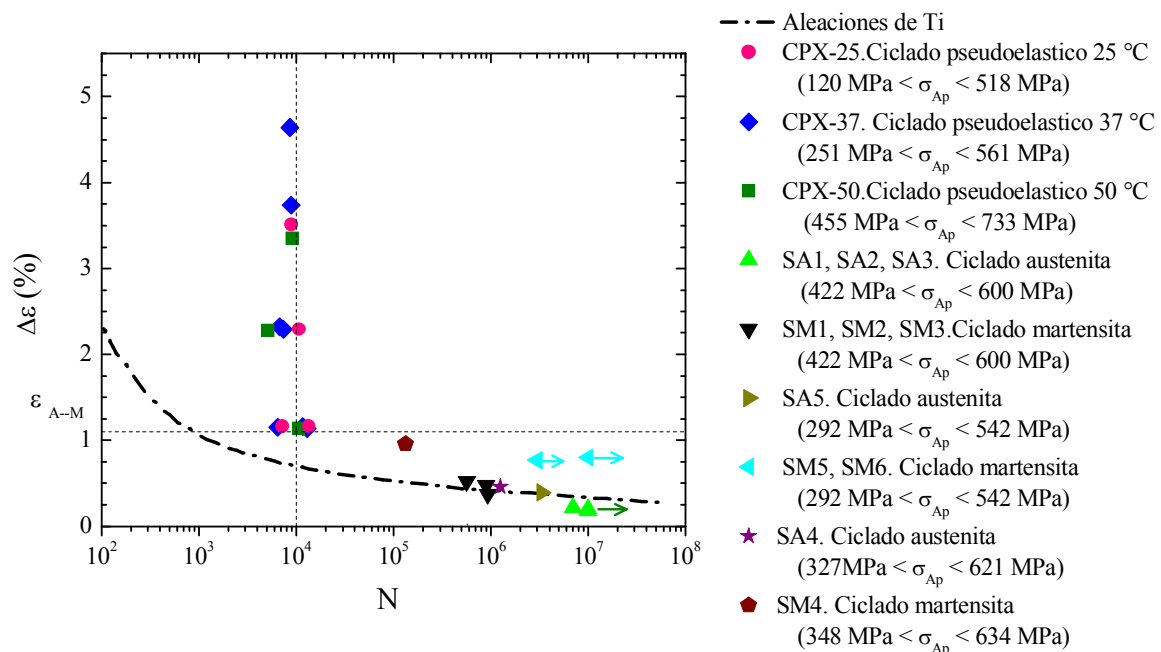


Figura 6.6. Resultados de todos los ensayos presentados en las Secciones 6.2 y 6.3.

Estos resultados se contradicen fuertemente con muchos reportes de bibliografía en los que se propone una relación entre la vida a fatiga (número de ciclos a rotura del alambre o componente, N) y el rango de deformación aplicada $\Delta\varepsilon$ [6,7,16–18,8–15]. Los actuales resultados, junto con la metodología de ensayo propuesta que permite analizar la resistencia a fatiga intrínseca del alambre, permitirán avanzar con trabajos futuros en análisis específicos del mecanismo de daño propiamente dicho y de las variables que lo gobiernan.

Otro resultando importante es la independencia que presenta la vida a fatiga con respecto a la temperatura de ensayo, que es la que define el rango de tensiones obtenidos y la relación de carga (ver Tabla 6.1 y Figura 6.6). Esto indica que el daño se acumula en una sección del alambre cada vez que el frente de transformación pasa por ella. Por lo tanto, la vida a fatiga no dependería del rango de tensiones aplicadas y de la tensión media, haciendo que la utilización de métodos de análisis de los efectos de la tensión media para materiales convencionales no sea correcto [19]. Es importante mencionar además la efectividad que ha tenido el procedimiento experimental propuesto asegurando la fractura de los alambres en la zona efectiva de análisis, evitando el efecto perjudicial de la interacción alambre-mordaza.

Finalmente podemos remarcar que para lograr avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de NiTi es necesario concentrarse en el mecanismo de daño asociado al movimiento del frente de transformación (interfase austenita/martensita). Recientemente Sedmák et al. [20] realizaron un análisis del daño generado por el paso del frente de transformación mediante la utilización de técnicas de tomografía tridimensional mediante rayos de luz sincrotrón (3D-XRD) y de correlación digital de imágenes. A partir de este trabajo encontraron clara evidencia de que la localización de la deformación causaría degradación del comportamiento a la fatiga de alambres de NiTi superelástico debido a que promueve la acumulación de daño superficial.

6.4 Modelos elastoplásticos de predicción utilizados en bibliografía.

Los resultados anteriores cuestionan algunas investigaciones importantes reportadas en la bibliografía, que analizan la resistencia a fatiga de aleaciones de NiTi aplicando modelos del tipo Coffin-Manson [19] utilizados comúnmente para explicar el comportamiento elastoplástico de aleaciones metálicas (ver por ejemplo [7,12,18]). La justificación del uso de estas teorías se ve potenciado por el comportamiento observado en el número de ciclos a fatiga en función del rango de deformación aplicado. Por ejemplo, Maletta et al. [14] proponen un modelo del tipo Coffin-Manson modificado y tratan de adaptarlo al tratamiento de la fatiga pseudoelástica dividiendo la deformación aplicada ε_a en dos componentes. Un componente elástico que dependerá de la proporción

de fases presentes (ϵ_{ae}) y otro denominado inelástico, que resulta de restarle a la deformación aplicada el componente elástico (ϵ_{ai}). La Figura 6.7 muestra los resultados experimentales. La amplitud de deformación está dividida en tres zonas según la fase presente. La zona de fase austenita, ($2\epsilon_a < 6,6 \cdot 10^{-3}$), la zona de fase martensita ($2\epsilon_a > 5,96 \cdot 10^{-2}$) y la zona de transformación inducida por tensiones. Puede observarse que los resultados invitan a realizar ajustes de los datos utilizando modelos elastoplásticos que se aplican en metales tradicionales.

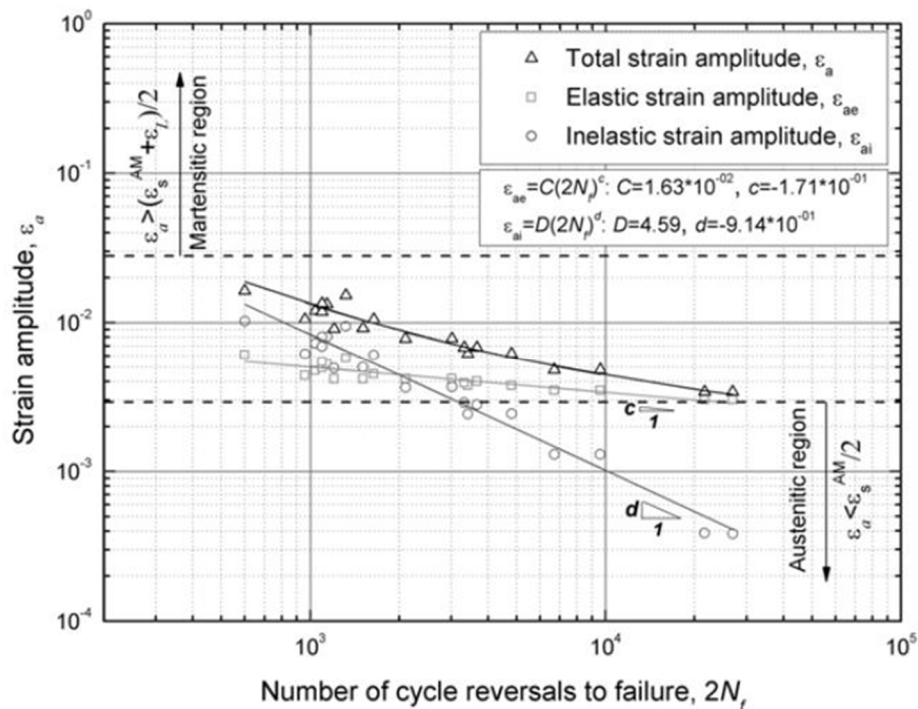


Figura 6.7. Resultados de ensayos de fatiga axial (Maletta et al 2012) [14].

A fin de analizar la factibilidad de la utilización de dicho ajuste, realizaremos una breve introducción del modelo de Coffin-Manson, esquematizado en la Figura 6.8. El modelo indica que la vida a fatiga disminuye con el aumento de la deformación máxima aplicada al componente, y contempla el cálculo de la resistencia a la fatiga como la suma del aporte de una componente elástica y una plástica. El modelo calcula el rango de la deformación total, como

$$\frac{\Delta\epsilon}{2} = \frac{\Delta\epsilon_e}{2} + \frac{\Delta\epsilon_p}{2} \quad (6.1)$$

siendo la ecuación de la componente elástica

$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta \sigma}{2E} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N)^b \quad (6.2)$$

donde σ'_f es el coeficiente de la resistencia a la fatiga (para la mayoría de los metales aproximadamente igual a la tensión verdadera de rotura, corregida por estricción), y b es el exponente de resistencia a la fatiga o exponente de Basquin. La ecuación de la componente de la parte plástica está dada por 6.3

$$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N)^c \quad (6.3)$$

donde ε'_f es el coeficiente de ductilidad a la fatiga (aproximadamente igual a la ductilidad verdadera a la rotura), y c el exponente de ductilidad a la fatiga. La ecuación 6.1 puede escribirse entonces como

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N)^b + \varepsilon'_f (2N)^c \quad (6.4)$$

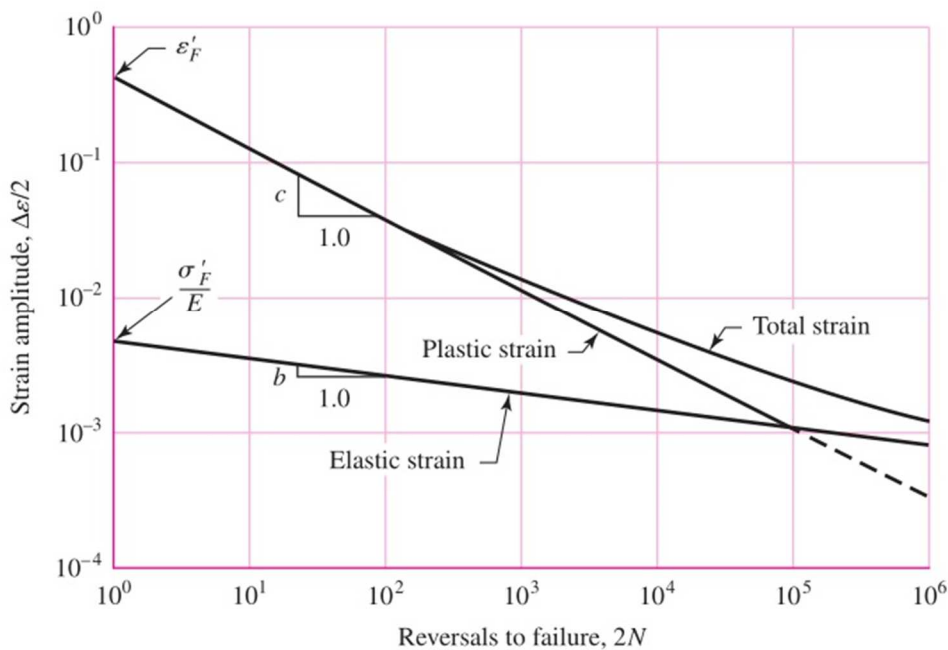


Figura 6.8. Modelo de Coffin-Manson [19].

Queda claro que el modelo contempla coeficientes asociados al comportamiento plástico de metales para ajustar el aporte principal de la vida a fatiga de bajos número de ciclos (componente plástica). Esto inhabilita la aplicación del modelo para analizar el comportamiento a fatiga de aleaciones de NiTi superelásticas, ya que en este caso no se puede separar una componente plástica. En el análisis de Maletta et al. [14] mencionado anteriormente, esta componente plástica es definida de forma arbitraria como la diferencia entre la deformación total aplicada y una deformación elástica también definida arbitrariamente. La aplicación de este modelo resulta de esta manera un simple ajuste de los resultados obtenidos.

Finalmente podemos hacer referencia a otro modelo que ha sido utilizado para intentar explicar la influencia de la sollicitación aplicada en el comportamiento a fatiga de materiales con memoria de forma, y en particular el NiTi, que es el modelo del parámetro SWT (llamado así por sus autores, Smith, Watson and Topper [21]). Este modelo ha sido usado para relacionar datos de fatiga mecánica convencional obtenida en ensayos controlados por tensión y por deformación, especialmente en materiales metálicos.

Consiste en calcular la amplitud de una tensión alternativa ($R = -1$) que resultaría en la misma vida a la fatiga que en una situación en la que existe un cierto valor de tensión media aplicada. El modelo define una amplitud equivalente SWT a través de:

$$\sigma_{\text{SWT}} = \sqrt{\sigma_{\text{max}} \sigma_a} \quad (6.5)$$

siendo σ_{max} la tensión máxima y σ_a la amplitud de la tensión aplicada. En el caso de que las tensiones aplicadas estén dentro de la región elástica, el parámetro SWT puede presentarse incluyendo el módulo elástico y la amplitud de deformación de la siguiente manera:

$$\sigma_{\text{SWT}} = \sqrt{\sigma_{\text{max}} \varepsilon_a E} \quad (6.6)$$

donde ε_a es la amplitud de deformación aplicada y E es el módulo de elasticidad.

Cuando se quiere aplicar este término a los MMF surge un inconveniente debido a la fuerte dependencia del módulo elástico con la temperatura. Proft et al. [22] propusieron

un método modificado de SWT para el análisis de NiTi, modificación que incluye solo la tensión máxima σ_{\max} y la amplitud de deformación aplicada ε_a :

$$\sigma^*_{\text{SWT}} = \sqrt{\sigma_{\max} \varepsilon_a} \quad (6.7)$$

Aplicando las ecuaciones 6.5 y 6.7 a los resultados obtenidos en los ensayos de ciclado pseudoelástico (Tabla 6.1), se obtienen los datos expuestos en la Tabla 6.4.

Tabla 6.4. Cálculos de la amplitud equivalente aplicada según expresiones 6.5 y 6.7.

Ensayo	Temperatura (°C)	σ^*_{SWT} (MPa ^{1/2})	σ_{SWT} (MPa)	Ciclos a la fractura N
CP1-25	25	17	321	13.597
CP2-25		17	312	7.235
CP3-25		24	304	10.738
CP4-25		29	295	8.902
CP1-37	37	17	269	12.889
CP2-37		18	261	11.750
CP3-37		18	277	6.418
CP4-37		25	287	6.805
CP5-37		25	295	7.442
CP6-37		36	293	8.600
CP7-37		32	305	8.940
CP1-50	50	18	238	14.636
CP2-50		20	280	10.600
CP3-50		27	317	5.178
CP4-50		35	319	9.176

En las Figuras 6.9 y 6.10 se grafican los cálculos de la amplitud equivalente aplicada mediante la expresión de Smith, Watson y Topper.

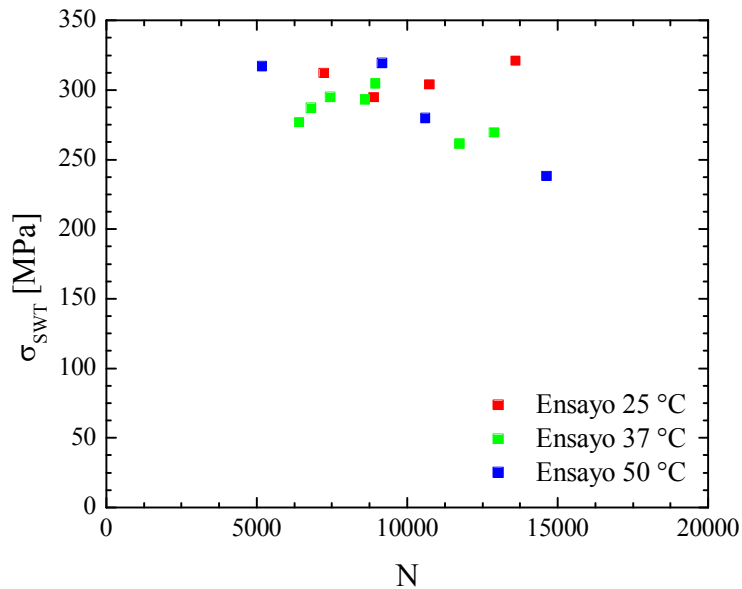


Figura 6.9. σ_{SWT} (MPa) vs el número de ciclos a rotura N .

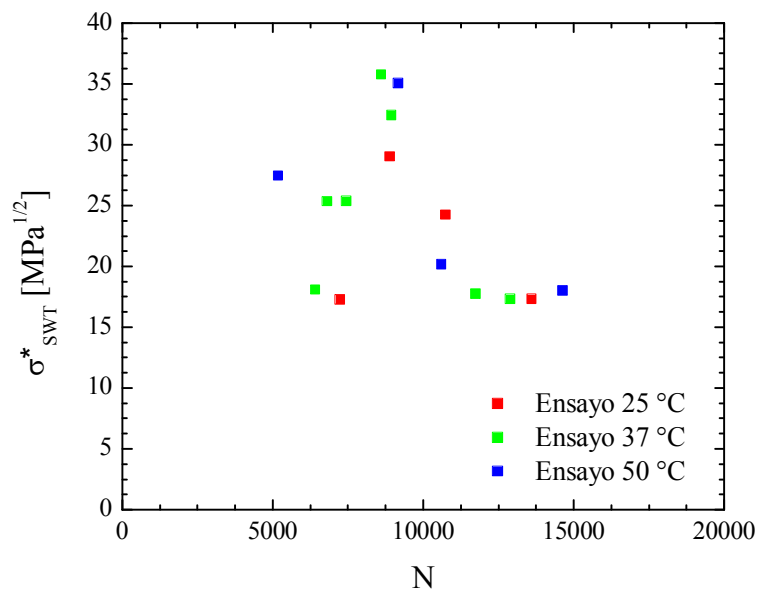


Figura 6.10. σ_{SWT}^* ($MPa^{1/2}$) vs el número de ciclos a rotura N .

Poniendo atención sobre los resultados obtenidos no se evidencia una relación clara entre la vida a fatiga y las amplitudes equivalentes calculadas. Nuevamente es importante remarcar que estos intentos por querer describir un fenómeno complejo como

lo es la fatiga asociada a la transformación de fases inducida por tensiones con modelos desarrollados para analizar fenómenos elastoplásticos en metales, solo permiten ajustar expresiones a los resultados obtenidos. Estos resultados muestran que si bien se han realizados algunos intentos de explicar el comportamiento a fatiga de materiales con memoria de forma, en general no se ha logrado avanzar efectivamente en el esclarecimiento del mecanismo de daño involucrado y solo han sido efectivos en la descripción de los resultados experimentales obtenidos, ajustándolos a expresiones asociadas a modelos existentes y generalmente aplicados a aleaciones metálicas que no experimentan transformaciones martensíticas cíclicas.

6.5. Comparación de resultados.

En esta sección se compararon los resultados obtenidos en este trabajo con los reportados en bibliografía y en particular los resultados reportados por Rahim et al. [6] y Pelton et al. [17].

Rahim y colaboradores [6] realizaron ensayos flexo-rotativos en alambres con distintos tipos de inclusiones como óxidos y carburos comparando los resultados de los mismos con casos de baja concentración de inclusiones.

Por otro lado Pelton y colaboradores [17] estudiaron el comportamiento a fatiga en alambres de NiTi con 4 aleaciones distintas y con terminación superficial *bright* y *black oxide*. Realizaron ensayos de fatiga flexo-rotativos a tres temperaturas (-25, 23 y 60 °C) para analizar su efecto en la vida a fatiga. Por último desarrollaron un análisis de elementos finitos utilizando el modelo de Auricchio [23] para estimar las tensiones y deformaciones locales en un alambre sometido a rotaciones con diferentes radios de flexión. Dividen los resultados de la vida a fatiga pseudoelástica en cuatro regiones, según el número de ciclos a la rotura, para así explicar el comportamiento mediante modelos clásicos como el de Basquin o Coffin-Manson.

La Figura 6.11 muestra resultados propios más los reportados en los artículos [6] y [17]. Como referencia, se incluye una curva de la resistencia a fatiga promedio correspondiente a aleaciones de titanio de alta resistencia [5]. Es importante analizar las

tensiones aplicadas en el caso de los ensayos flexo-rotativos. En este tipo de ensayos se aplican ciclos de carga alternantes con una relación $R = -1$. Por lo tanto, se realiza un ciclo de transformación a la compresión y uno a tracción por cada ciclo. Entonces, se deberían considerar dos ciclos de transformación por cada ciclo de carga. Esto resulta importante si el número de transformaciones resulta una variable determinante cuando se calcula la cantidad de daño por fatiga en alambres de NiTi. Por esta razón, se consideraron dos transformaciones por ciclo en estos casos de forma de poder comparar los resultados. Por otro lado, es de esperar que los ensayos de tracción generen sollicitaciones más severas que los de flexión, como sucede en la mayoría de los materiales, debido a que en el primero todo el volumen efectivo de ensayo se encuentra sometido a las tensiones o deformaciones nominales consideradas, mientras que en el segundo estas solo se aplican a las superficies de los componentes ensayados. Por supuesto, para cuantificar estas diferencias es necesario avanzar en el conocimiento de la influencia de estas variables geométricas y de carga en los mecanismos de daño involucrados. La Figura 6.11 está dividida en tres zonas que dependen del comportamiento pseudoelástico. La zona de fase austenita cuando la deformación es menor a $\epsilon_{A \rightarrow M}$. La zona pseudoelástica donde se produce el ciclado con movimiento de frente de transformación ($\epsilon_{A \rightarrow M} < \epsilon < \epsilon_M$). Y la zona de fase martensita ($\epsilon > \epsilon_M$). Estos límites no se indican como un rango de deformación ya que los mismos se utilizan para indicar las zonas características del material pseudoelástico.

En la Figura 6.11 puede observarse que los resultados propios muestran que al superarse la deformación de inicio de la transformación martensítica (TM) la vida deja de depender de la deformación aplicada y pasa a depender solo del número de transformaciones experimentadas. Podemos ver que lo mismo sucede en caso de los resultados reportados en las referencias. Los resultados de Pelton et al. [17] muestran claramente esta tendencia, aunque en el rango de los 1000 ciclos. Los resultados de Rahim et al. [6] muestran una dispersión importante y el rango de deformaciones analizadas no permiten sacar conclusiones, pero teniendo en cuenta las vidas a fatiga obtenidas por debajo de la deformación de inicio de la transformación podría considerarse que también responden a la tendencia encontrada.

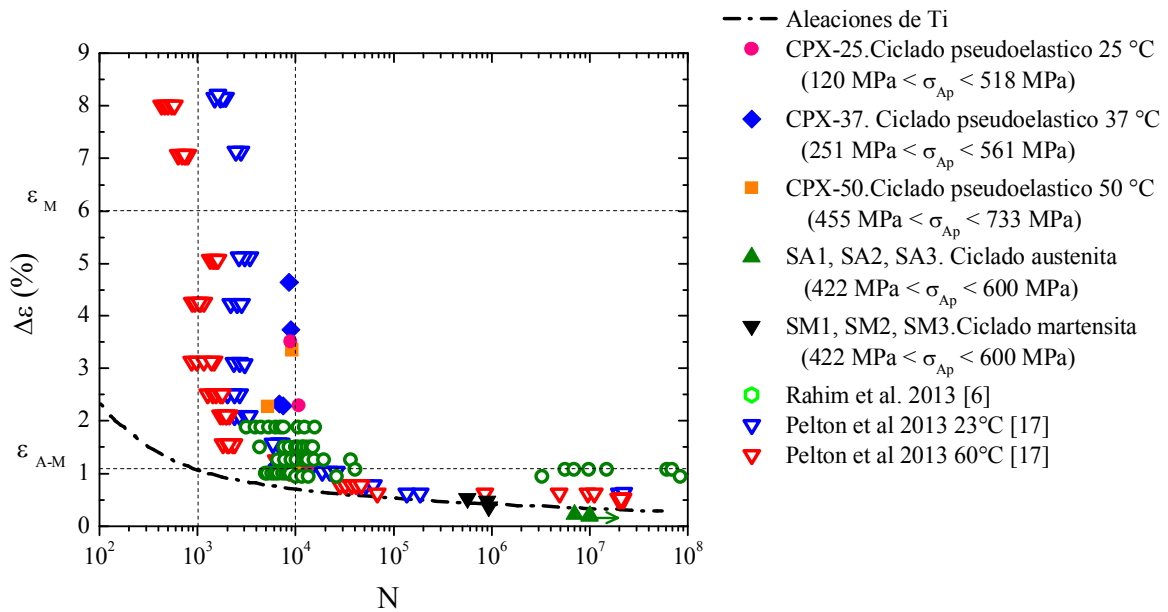


Figura 6.11. Comparación de los resultados de la Figura 6.6 con resultados de bibliografía.

El análisis muestra que a pesar de las grandes diferencias en las condiciones de ensayo (velocidad de deformación, configuraciones de carga, etc.), en todos los casos aparecen evidencias claras de la influencia de la transformación martensítica cíclica en la respuesta a fatiga del material. Es claro además el esfuerzo que debería aplicarse para el avance del conocimiento de la respuesta a fatiga del alambre de NiTi y de los parámetros que deben ser utilizados para describir todos los resultados experimentales.

6.6 Aspectos fractográficos.

Como complemento de este capítulo se realizó un análisis de una de las superficies de fractura de los ensayos pseudoelásticos con rotura en la longitud efectiva (L_E). En la Figura 6.12 se observan micrografías de la superficie de fractura del ensayo de ciclado pseudoelástico CP1-25, presentado en la sección 6.2, tomadas en microscopio electrónico de barrido (SEM). En la Figura 6.12.b se observa la zona de iniciación de la fractura y la Figura 6.12.c muestra un detalle de la misma. En la Figura 6.12.d se observa un típico ejemplo de avance sub-crítico de fisura y en la Figura 6.12.e, la zona de fractura dúctil final. Asociada a la zona de fractura dúctil final se puede distinguir también la presencia de labios de corte sobre el perímetro de la sección circular. La detección de labios de corte facilita la delimitación de la transición de la zona de propagación subcrítica a la de rotura final. También se pueden observar múltiples fracturas en la zona de avance subcrítico de fisura que no se aprecian en la zona de nucleación ni en la de fractura final (Figura 6.12.d). Los detalles fractográficos observados en el presente trabajo se corresponden con los reportados en estudios previos en casos de fatiga en flexión rotatoria [10,24] y fatiga debido a transformación térmica bajo carga [25,26].

De la estrías observadas con mayor detalle en la Figura 6.12.d puede estimarse una velocidad de crecimiento da / dN del orden de $1 \mu\text{m} / \text{ciclo}$ (se considera que una estría se corresponde con el avance del frente de fisura en un ciclo). Teniendo en cuenta que la superficie asociada a la rotura dúctil abarca más del 50 % de la superficie de fractura, se puede considerar una longitud de avance de fisura por fatiga de $250 \mu\text{m}$ (el radio del alambre estudiado). De esta manera, se puede estimar que son necesarios 250 ciclos hasta obtener la rotura. Este valor representa el 2 % de la vida total observada (13.597 ciclos). Estos resultados sugieren que para las condiciones de ciclado utilizadas, la etapa de iniciación es la que determina la vida del alambre. Por lo tanto, desde el punto de vista de las aplicaciones, el conocimiento de los mecanismos asociados a la iniciación sería clave si se quiere prolongar la vida en condiciones de ciclado pseudoelástico.

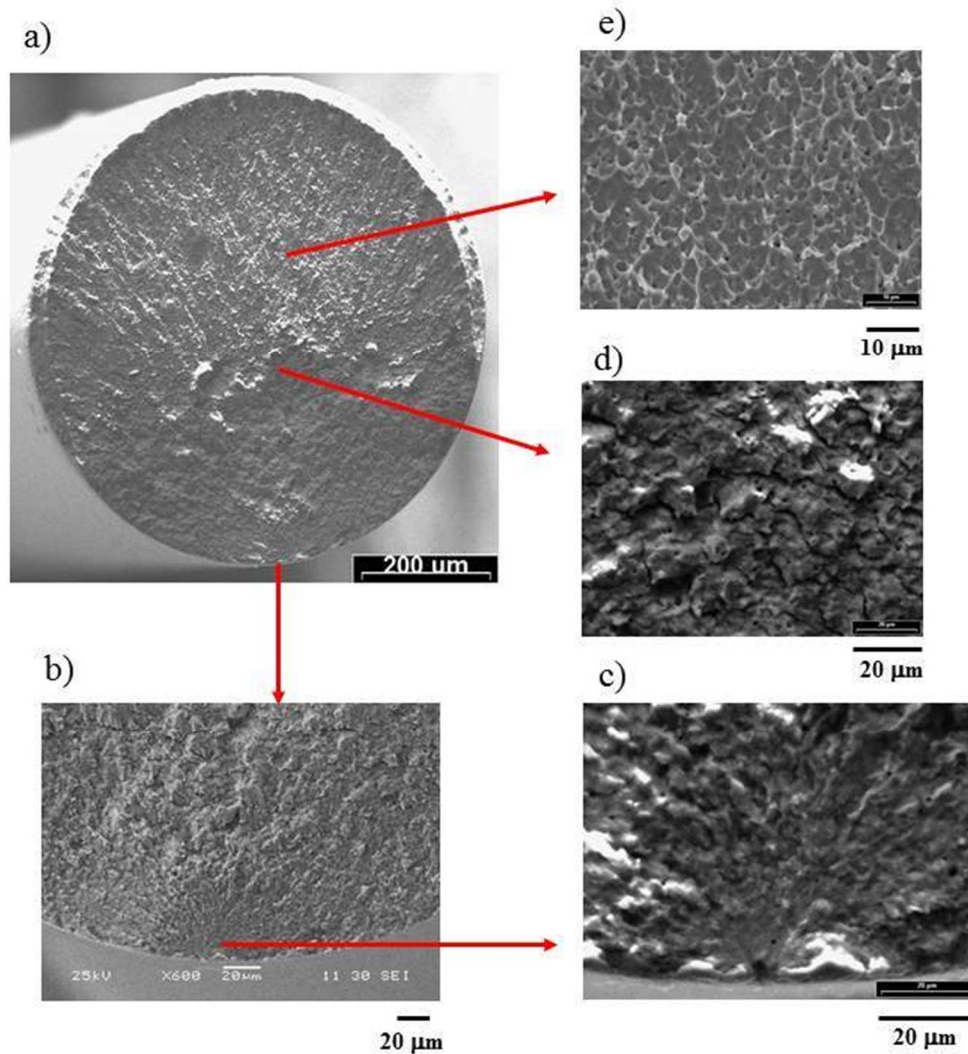


Figura 6.12. Micrografías SEM obtenidas con electrones secundarios de las distintas regiones asociadas a la superficie de fractura (CPI-25). **(a)** Superficie de fractura. **(b)** Zona cercana al punto de iniciación. **(c)** Punto de iniciación. **(d)** Región de estrias. **(e)** Dimples asociados a la fractura dúctil final.

Como se puede observar en la Figura 6.12.c la fractura comienza en la superficie del alambre pero no se detectó la presencia de inclusiones como carburos u óxidos superficiales o sub-superficiales. Por lo tanto se decidió observar el interior de las muestras fracturadas, cerca de la superficie de fractura. El procedimiento de inclusión de las muestras es descrito en el Capítulo 3, Sección 3.1.3. En la Figura 6.13 se puede observar la presencia de fisuras superficiales encontradas en la muestra CP3-37, de una longitud promedio de 1-2 μm . Sin embargo un estudio exhaustivo en las diferentes condiciones de ensayo no permitió observar estas fisuras en las demás muestras similares.

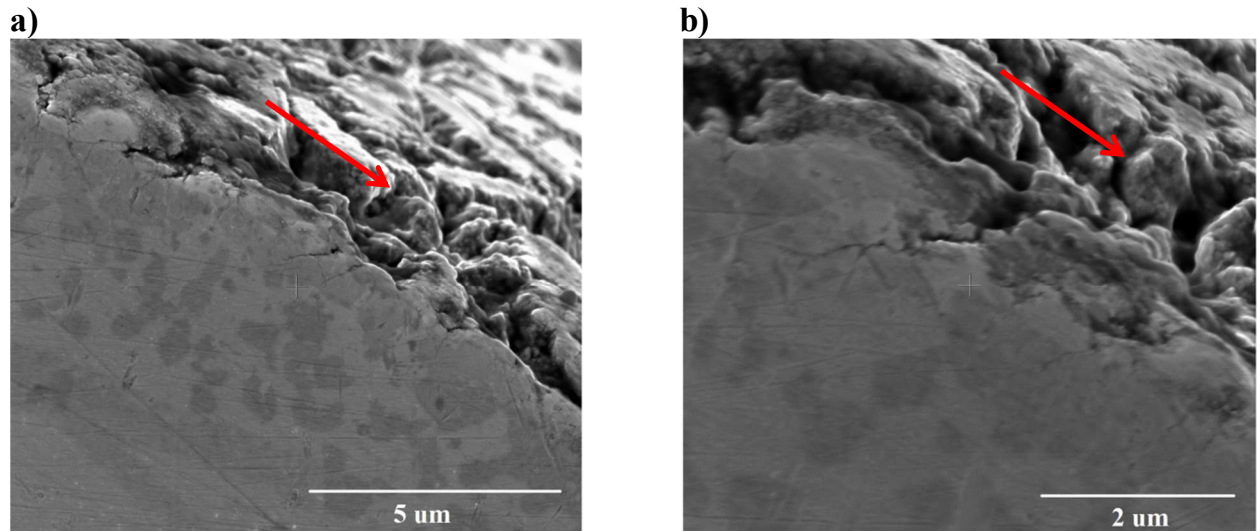


Figura 6.13. *Micrografías SEM del interior de la muestra CP1-37. (a) Microfisuras superficiales. (b) Detalle de la Figura 6.13.a. La flecha roja señala la dirección axial del alambre.*

Por otro lado, la Figura 6.14 muestra un ejemplo de los huecos observados en el interior de la muestra CP2-50, de tamaño del orden de 0,5-1 μm .

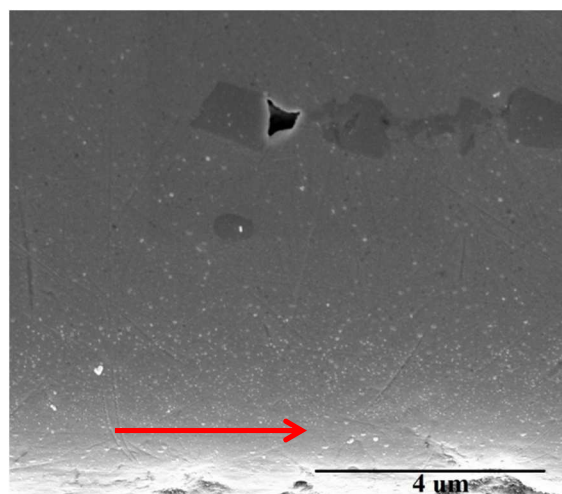


Figura 6.14. *Micrografía SEM de la muestra CP2-50. La flecha roja señala la dirección axial del alambre.*

Las observaciones realizadas dan una idea de los tipos de daño que deberán ser investigados para poder avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de estos alambres de NiTi. El método de ensayo propuesto aporta una herramienta fundamental para esa tarea.

6.7 Conclusiones.

En este capítulo se reporta el estudio de la vida a fatiga de alambres de NiTi teniendo en cuenta los efectos de la transformación martensítica. Se realizaron ensayos de ciclado pseudoelástico utilizando el procedimiento experimental propuesto en el Capítulo 5. Se utilizaron distintas temperaturas y varios rangos de deformación para analizar sus efectos en la vida a fatiga. En forma de comparación, y con el propósito de clarificar el rol de la TM inducida por tensiones en la vida a fatiga de alambres superelásticos de NiTi, se llevaron a cabo ensayos de ciclado sin su presencia, en las tres zonas características del material pseudoelástico (fase austenita, fase martensita y martensita parcial).

Los resultados muestran que por encima de la deformación de inicio de la transformación martensítica, la vida a fatiga no depende del rango de deformación aplicada ni la deformación media, sino que depende solo del número de transformaciones cíclicas experimentadas por el alambre. Otro resultado importante es la independencia que presenta la vida a fatiga con respecto a la temperatura de ensayo. Esto se traduce en que la vida a fatiga no dependería del rango de tensiones y de la tensión media, haciendo incorrecta la utilización de métodos de análisis de los efectos de la tensión media para materiales convencionales. Estos resultados indican que las condiciones locales en el frente de transformación dominan el escenario, acumulando un gran daño cada vez que el mismo pasa por una determinada zona, haciendo menos relevante el rol de la tensión externa aplicada. Los resultados de vida a fatiga se encuentran claramente cerca de los 10.000 ciclos para el alambre estudiado, independientemente del rango de deformación aplicado.

Los resultados obtenidos en esta tesis se contradicen fuertemente con muchos reportes de bibliografía en los que se propone una relación entre la vida a fatiga (número de ciclos a rotura del alambre o componente) y la amplitud de deformación aplicada. En varios trabajos reportados en la bibliografía se propone analizar la vida a fatiga cuando existe transformación en función de la amplitud de deformación aplicada usando modelos tipo Coffin-Manson, tradicionalmente utilizado para analizar la vida a fatiga de metales

elasto-plásticos. Otro método o modelo que ha sido utilizado para analizar la influencia de la sollicitación en la vida a fatiga de materiales con memoria de forma, y en particular el NiTi, es el modelo del parámetro SWT (llamado así por sus autores, Smith, Watson and Topper). La aplicación de estos modelos resulta en un simple ajuste de los resultados obtenidos ya que es incorrecto analizar la transformación martensítica como un tipo de deformación elastoplástica.

Es importante mencionar además la efectividad que ha tenido el procedimiento experimental propuesto y utilizado para el análisis (probeta funcional), que ha asegurado una fractura de los alambres en la zona efectiva de daño, lejos del contacto alambre-mordaza.

6.8 Referencias.

- [1] V. Torra, A. Isalgue, F.C. Lovey, F. Martorell, F.J. Molina, M. Sade, H. Tachoire, Shape memory alloys: From the physical properties of metastable phase transitions to dampers for civil engineering applications, *J. Phys. IV Fr.* 113 (2004) 85–90. doi:10.1051/jp4:20040019.
- [2] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, *Zeitschrift Für Met.* 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [3] A. Isalgue, V. Torra, A. Yawny, F.C. Lovey, Metastable effects on martensitic transformation in SMA : PPPart VI. the Clausius-Clapeyron relationship, *J. Therm. Anal. Calorim.* 91 (2008) 991–998. doi:10.1007/s10973-007-8604-8.
- [4] D. Roy, V. Buravalla, P.D. Mangalgiri, S. Allegavi, U. Ramamurty, Mechanical characterization of NiTi SMA wires using a dynamic mechanical analyzer, 494 (2008) 429–435. doi:10.1016/j.msea.2008.04.052.
- [5] M. Meggiolaro, Statistical evaluation of strain-life fatigue crack initiation predictions, *Int. J. Fatigue.* 26 (2004) 463–476. doi:10.1016/j.ijfatigue.2003.10.003.
- [6] M. Rahim, J. Frenzel, M. Frotscher, J. Pfetzinger-Micklich, R. Steegmüller, M. Wohlschlägel, H. Mughrabi, G. Eggeler, Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys, *Acta Mater.* 61 (2013) 3667–3686. doi:10.1016/j.actamat.2013.02.054.
- [7] K.. Melton, O. Mercier, Fatigue of NITI thermoelastic martensites, *Acta Metall.* 27 (1979) 137–144. doi:10.1016/0001-6160(79)90065-8.
- [8] S. Miyazaki, K. Mizukoshi, T. Ueki, T. Sakuma, Y. Liu, Fatigue life of Ti – 50 at. % Ni and Ti – 40Ni – 10Cu (at. %) shape memory alloy wires, *Mater. Sci. Eng. A.* 273–275 (1999) 658–663.
- [9] M. Wagner, T. Sawaguchi, G. Kausträter, D. Höffken, G. Eggeler, Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires, *Mater. Sci. Eng. A.* 378 (2004) 105–109. doi:10.1016/j.msea.2003.11.058.
- [10] T. Sawaguchi, G. Kausträter, A. Yawny, M. Wagner, G. Eggeler, Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape-memory wires in bending-rotation fatigue, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 2847–2860.
- [11] Y. Kim, Fatigue Properties of the Ti-Ni Base Shape Memory Alloy Wire., *Mater. Trans.* 43 (2002) 1703–1706. doi:10.2320/matertrans.43.1703.
- [12] D.C. Lagoudas, Fatigue life and dynamic response of SMA actuators, 2004.
- [13] Z. Moumni, A. Van Herpen, P. Riberty, Fatigue analysis of shape memory alloys: energy approach, *Smart Mater. Struct.* 14 (2005) S287–S292. doi:10.1088/0964-1726/14/5/017.
- [14] C. Maletta, E. Sgambitterra, F. Furgiuele, R. Casati, A. Tuissi, Fatigue of pseudoelastic NiTi within the stress-induced transformation regime : a modified Coffin – Manson approach, *Smart Mater. Struct.* 112001 (2012). doi:10.1088/0964-1726/21/11/112001.
- [15] G. Kang, Q. Kan, C. Yu, D. Song, Y. Liu, Whole-life transformation ratchetting and fatigue of super-elastic NiTi Alloy under uniaxial stress-controlled cyclic loading, *Mater. Sci. Eng. A.* 535 (2012) 228–234. doi:10.1016/j.msea.2011.12.071.

- [16] N. Nayan, V. Buravalla, U. Ramamurty, Effect of mechanical cycling on the stress – strain response of a martensitic Nitinol shape memory alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 525 (2009) 60–67. doi:10.1016/j.msea.2009.07.038.
- [17] A.R. Pelton, J. Fino-Decker, L. Vien, C. Bonsignore, P. Saffari, M. Launey, M.R. Mitchell, Rotary-bending fatigue characteristics of medical-grade Nitinol wire, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 27 (2013) 19–32. doi:10.1016/j.jmbbm.2013.06.003.
- [18] M. Kollerov, E. Lukina, D. Gusev, P. Mason, P. Wagstaff, Impact of material structure on the fatigue behaviour of NiTi leading to a modified Coffin-Manson equation, *Mater. Sci. Eng. A.* 585 (2013) 356–362. doi:10.1016/j.msea.2013.07.072.
- [19] R.G. Budynas, J. Nisbett, Shigley’s Mechanical Engineering Design, 9th ed., McGraw-Hill, New York, 2011.
- [20] P. Sedmák, J. Pilch, L. Heller, J. Kopeček, J. Wright, P. Sedlák, M. Frost, P. Šittner, Grain-resolved analysis of localized deformation in nickel-titanium wire under tensile load, *Science*, 353, 6299 (2016) 559–562. doi:10.1126/science.aad6700.
- [21] K.N. Smith, P. Watson, T.H. Topper, A stress-strain function for the fatigue of metals., *J. Mater. ASTM* 5 (1970) 767–778.
- [22] J.L. Proft, K. Melton, T.W. Duerig, Transformational cycling of Ni-Ti and Ni-Ti-Cu shape memory alloys, in: M. Doyama, S. Somiya, R. Chang (Eds.), *MRS Int. Meet. Adv. Mater.*, MRS, Tokyo, Japan, 1989: pp. 159–164.
- [23] F. Auricchio, E. Sacco, A one-dimensional model for superelastic shape-memory alloys with different elastic properties between austenite and martensite, *Int. J. Non. Linear. Mech.* 32 (1997) 1101–1114.
- [24] G. Eggeler, E. Hornbogen, A. Yawny, A. Heckmann, M. Wagner, Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 378 (2004) 24–33. doi:10.1016/j.msea.2003.10.327.
- [25] K. V Ramaiah, C.N. Saikrishna, V.R. Ranganath, V. Buravalla, S.K. Bhaumik, Fracture of thermally activated NiTi shape memory alloy wires, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 5502–5510. doi:10.1016/j.msea.2011.03.070.
- [26] M. Karhu, T. Lindroos, Microstructure analysis and damage patterns of thermally cycled Ti-49 . 7Ni (at .%) wires, (2011).

Capítulo 7

Conclusiones

Los trabajos experimentales y los análisis realizados en este trabajo buscaron avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de alambres de NiTi superelástico, y en el desarrollo de procedimientos experimentales que ayuden en la búsqueda de dicho objetivo.

Como primer paso se realizó una serie de ensayos de ciclado pseudoelástico donde se concluyó que resulta incorrecto tratar el problema de fatiga en NiTi con dos procesos desacoplados como son la fatiga funcional y la fatiga estructural. Los resultados muestran que la evolución de las propiedades funcionales tiene lugar en todo el ciclado hasta la rotura del alambre, aunque dicha evolución tiene lugar a una tasa de variación que disminuye con el número de ciclos aplicados. Esto indica que la misma podría estar asociada a la acumulación de daño intrínseco por fatiga, y por lo tanto el fenómeno de fatiga mecánica en alambres de NiTi debería estudiarse relacionando tanto los aspectos funcionales como estructurales asociados al ciclado pseudoelástico.

Por otro lado, se expusieron las limitaciones del método experimental de ensayo inicialmente utilizado debido a la ocurrencia de falla por fractura asociada a problemas de agarre del alambre (mordazas) y a la falta de localización geométrica del daño estudiado.

Basándose en los resultados de los análisis de la evolución de las propiedades funcionales se propuso un nuevo método experimental para realizar ensayos de fatiga axial en alambres superelásticos de pequeño diámetro, que consiste en la generación de una "probeta funcional". En el método propuesto la reducción de la sección efectiva se reemplaza por la reducción localizada de las tensiones críticas de

transformación por medio de fatiga funcional, de manera de generar una localización del daño cíclico en una zona específica, equivalente a una reducción de área. El método experimental propuesto mostró su efectividad a la hora de localizar el daño por fatiga y la fractura final en la zona libre del alambre efectivamente ciclado.

Con el nuevo método propuesto se realizó una serie de ensayos de ciclado pseudoelástico cuasiestático (a bajas velocidades de deformación) para estudiar adecuadamente tanto los aspectos funcionales como estructurales propios del material sin las limitaciones antes mencionadas. Se realizaron análisis de los resultados y se los comparó con resultados reportados en la bibliografía, analizando los modelos que usualmente se utilizan para describir el comportamiento a fatiga de dichos alambres. Los análisis desarrollados dieron lugar a las siguientes conclusiones:

- Del análisis del comportamiento localizado de la transformación martensítica y su efecto en la evolución de las características funcionales, se concluye que la caída de las tensiones críticas de transformación no dependen de la cantidad de material transformado sino del número de transformaciones que experimenta el material.
- Los resultados muestran que por encima de la deformación de inicio de la transformación martensítica, la vida a fatiga no depende del rango de deformación aplicada ni la deformación media, sino que depende sólo del número de transformaciones cíclicas experimentadas por el alambre. Otro resultado importante es la independencia que presenta la vida a fatiga con respecto a la temperatura de ensayo. Esto se traduce en que la vida a fatiga tampoco dependería del rango de tensiones y de la tensión media. Estos resultados indican que las condiciones locales en el frente de transformación dominan el escenario, acumulando un gran daño cada vez que el mismo pasa por una determinada zona, haciendo menos relevante el rol de la tensión externa aplicada. Los resultados de

vida a fatiga se encuentran claramente cerca de los 10.000 ciclos para el alambre estudiado, independientemente del rango de deformación aplicado.

- Los resultados y los análisis indican que no es correcto el uso de modelos de análisis que contemplan efectos de la deformación / tensión media para describir el fenómeno de fatiga pseudoelástica. Los resultados y los análisis muestran que no es correcto aplicar modelos tipo Coffin-Manson o SWT, tradicionalmente utilizados para analizar la vida a fatiga de metales elastoplásticos convencionales, para el estudio de la vida a fatiga pseudoelástica (con transformación cíclica) en función de la amplitud de deformación. Estos modelos no contemplan la influencia de la transformación cíclica en la relación entre el rango de deformación aplicada y el número de ciclos totales a fractura.

- Analizando los resultados de ensayos de fatiga flexo-rotativos reportados por otros autores en bibliografía se encontraron evidencias que demuestran la influencia de la transformación cíclica en la respuesta a fatiga del material y de cierta independencia de la tensión media, a pesar de que el tipo de ensayo utilizado para el análisis puede esconder estos efectos. Sin embargo, esto no ha sido contemplado ni analizado en dichas publicaciones.

- En el análisis fractográfico de las probetas efectivamente fracturadas en sección libre del alambre (en zona efectiva de la probeta funcional), se encontraron microfisuras superficiales (del orden de los 1-2 μm) y huecos asociados a inclusiones (también del orden de los 1-2 μm). Si bien no se ha podido deducir el mecanismo de daño intrínseco responsable de la fractura, el análisis de la superficie de fractura permitió inferir que la iniciación de las fisuras que llevan a la falla insumen más del 90% de la vida total a fatiga, lo que indica que será necesario concentrarse en esta etapa para poder avanzar en el conocimiento del comportamiento a fatiga de estos alambres de NiTi.

Finalmente es importante remarcar además el aporte generado con la propuesta de la nueva metodología de ensayo axial, utilizando una probeta

"funcional", para poder analizar el comportamiento intrínseco a fatiga de alambre de NiTi superelástico. Este método ayudará sin lugar a dudas en el avance del conocimiento de los mecanismos de daño asociados al movimiento del frente de transformación, que resulta ser de vital importancia en la vida a fatiga en condiciones de ciclado pseudoelástico. Mediante el análisis de la variación de las propiedades funcionales y los efectos de la transformación martensítica sobre el comportamiento a fatiga del material se podrá aportar un panorama más claro sobre cuáles son los parámetros más importantes y los procesos que gobiernan el daño. Esto permitirá además avanzar en la propuesta de nuevos modelos específicos para explicar el fenómeno de fatiga de materiales superelásticos, en lugar de los modelos elastoplásticos incorrectamente utilizados en bibliografía.

Como trabajo a futuro se propone concentrarse en el análisis de las variables que gobiernan la evolución del mecanismo de daño, poniendo especial atención en la influencia del movimiento del frente de transformación.

Agradecimientos

Quiero agradecer a todos aquellas personas que de una u otra manera posibilitaron la concreción de esta tesis.

En primer lugar quiero agradecer a Alejandro Yawny y Mirco Chapetti por la paciencia y el arduo trabajo que han realizado para poder llevar a cabo esta tesis.

Quiero agradecer a los miembros del Tribunal de Tesis Dra. María Teresa Malachevsky, Dr. Pierre Arneodo y Dr. Jorge Malarría por la lectura del manuscrito y sus sugerencias que fueron un aporte muy importante para darle más claridad al escrito.

Quiero agradecer a todos los integrantes de la División Física de Metales por el apoyo y la buena camaradería en todo momento. En especial quiero agradecer a Jorge Bergaglio, Marcos Sade y Pablo Riquelme por el apoyo y la muy buena disposición para brindar una mano en cada cosa que he necesitado y por las palabras de aliento que siempre fueron muy bienvenidas.

Quiero agradecer al grupo de caracterización por toda la ayuda brindada y en especial a Paula Troyon por las horas interminables en que con paciencia y dedicación operó el SEM.

A los muchachos de la División Mecánica de Materiales: Eduardo Stocchi, Mariano Kalafatovich y Gustavo Wagner que me vienen dando una mano desde antes de comenzar esta tesis. Quiero darle un especial agradecimiento a Juan Belmonte que me dio una primera oportunidad en este camino que es hacer ciencia.

Quiero agradecer a mi familia que me acompañó en este viaje y que siempre estuvo presente para que no pierda el rumbo.

Quiero agradecer a los amigos que me han dado su apoyo y contención: Juan Felipe Basbus, Marcos Bergant, David Rondó Brito, Gustavo Carr, Victoria Castro Riglos, Fran de Castro Bubani, Pablo di Mauro, Mauricio Morán, Julian Puskiel, Sergio Soria, Cesar Sobrero. En especial quiero agradecer a Eugenia Zelaya y Marcelo Esquivel que siempre me han recibido con los

brazos abiertos y en estos últimos años han sido fuente de inspiración y contención.

Quiero agradecer especialmente a mi compañera Abigail Araujo por todos estos años de amor, contención y trabajo duro para poder alcanzar el objetivo de finalizar este largo proyecto.

Quiero dedicar en forma especial este trabajo al “Negro” Correa y al “Popi” Gómez Bastidas que me brindaron toda su sabiduría y cariño. La verdad que se los extraña mucho.

A la universidad pública y gratuita que me ha dado la posibilidad de poder estudiar y desarrollar mi carrera.

Publicaciones en Revistas de Circulación Internacional (con referato):

Sebastián Jaureguizar, Hugo Soul, Mirco Chapetti, Alejandro Yawny. Characterization of fatigue life of ultrafine grained NiTi superelastic wires under uniaxial loading. *Procedia Materials Science* 9, 2015, pp: 326–334.

<https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.05.001>

Sebastián M. Jaureguizar, Mirco D. Chapetti, Alejandro A. Yawny. Fatigue of NiTi shape memory wires. *Procedia Structural Integrity*, Volume 2, 2016, pp: 1427-1434.

<https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.181>

S.M. Jaureguizar, M.D. Chapetti, A. Yawny. A novel experimental method to assess the fatigue behavior of pseudoelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue*, Volume 116, 2018, pp: 300-305.

<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.06.034>

Participación en Congresos nacionales e Internacionales:

S Jaureguizar, H. Soul, M. D. Chapetti, A. Yawny. Characterization of fatigue life of ultrafine grained NiTi superelastic wires under uniaxial loading. Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET 2014. Santa Fe, Argentina. Octubre 2014. Tipo de participación: Asistente, disertante.

S Jaureguizar. Efectos de la deformación media en la vida a fatiga de alambres de NiTi. 5° Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de los Materiales. (JIM 2015). Tandil, Argentina. Octubre 2015. Tipo de participación: Asistente, disertante.

S Jaureguizar, M. D. Chapetti, A. Yawny. Fatigue of NiTi shape memory wires. 21st European Conference on Fracture (ECF21). Catania, Italia. Junio 2016. Tipo de participación: Autor.

S Jaureguizar, M. D. Chapetti, A. Yawny. Ciclado pseudoelástico de alambres superelásticos de NiTi. 16° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET 2016. Córdoba, Argentina. Noviembre 2016. Tipo de participación: Asistente, disertante.

S Jaureguizar, M. D. Chapetti, A. Yawny. Fatigue of superelastic NiTi wires under uniaxial loading. International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2017). Chicago, Estados Unidos. Julio 2017. Tipo de participación: Asistente, disertante

18° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET 2018. S. C. de Bariloche, Argentina. Octubre 2018. Tipo de participación: Asistente.

Anexo A

Diseño de mordazas de cilindro

A.1 Diseño.

Se diseñó un sistema de mordazas para minimizar las condiciones favorables para la aparición de martensita inducida bajo carga en las mordazas. El desarrollo se inició siguiendo las recomendaciones de la norma de ensayo ASTM E8 [1], que define los pasos a seguir para llevar a cabo ensayos estáticos de tracción en alambres. En la Figura A.1 se puede observar el tipo de mordaza que recomienda dicha norma

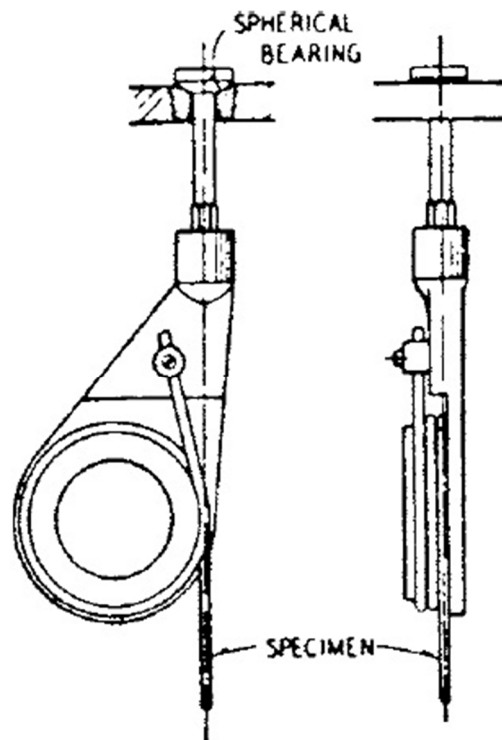


Figura A.1. *Mordazas recomendadas por la norma ASTM E8 [1].*

Se utilizó esta recomendación como base de diseño debido a que permite eliminar la mordaza de apriete. El principio de funcionamiento de la mordaza mostrada en la Figura A.1 está basado en la fricción que se produce por el contacto entre el alambre y el cilindro al que se encuentra enrollado. Esta fuerza de fricción depende del coeficiente de fricción del par alambre - cilindro y del arco de contacto entre ambos [2]. En la Figura A.2 se muestra un esquema de las fuerzas aplicadas a una cuerda arrollada sobre

un cilindro y de las variables que componen el cálculo de la fuerza de fricción. Este esquema se utiliza como una primera aproximación de diseño ya que no se tienen en cuenta las fuerzas de flexión aplicadas al alambre.

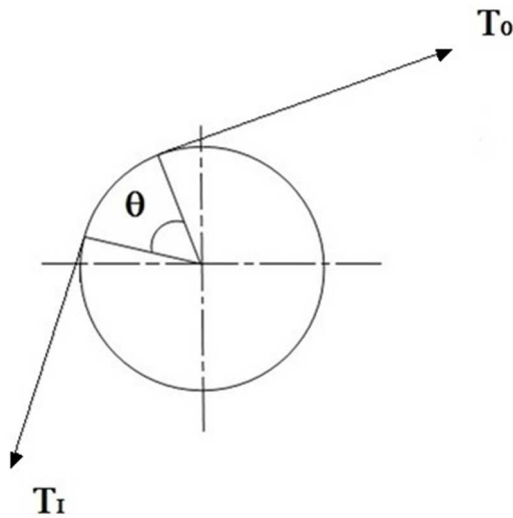


Figura A.2. Esquema del cálculo de fuerza de fricción

Si se enrolla una cuerda sobre un cilindro y se aplica una fuerza T_0 en uno de los extremos, la fuerza T_1 en el otro extremo será la fuerza T_0 menos la fuerza de fricción existente entre el mismo y el alambre. Esta fuerza T_1 puede ser calculada en función de la fuerza T_0 con la siguiente ecuación

$$T_1 = T_0 e^{-\mu\theta} \quad (\text{A.1})$$

siendo (ver esquema en Figura A.2):

T_1 = Fuerza en un extremo de la cuerda luego del arrollado.

T_0 = Fuerza en el otro extremo libre.

θ = Angulo de contacto del alambre en radianes

μ = Coeficiente de fricción.

En la Figura A.3 se muestra esquemáticamente la configuración propuesta y las fuerzas involucradas. En este caso la fuerza T_0 equivaldría a la fuerza F aplicada a las mordazas.

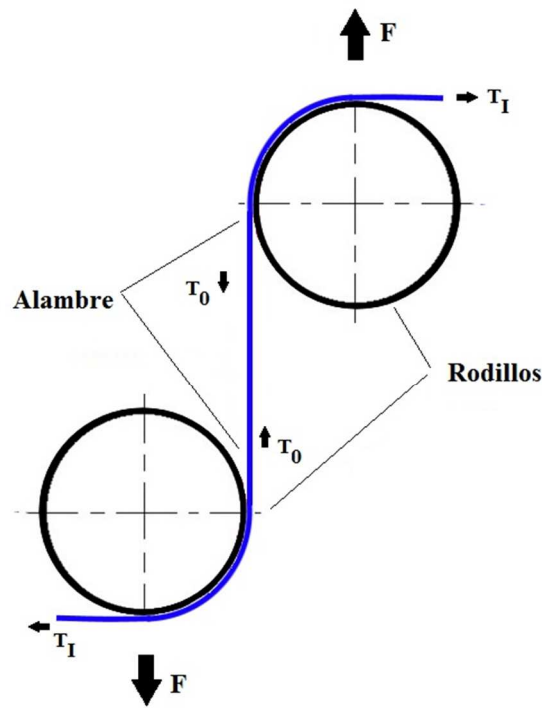


Figura A.3. Esquema de configuración de mordazas propuestas.

Si se enrolla el alambre un ángulo de 90°, para el caso de un contacto Níquel – Acero blando con un coeficiente de fricción de 0,32, la fuerza T_I en el otro extremo del alambre será el 57 % de la fuerza F aplicada. Por lo tanto, al aplicar una fuerza mayor a la necesaria para transformar la muestra, la transformación martensítica se produciría en la zona libre de ensayo antes que en la zona de contacto en mordazas. Además, lograr que el alambre no se deslice sobre el cilindro sería resuelto con colocar una pequeña mordaza sobre el mismo cilindro evitando así la necesidad de dar varias vueltas del alambre sobre el mismo como propone la norma ASTM E8 [1]

Al flexionar el alambre sobre el cilindro se debe evitar aplicar una deformación mayor al 1,5% y así asegurarse que la transformación martensítica no comience por el propio enrollamiento [3,4]. Para estimar la deformación máxima aplicada al alambre se utilizó la siguiente ecuación [5]:

$$\varepsilon = \frac{d}{2 \cdot R} \quad (\text{A.2})$$

dónde:

ε = Amplitud de deformación aplicada en la superficie del alambre

d = Diámetro del alambre

R = Radio del cilindro

Por lo tanto para un cilindro de 50 mm de diámetro se aplicaría una amplitud de deformación de 1 % evitando así la nucleación de martensita por el arrollamiento del alambre. En la Figura A.4 se puede observar el diseño final propuesto. La mordaza de sujeción, necesaria para ayudar a mantener al alambre en contacto con la superficie del cilindro, fue montada sobre el mismo para ahorrar material y simplificar la sujeción del alambre.

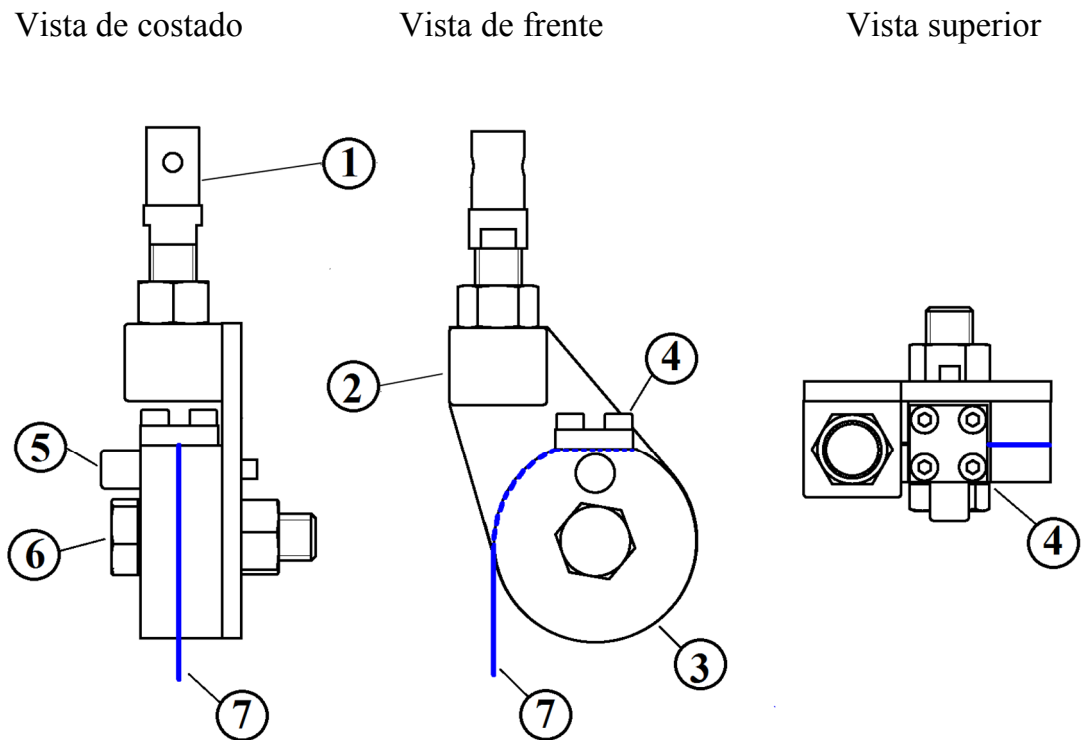


Figura A.4. Esquema de la mordaza propuesta. 1. Conector, 2. Cuerpo, 3. Cilindro, 4. Mordaza de sujeción, 5. Traba, 6. Tornillo, 7. Alambre enrollado.

Para el acople de las mordazas a las diferentes máquinas de ensayo utilizadas se diseñaron y fabricaron una serie de accesorios según la configuración de cada equipo. Se decidió mecanizar los cilindros de acero SAE 4140 por si se tenía la necesidad de

temprarlos para endurecerlos. Las demás piezas se hicieron de acero SAE 1040. A fin de verificar la resistencia de los materiales utilizados se midieron las durezas de los dos cilindros fabricados obteniéndose un promedio de 29 Rockwell C. Este valor de dureza equivale a aproximadamente unos 670 MPa de tensión de fluencia. Debido a que las tensiones máximas aplicadas a los alambres a ensayar no superarían la fluencia del material utilizado se decidió no realizar un tratamiento térmico de endurecimiento.

Los planos de fabricación fueron realizados con el software CAD Solid Edge y en la sección A.5 se listan los planos de las mordazas y los acoples desarrollados. La Figura A.5 muestra una fotografía del sistema de mordazas diseñado, fabricado y utilizado en esta tesis.



Figura A.5. *Sistema de mordazas de cilindro diseñado y construido.*

A.2 Verificación de funcionamiento.

Para verificar el correcto funcionamiento del diseño de mordaza propuesto se realizó un ensayo de tracción a rotura de una muestra de 60 mm de longitud libre de ensayo, a una temperatura de 37 °C y a una velocidad de desplazamiento de 0,1 mm/min. Recordemos que ϵ fue obtenida dividiendo la elongación ΔL (desplazamiento del travesaño) por la longitud libre de la muestra entre mordazas L_0 (ver sección 3.2.2). Se

utilizó el alambre descrito en el Capítulo 3. En la Figura A.6 se puede observar la curva tensión vs deformación medida en la travesa.

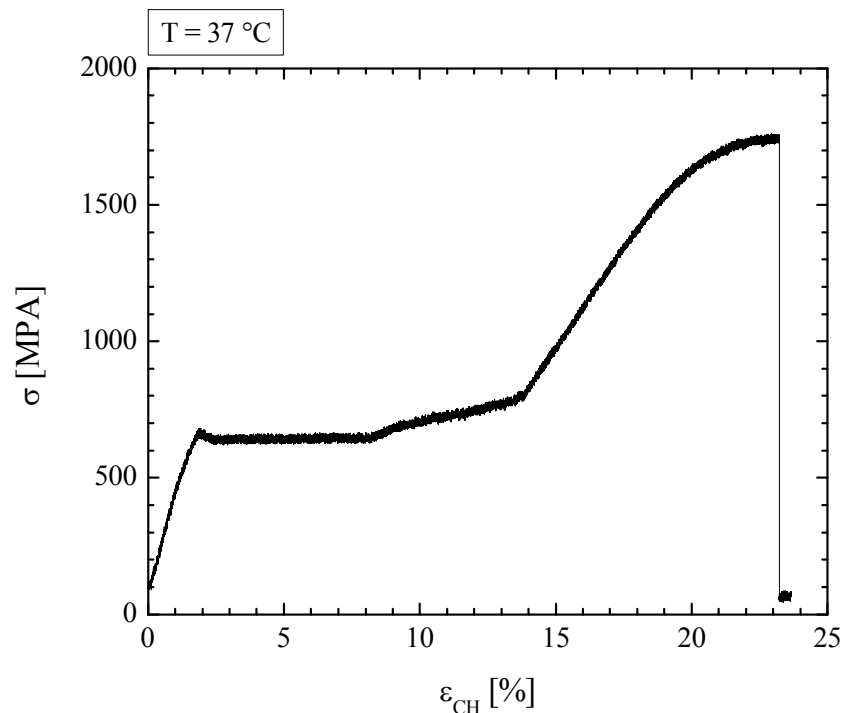


Figura A.6. *Ensayo de tracción a rotura.*

Los niveles de tensión de transformación y rotura dieron resultados dentro de los valores esperables para la temperatura ensayada [4]. La tensión de transformación resultó en los 634 MPa y la de rotura en 1740 MPa. El pico de tensión que se observa al comienzo de la transformación martensítica se debe a la nucleación de martensita que se produjo en la zona de contacto de una de las mordazas. En este caso fue de 48 MPa, resultando menor al informado en bibliografía (65-74 MPa [6]). Este comportamiento puede ser explicado ya que el alambre se encuentra flexionado en la zona de contacto con los cilindros, creando condiciones más favorables para la nucleación de martensita que en el caso de tracción pura informado en la bibliografía. La transformación de la zona de ensayo, que se encuentra completamente en carga axial, se completa al llegar aproximadamente al 8 % de deformación. Luego se observa un cambio de pendiente hasta el 14 % de deformación y finalmente se puede observar la carga de la fase martensítica y la posterior rotura. Este cambio de pendiente se debería a la transformación del material restante que se encuentra enrollado en los cilindros de las mordazas. Una vez

que se completa esta transformación, la martensita se comporta de la misma forma que lo informado por la bibliografía [4]. Teniendo en cuenta la tensión de fluencia estimada del material con que se fabricaron los cilindros (670 MPa) se presume que las guías mecanizadas en los mismos se deformaron plásticamente. Aunque en un principio no se pretendía aplicar este nivel de tensiones el endurecimiento obtenido en la zona de contacto ayudó a mejorar el comportamiento general de la guía de contacto.

A.3 Cálculo de la longitud de ensayo en mordaza de cilindros.

El principio de funcionamiento de las mordazas de cilindros se basa en la aplicación de una fuerza de rozamiento que ejerce el cilindro al alambre evitando la necesidad de ser sujetado mediante una mordaza de apriete. Debido a este principio de funcionamiento la fuerza axial ejercida sobre el alambre en contacto con la mordaza va disminuyendo desde la sollicitación efectiva de ensayo, en la zona donde comienza el contacto, hasta un valor aproximado al calculado con la ecuación (A.1) en la zona de la mordaza de sujeción.

Como consecuencia, si la sollicitación total aplicada hiciera superar la tensión de transformación martensítica no sólo tendríamos a la zona libre de ensayo en fase martensita sino que también una cierta longitud del alambre en contacto con el cilindro se transformaría. En la Figura A.7 se puede observar un esquema de la configuración del alambre-mordazas y el concepto anterior.

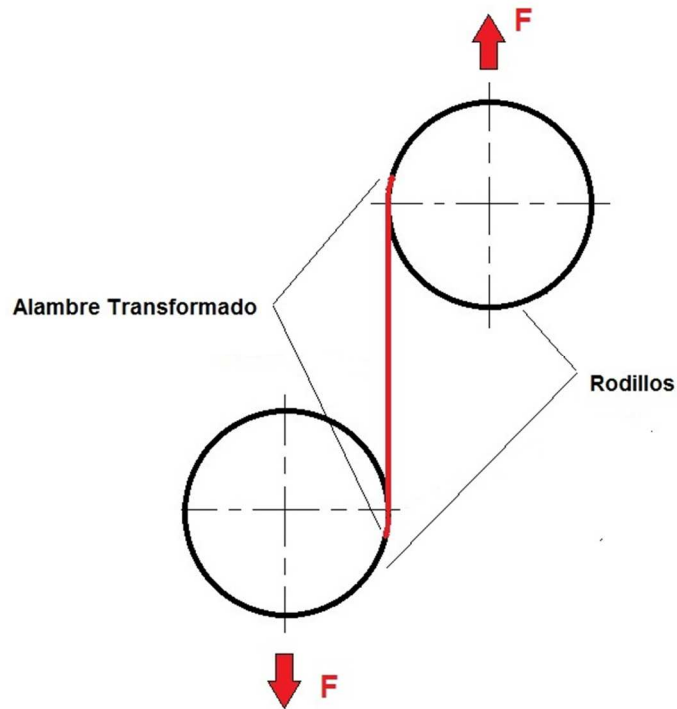


Figura A.7. Esquema configuración alambre-cilindros

Al aplicar una fuerza F necesaria para realizar la transformación martensítica en la zona libre de ensayo también se transformará cierta cantidad de la muestra en contacto con los cilindros como lo esquematiza la Figura A.7. Para simplificar el análisis y los cálculos de las longitudes transformadas en contacto con las mordazas se propuso calcular una longitud equivalente cargada en forma axial.

En la Figura A.8 se puede observar un esquema de la longitud libre de ensayo L_0 y la Longitud Equivalente L^* transformada en el cilindro para el caso de tensiones mayores a la tensión de transformación martensítica. Para simplificar el cálculo se supuso sollicitación axial en la zona de contacto alambre-cilindro.

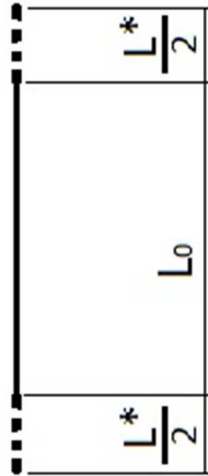


Figura A.8. Esquema de longitudes efectivas y equivalentes.

De la Figura A.8 se puede calcular la Longitud Total de Ensayo como:

$$L_{\text{Total}} = L_0 + L^* \quad (\text{A.3})$$

Siendo:

L_0 = Longitud entre centros de los cilindros. Longitud libre de ensayo.

L^* = Longitud equivalente de alambre enrollado sobre los cilindros que se debe tener en cuenta para la medición de la longitud libre de ensayo.

La bibliografía informa que para alambres de similares características la deformación medida con extensómetro necesaria para completar la transformación martensítica de un alambre de NiTi es del orden del 6% [4]. La variación de longitud que se le debe aplicar al alambre para obtener la transformación completa estaría dada por:

$$\Delta L_{\text{Total}} = L_0 \varepsilon_{\text{tr}} + \frac{2L^* \varepsilon_{\text{tr}}}{2} \quad (\text{A.4})$$

Siendo

ΔL_{Total} = Variación de longitud para obtener la transformación martensítica de todo el alambre a ensayar.

ε_{tr} = Deformación necesaria para completar la transformación medida con extensómetro (6%).

L_0 = Longitud entre centros de los cilindros. Longitud libre de ensayo.

L^* = Longitud equivalente de alambre enrollado sobre los cilindros que se debe tener en cuenta para la medición de la longitud libre de ensayo.

Dividiendo la Expresión (A.4) por L_0 se puede calcular la deformación necesaria para completar la transformación:

$$\varepsilon_{calc} = \frac{\Delta L_{Total}}{L_0} = \varepsilon_{tr} + \frac{L^* \varepsilon_{tr}}{L_0} \quad (A.5)$$

Siendo

ε_{calc} = Deformación medida mediante el desplazamiento de la travesa necesaria para completar la transformación martensítica.

Teniendo en cuenta que ε_{calc} se puede obtener de ensayos a diferentes longitudes L_0 y la deformación ε_{tr} es conocida se puede despejar la longitud equivalente L^* . De la expresión (A.5) se puede obtener:

$$L^* = \left(\frac{\varepsilon_{calc} - \varepsilon_{tr}}{\varepsilon_{tr}} \right) L_0 \quad (A.6)$$

Teniendo en cuenta la ecuación (A.6) se realizaron ensayos para calcular la longitud equivalente L^* y resolver cual sería la longitud de ensayo más conveniente, economizando además el uso de material. También se buscó minimizar los efectos del tren de carga en la medición de la deformación aplicada.

La bibliografía informa que para alambres de similares características a los estudiados en este trabajo, la deformación remanente luego de realizar un ciclo pseudoelástico completo debido a la fatiga funcional es del orden del 0,1 % [4]. Analizando el comportamiento pseudoelástico en este caso se puede decir que la deformación remanente está compuesta por la deformación remanente de la

transformación y la deformación que se produce debido a los elementos del tren de carga que pertenecen a la configuración del ensayo, es decir:

$$\varepsilon_r = \varepsilon_{\text{Trans}} + \varepsilon_{\text{Conf}} \quad (\text{A.7})$$

Siendo

ε_r = Deformación remanente medida en el ensayo

$\varepsilon_{\text{Trans}}$ = Deformación remanente debido a la transformación martensítica.

$\varepsilon_{\text{Conf}}$ = Deformación remanente debido a la configuración del ensayo.

Al realizar las primeras pruebas de funcionamiento de las mordazas de cilindros se detectó la dificultad de medir la Longitud de Ensayo. Así se decidió calcularla mediante una medición indirecta. Al colocar el alambre en la mordaza se mide la longitud del alambre extendido y conociendo el diámetro donde apoya y el ángulo de contacto se puede calcular la longitud de ensayo. En la Figura A.9 se puede observar en más detalle el ángulo de contacto de un alambre dispuesto sobre uno de los cilindros. El radio del cilindro donde apoya es de 25 mm y el ángulo de contacto es 66°.

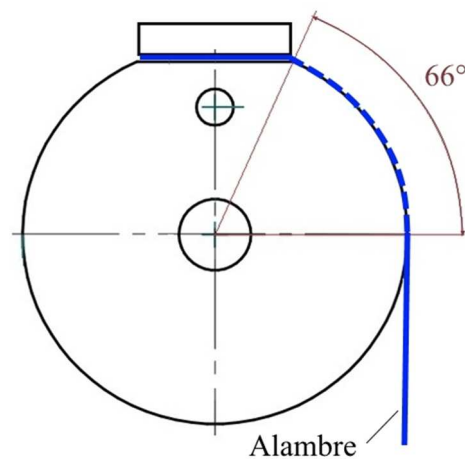


Figura A.9. *Ángulo de contacto del alambre sobre la mordaza.*

La longitud del alambre en contacto con el cilindro está dada entonces por:

$$L_{\text{abrazado}} = \frac{66^\circ}{360^\circ} 2 \Pi R = \frac{66^\circ}{360^\circ} 2 \Pi 25 \text{ mm} = 28,8 \text{ mm} \quad (\text{A.8})$$

En la Figura A.10 se puede observar un esquema de la disposición para medir el alambre. Se define entonces a L_m como la longitud de alambre medida antes de enrollarlo en las dos mordazas.

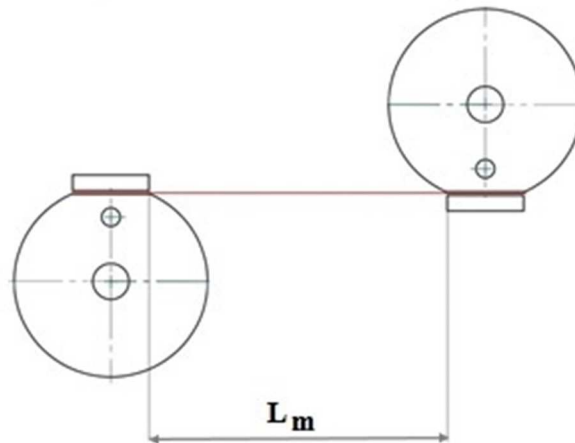


Figura A.10. Disposición para medir la longitud del alambre entre las mordazas de apriete.

Quedando el cálculo de la Longitud de Ensayo:

$$L_0 = L_m - 2L_{\text{abrazado}} \quad (\text{A.9})$$

Teniendo en cuenta este método de medición se realizaron ensayos variando la longitud de ensayo desde los 20 mm hasta los 100 mm a una velocidad de desplazamiento de $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ (se usó esta velocidad para asegurar que se genere un núcleo de martensita y se desplace un solo frente) y una temperatura de $35 \text{ }^\circ\text{C}$. Las deformaciones máximas aplicadas en cada caso fueron las necesarias para completar la transformación martensítica en toda la longitud de ensayo.

En la Figura A.11 se puede observar el comportamiento pseudoelástico de cada ensayo realizado. A medida que la longitud de ensayo va aumentando se puede observar que la deformación necesaria para comenzar la transformación martensítica va disminuyendo. Este comportamiento ocurre porque los efectos del tren de carga en la medición de deformación aplicada van disminuyendo en proporción.

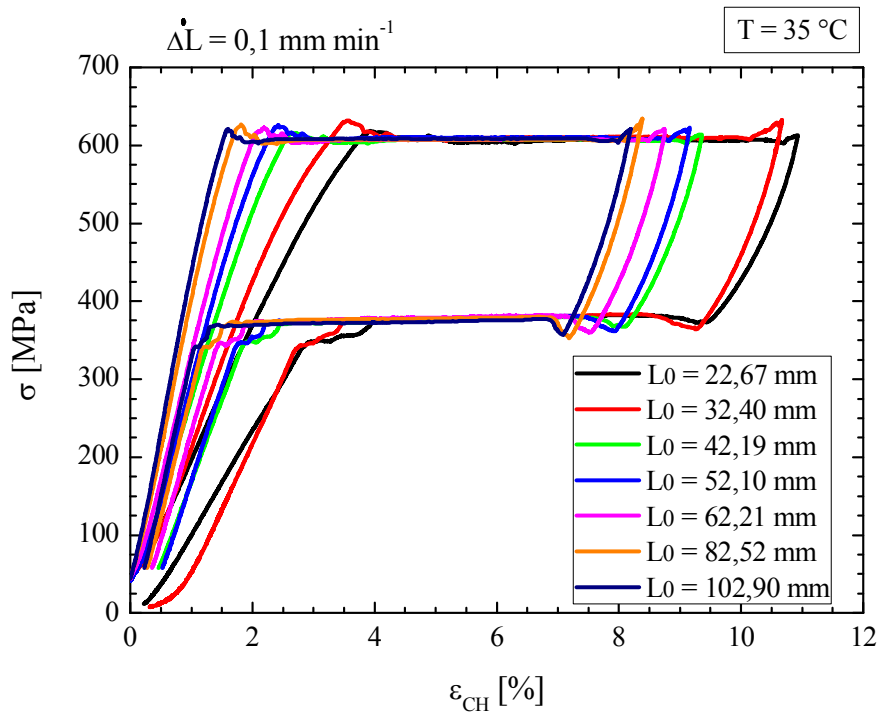


Figura A.11. Curvas tensión-deformación de los ensayos realizados.

De los datos extraídos de los ensayos y aplicando las expresiones (A.6) y (A.9) se construyó la Tabla A.1.

L_m (mm)	L_0 (mm)	ϵ_{calc} (%)	L^* (mm)	ϵ_r (%)
80,27	22,67	6,80	3,03	0,64
90,00	32,40	6,62	3,34	0,91
99,79	42,19	6,54	3,79	0,38
109,70	52,10	6,46	3,96	0,39
119,81	62,21	6,32	3,36	0,27
140,12	82,52	6,31	4,26	0,24
160,50	102,90	6,30	5,12	0,18

Tabla A.1. Datos extraídos y calculados de los ensayos realizados.

Con los datos de la Tabla A.1 y a partir de la expresión (A.3) se calculó la Longitud Total de Ensayo.

La Tabla A.2 muestra los resultados del cálculo.

L_0 (mm)	L_{total} (mm)
22,67	25,70
32,40	35,74
42,19	45,98
52,10	56,06
62,21	65,57
82,52	86,78
102,90	108,02

Tabla A.2. Longitud de Ensayo Real y Longitud Total de Ensayo.

En la Figura A.12 se graficó la deformación de transformación medida en cada ensayo en función de la Longitud de Ensayo Real. Aquí se puede observar que a medida que la longitud del alambre aumenta los efectos de la configuración de ensayo disminuyen.

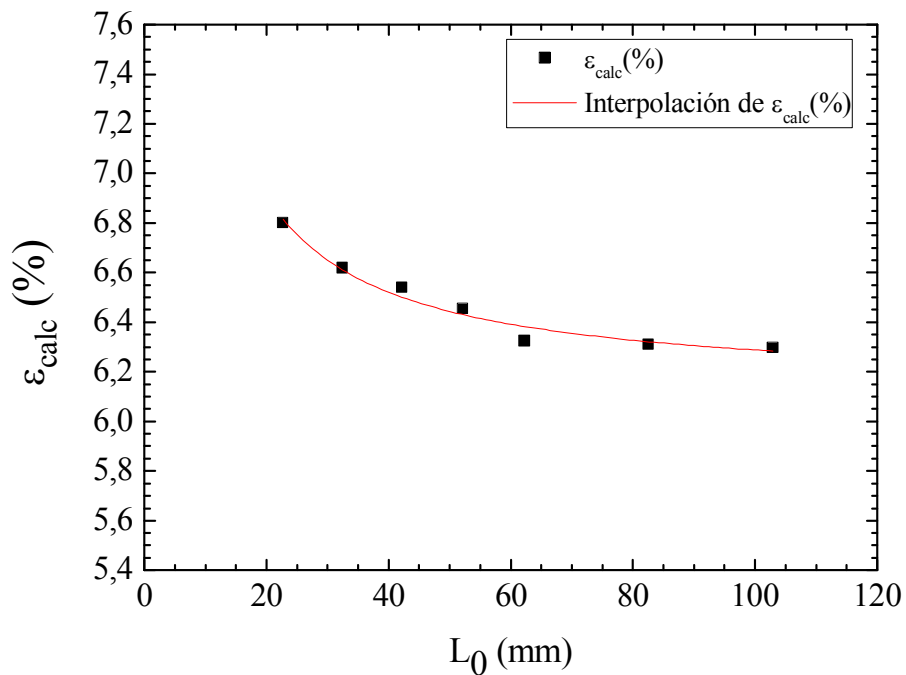


Figura A.12. ϵ_{calc} (%) en función de L_0 .

Haciendo un ajuste del tipo hiperbólico de la curva mediante la técnica de cuadrados mínimos de la Figura A.12 y teniendo en cuenta la expresión (A.5) se pueden calcular los valores de ε_r (%) y del L^* (mm):

$$\varepsilon_r = 6,13 \% (R^2 = 0,99)$$

$$L^* (\text{mm}) = 2,53 \text{ mm} (R^2 = 0,97)$$

De estos resultados se puede llegar a la conclusión de que la aproximación de la expresión (A.5) es correcta y predice aceptablemente lo que está sucediendo.

Relacionando ahora la deformación remanente ε_r en función de la Longitud Real de Ensayo L_0 , se obtiene el gráfico de la Figura A.13.

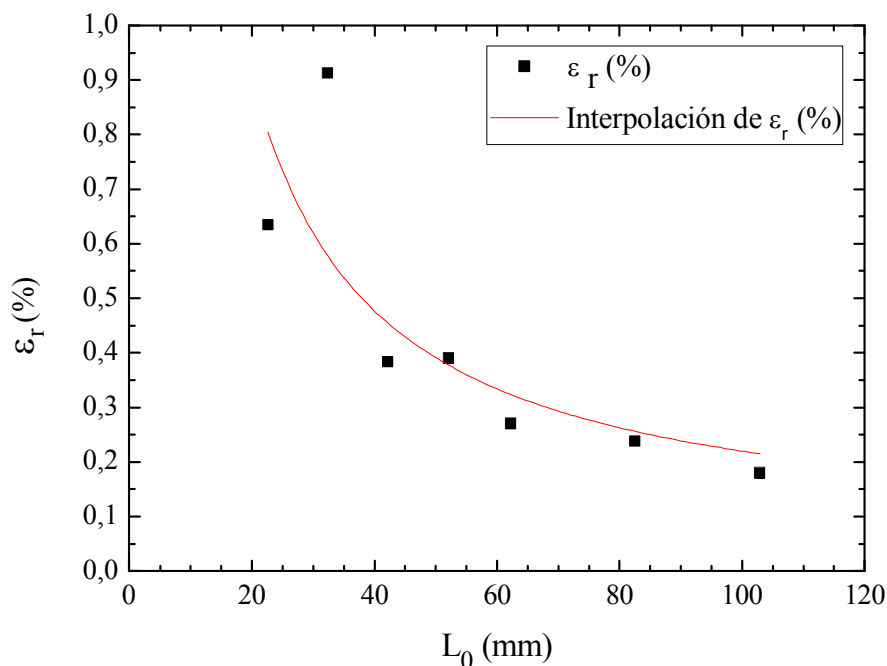


Figura A.13. ε_r (%) en función de L_0 .

Como se puede observar en la Figura A.13, a medida que la Longitud de Ensayo aumenta, los efectos de la configuración de ensayo disminuyen. Se podría utilizar una longitud tal que los efectos serían nulos pero debido a que no se cuenta con una cantidad ilimitada de material y de acuerdo a los ensayos realizados se decidió utilizar una longitud libre de ensayo de 60 mm. Esto permitirá estimar con una precisión aceptable la

deformación aplicada al alambre en función de la medición del desplazamiento de la travesa de las máquinas de ensayos.

A.4 Análisis por elementos finitos.

El diseño propuesto también fue verificado mediante un análisis por elementos finitos. Se decidió utilizar elementos finitos para la verificación y no métodos analíticos debido a la dificultad de cálculo de los modelos constitutivos existentes para el análisis de la transformación martensítica. Se utilizó el modelo pseudoelástico de Auricchio que está implementado por defecto en el software de elementos finitos ABAQUS® [7] y fue calibrado en base a datos del comportamiento de alambres de NiTi superelástico obtenidos mediante ensayos de tracción.

A.4.1 El modelo pseudoelástico de Auricchio.

El modelo pseudoelástico de Auricchio et al. [8] considera explícitamente dos eventos de transformación:

1. La transformación de fase austenita a fase martensita ($A \rightarrow M$).
2. La retransformación de fase martensita a fase austenita ($M \rightarrow A$).

Es un modelo fenomenológico basado en una sola variable escalar interna, la fracción de martensita, pero permite considerar el efecto de una tensión externa [8]. Además el modelo es capaz de describir las respuestas del material a la transformación / retransformación martensítica y al ciclado parcial. Este modelo reproduce el comportamiento superelástico para estados de tensiones tridimensionales siendo una generalización tridimensional del modelo propuesto por el mismo autor para una dimensión [9].

Debido a la gran dificultad de producción de formas geométricas complejas de NiTi, la mayor parte del material se encuentra en forma de alambres o tubos. De esto se desprende que se debe modelar el comportamiento triaxial de la aleación en función de parámetros obtenidos principalmente del ensayo de tracción.

El programa de Elementos Finitos ABAQUS® a partir de su versión 6.4 cuenta con un modelo constitutivo que simula el comportamiento de aleaciones a base de Níquel y Titanio, implementado en una rutina de usuario o UMAT (por sus siglas en inglés User MATERIAL).

La rutina UMAT fue escrita utilizando la descripción matemática del modelo de Auricchio [8]. La formulación usa 24 variables de estado (Solution Dependent State Variables, SDTV). Una de estas variables es de particular interés al momento de analizar los resultados entregados por los modelos: La fracción de martensita (SDV21). Con esta variable es posible predecir qué partes del modelo se están comportando superelásticamente (fracción de martensita igual a 100%), qué partes del modelo aún no transformaron (fracción de martensita igual a 0 %) y qué partes del modelo se encuentran en estado intermedio ($0 \% < \text{fracción de martensita} < 100 \%$).

La implementación de la UMAT en ABAQUS® soporta los siguientes elementos:

- Sólidos tridimensionales (3D solids)
- Cáscaras tridimensionales (3D shells)
- Membranas tridimensionales (3D membranes)
- Vigas tridimensionales (3D Beams)

Debe destacarse que la UMAT no tiene la capacidad de simular efectos de deformación remanente. Debido a esto, el modelo computacional obtenido no representará en su totalidad el comportamiento del alambre ensayado, pero sí lo hará con suficiente aproximación para que este sea considerado como válido. Esta UMAT requiere el ingreso de 14 constantes características, listadas en la Tabla A.3 con sus correspondientes descripciones. Estas constantes pueden ser obtenidas directamente de ensayos uniaxiales para poder modelar en su totalidad el comportamiento superelástico [10].

- 1 – E_A = Módulo de Young Austenítico
- 2 – ν_A = Módulo de Poisson Austenítico.
- 3 – E_M = Módulo de Young Martensítico.
- 4 – ν_M = Módulo de Poisson Martensítico.
- 5 – ε^L = Deformación de la Transformación.
- 6 – $\left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_L$ = Pendiente de Clausius - Clapeyron para la transformación.
- 7 – σ_L^S = Tensión de Inicio de Transformación A \rightarrow M (Carga).
- 8 – σ_L^E = Tensión de Final de Transformación A \rightarrow M (Carga).
- 9 – T_0 = Temperatura de referencia o de trabajo.
- 10 – $\left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_U$ = Pendiente de Clausius - Clapeyron para la retransformación.
- 11 – σ_U^S = Tensión de Inicio de Retransformación M \rightarrow A (Descarga).
- 12 – σ_U^E = Tensión de Final de Retransformación M \rightarrow A (Descarga).
- 13 – σ_{CL}^S = Tensión de Inicio de Transformación A \rightarrow M (Compresión).
- 14 – ε_V^L = Deformación volumétrica de la Transformación.

Tabla A.3. Constantes características utilizadas para el modelo FEM [10].

En la Figura A.14 se ilustran las tensiones críticas de transformación en función de la temperatura. De este tipo de curvas se pueden extraer las pendientes de Clausius-Clapeyron correspondientes a la transformación y a la retransformación [10].

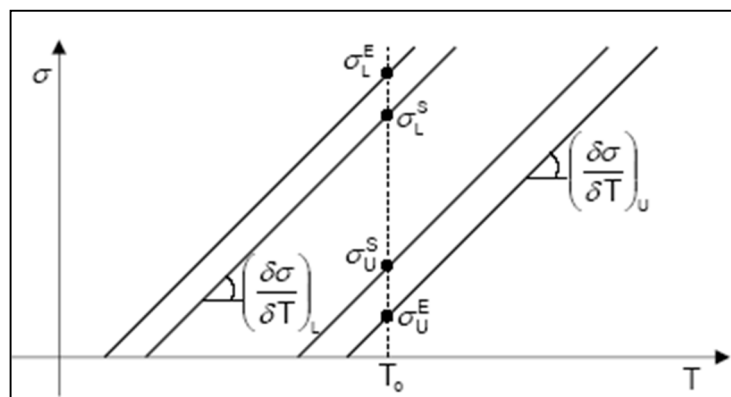


Figura A.14. Curva Tensión-Temperatura indicando los parámetros que requiere la rutina de usuario [10].

En la Figura A.15 se ilustra un típica curva de tensión-deformación de una aleación de NiTi al aplicarle cargas de tracción-compresión en forma axial [10]. De este tipo de curvas se pueden obtener la mayoría de las constantes características listadas en la Tabla A.3.

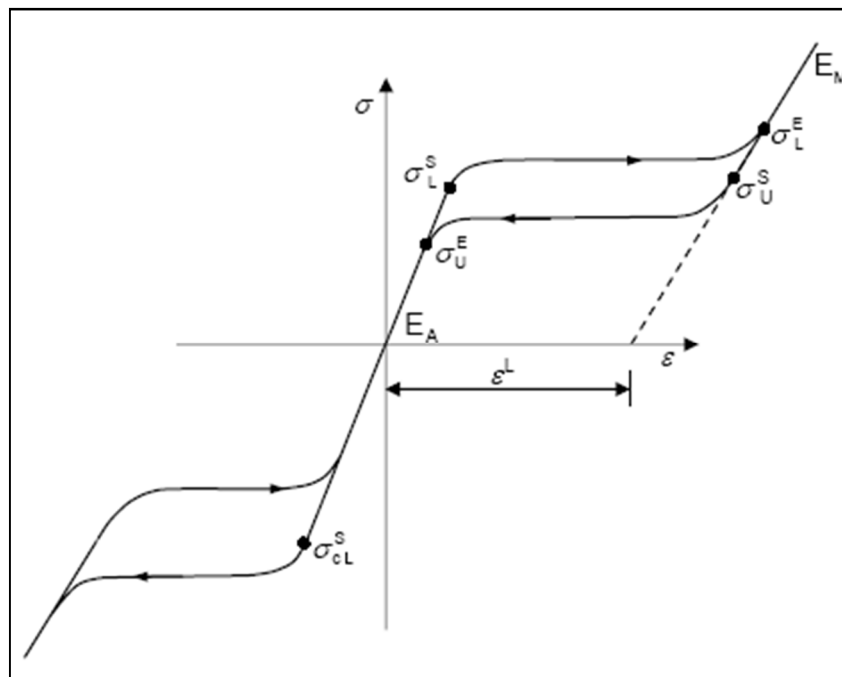


Figura A.15. Curva Tensión-deformación indicando los parámetros que requiere la rutina de usuario [10].

A.4.1.1 Obtención de las constantes características requeridas por la UMAT

Para obtener las constantes necesarias para modelar el comportamiento del alambre mediante elementos finitos, se llevó a cabo una serie de ensayos mecánicos. Las siguientes constantes características

$$\varepsilon^L - \sigma_L^S - \sigma_L^E - T_0 - \sigma_U^S - \sigma_U^E - E_A - E_M$$

fueron obtenidas de un ensayo de ciclado completo a una velocidad de 0,1 mm/min y una temperatura de 35 °C (Temperatura de referencia o trabajo T_0). En la Figura A.16 se muestra la curva de ciclado completo y las constantes características medidas. Debido a que el modelo de Auricchio no tiene en cuenta los picos de nucleación de transformación y retransformación las tensiones de inicio de transformación y retransformación fueron medidas en donde comienzan los *plateaus* correspondientes. La tensión de final de

transformación (σ_L^E) fue definida como la tensión donde se asegura la finalización de la transformación, como lo recomienda la bibliografía [10]. Los módulos de Young de las fases fueron medidos mediante la linealización de los datos correspondientes a la carga y la descarga.

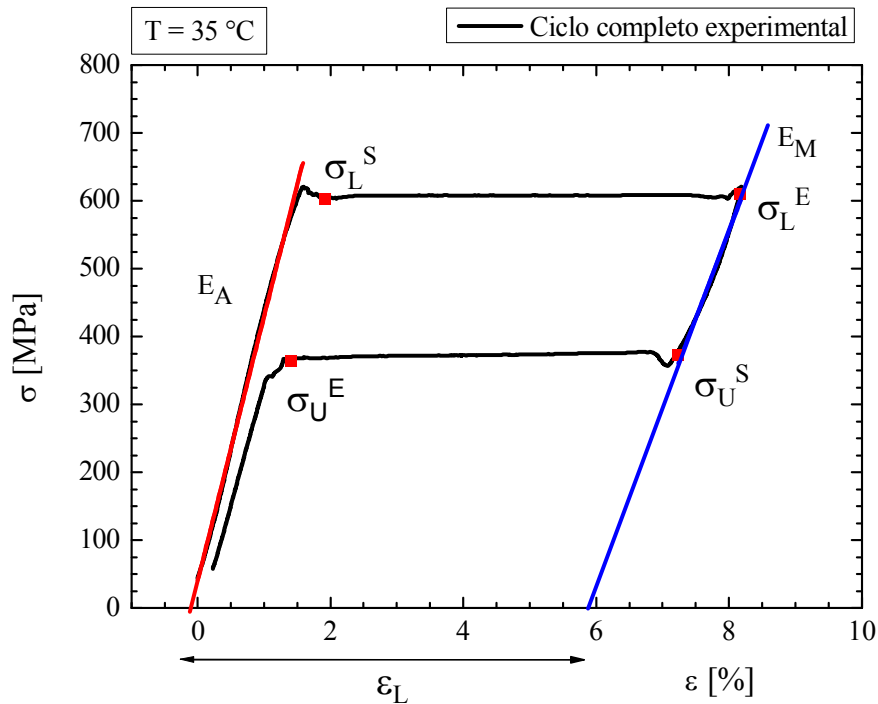


Figura A.16. Medición de constantes características requeridas por la UMAT.

De las mediciones realizadas en la Figura A.16 el módulo de Young de la fase austenita dio como resultado 38,9 GPa y de la fase martensita 25,5 GPa. La deformación de transformación ϵ_L dio como resultado 0,0593. Es importante aclarar que los módulos elásticos aquí medidos no corresponden a las fases reales sino al comportamiento del alambre con las mordazas. Esto se desprende de la interpretación que el modelo hace del comportamiento pseudoelástico como se puede observar en la Figura A.15 [4,6].

Las restantes constantes

$$\left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_L - \left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_U - \nu_A - \nu_M - \sigma_{CL}^S - \epsilon_V^L$$

fueron adoptadas de la bibliografía. En el caso de las pendientes de Clausius-Clapeyron fueron adoptados los resultados de Yawny et al. [4], siendo 6,9 MPa/K para la

transformación y 6,5 MPa/K para la retransformación. Los módulos de Poisson de ambas fases se toman como 0,33.

La tensión de transformación a la compresión se adoptó como un porcentaje de la tensión de transformación a la tracción. Se consideró una asimetría del 35% propuesta por Gall et al. [11].

La deformación volumétrica se tomó igual a la deformación de transformación ya que la UMAT utiliza un algoritmo asociado que calcula la deformación volumétrica en función de σ_L^S (tensión de inicio de la transformación a la tracción) y σ_{CL}^S (tensión de inicio de la transformación a la tracción) [10].

De esta forma se determinaron las constantes características requeridas por la UMAT necesarias para modelar computacionalmente el comportamiento del alambre comercial, las que se listan a continuación en la Tabla A.4.

- 1 – $E_A = 38900$ MPa
- 2 – $\nu_A = 0,33$
- 3 – $E_M = 25500$ MPa
- 4 – $\nu_M = 0,33$.
- 5 – $\varepsilon^L = 0,0593$
- 6 – $\left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_L = 6,9 \frac{\text{MPa}}{\text{K}}$
- 7 – $\sigma_L^S = 608$ MPa
- 8 – $\sigma_L^E = 621$ MPa
- 9 – $T_0 = 35$ °C
- 10 – $\left(\frac{\delta\sigma}{\delta T}\right)_U = 6,50 \frac{\text{MPa}}{\text{K}}$
- 11 – $\sigma_U^S = 378$ MPa
- 12 – $\sigma_U^E = 367$ MPa
- 13 – $\sigma_{CL}^S = 821$ MPa
- 14 – $\varepsilon_V^L = 0.0593$

Tabla A.4. Valores obtenidos para las Constantes Características requeridas por la UMAT.

A.4.1.2 Modelado en ABAQUS®: Calibración y validación del modelo.

Las constantes obtenidas se cargaron en la rutina de usuario UMAT para superelasticidad y se llevó a cabo un modelo de calibración simulando un alambre sometido a tracción simple a una temperatura de 35 °C y 37 °C. El modelo de Elementos Finitos, simulado en ABAQUS®, representa un alambre de NiTi de 0,5 mm de diámetro y 1 mm de longitud. Debido al tipo de elementos que se utilizaron (elementos tridimensionales) y el gran consumo de cálculo computacional que estos implican (resolvedor), se modeló solamente la cuarta parte del alambre (ver Figura A.17). Debido a las condiciones de simetría impuestas, los resultados son equiparables a los de un modelo con la geometría completa.

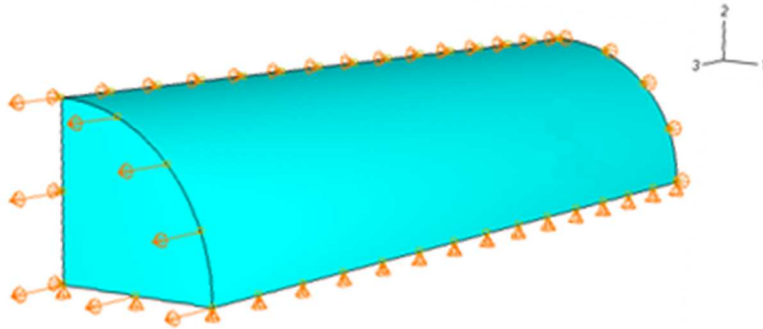


Figura A.17. *Modelo tridimensional del alambre con las condiciones de contorno impuestas.*

Los detalles del modelo y de la sollicitación de tracción uniaxial impuesta son los siguientes:

- Deformación máxima impuesta: 9 %.
- Temperaturas de modelado: 35 °C, 37 °C.
- Elementos utilizados: Hexaedros, Interpolación cuadrática, 20 nodos por elemento.
- Cantidad de elementos: 480, con 2591 nodos.

En las Figuras A.18 y A.19 se presentan las curvas σ - ε obtenidas numéricamente junto con los resultados experimentales de referencia, para las temperaturas de ensayo de 35 °C y 37 °C, respectivamente.

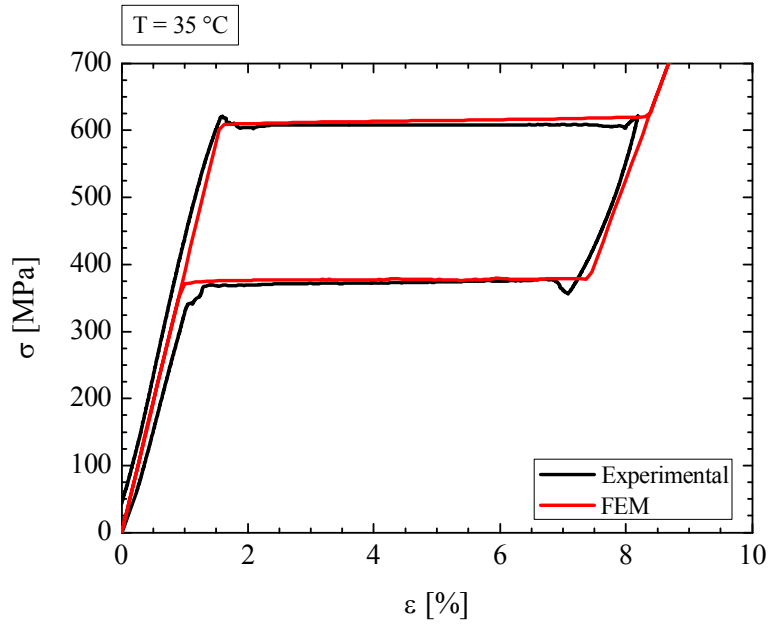


Figura A.18. Ciclo de carga y descarga para 35 °C.

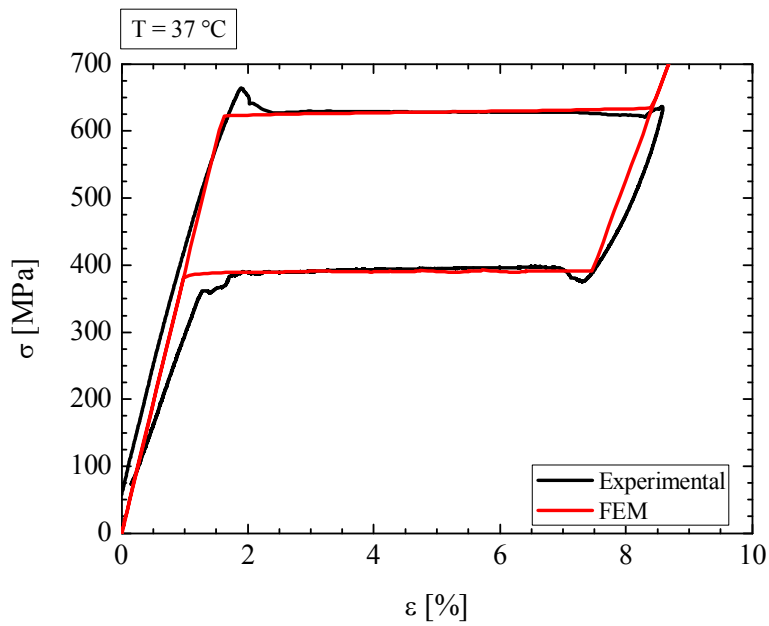


Figura A.19. Ciclo de carga y descarga para 37 °C.

Se desprende de los resultados obtenidos y su comparación con los experimentales (ver Figuras A.18 y A.19) que el modelo, en términos generales, genera predicciones aceptables, especialmente en los puntos característicos como son los inicios y finales de transformación. Hay que destacar sin embargo, que a la rutina UMAT encuentra dificultades al momento de simular la descarga. Además, y debido a que el modelo implementado en ABAQUS® no está preparado para predecir deformaciones remanentes, la rutina no es capaz de modelar correctamente los pasos finales en la descarga. Esto significa que mientras que en la curva obtenida en el ensayo se observa un porcentaje de deformación remanente, el modelado numérico predice una recuperación elástica total. También se debe tener en cuenta que la rutina de usuario no calcula el demaclado de la martensita luego de completar la transformación por lo tanto, el cálculo del modelo por elementos finitos solo sería válido hasta finalizar la transformación. Este resultado no limita la aplicación de la rutina en el modelo de verificación de las mordazas ya que solo se necesita comprobar que no se produce la transformación martensítica en la zona de la muestra que se encuentra en contacto con el cilindro al aplicar cargas.

A.4.2 Modelado de la configuración de ensayo con las mordazas desarrolladas y resultados.

A continuación se aplicó la metodología de modelado a la configuración de ensayo de tracción uniaxial con las mordazas desarrolladas. El contacto entre la guía de la mordaza y el alambre fue simulado aplicando la carga en dos etapas. En primer lugar el alambre es apoyado elásticamente sobre el cilindro, y luego es sometido a una carga axial a tracción hasta lograr la transformación en la zona libre.

A fin de minimizar el costo computacional, se utilizó la condición de simetría que existe en un cilindro y, teniendo en cuenta el desplazamiento, se modeló solamente la mitad del alambre. En el caso del cilindro se modeló la guía como un sólido rígido indeformable, y aprovechando también las condiciones de simetría se modeló sólo su mitad. No se modeló la mordaza de sujeción ya que en este modelo se trata de analizar el funcionamiento del cilindro para evitar formación de martensita en la zona de contacto con el alambre. Por lo tanto, el extremo del alambre que debería ir fijado por la misma se empotró a un sólido rígido indeformable.

El contacto entre la mordaza y el alambre se supone con rozamiento y con un coeficiente de fricción de 0,32 (Niquel-acero blando). El modelo fue resuelto a una temperatura de 37 °C. En la Figura A.20 se puede observar el modelo realizado en ABAQUS® con el origen de coordenadas elegido para los cálculos.

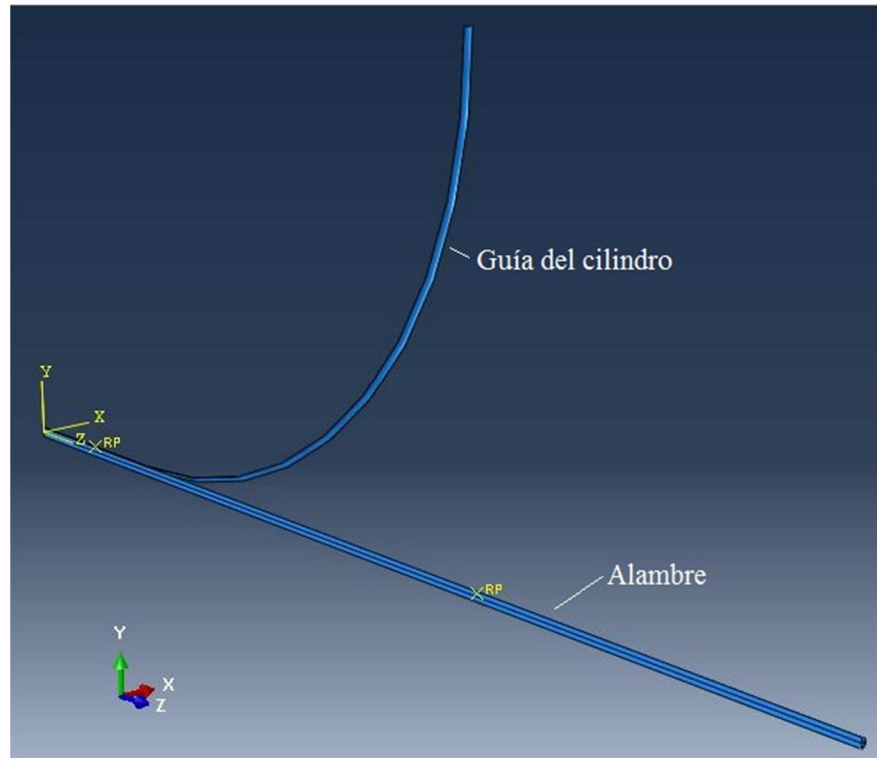


Figura A.20. *Modelo tridimensional del alambre y la guía.*

El modelo se complementa con los siguientes datos:

- Deformación máxima impuesta en zona de ensayo: 9 %.
- Longitud total del alambre: 60 mm.
- Elementos utilizados: Hexaedros, Interpolación cuadrática, 20 nodos por elemento.
- Cantidad de elementos: 720, con 4587 nodos.

A fin de verificar el correcto funcionamiento de las mordazas, se analizó la existencia de núcleos de martensita midiendo la fracción de martensita que entrega la

UMAT en ABAQUS® (variable de estado SDV21) [10] presente en la longitud del material.

Se tomó la longitud del alambre como referencia para indicar la posición de la fracción de martensita. El extremo libre del alambre se indica como longitud “0 mm”. La longitud libre de ensayo fue de 20 mm y se aplicó una deformación axial de manera que se complete la transformación en toda la longitud. A la longitud de 20 mm el alambre entra en contacto con la mordaza y a los 50 mm es empotrado por la mordaza de sujeción. En la Figura A.21 se presenta la fracción de martensita en toda la longitud del alambre simulado en el momento de máxima deformación. Si observamos la Figura A.21 se puede decir que la mordaza cumple con los objetivos planteados ya que la fracción de martensita va disminuyendo en la zona en contacto con la mordaza.

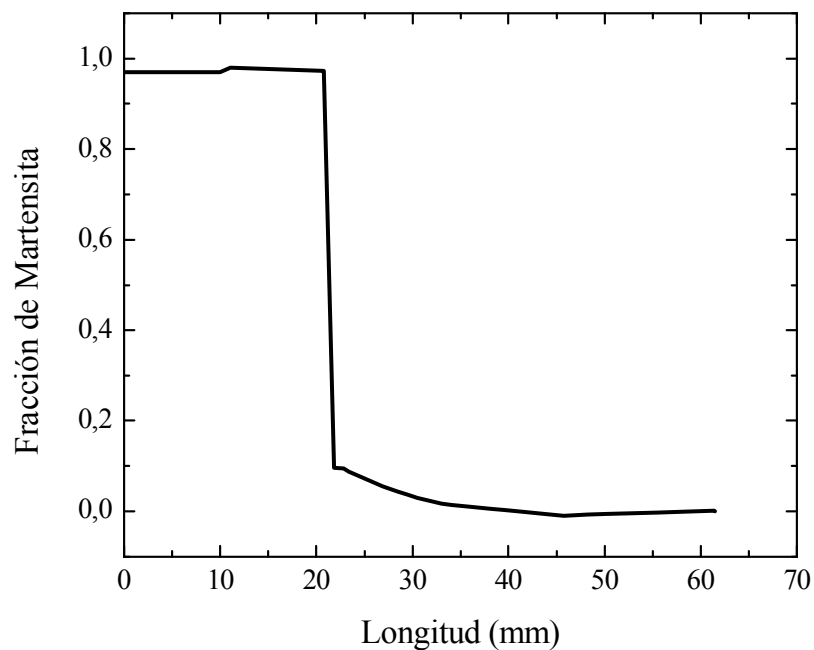
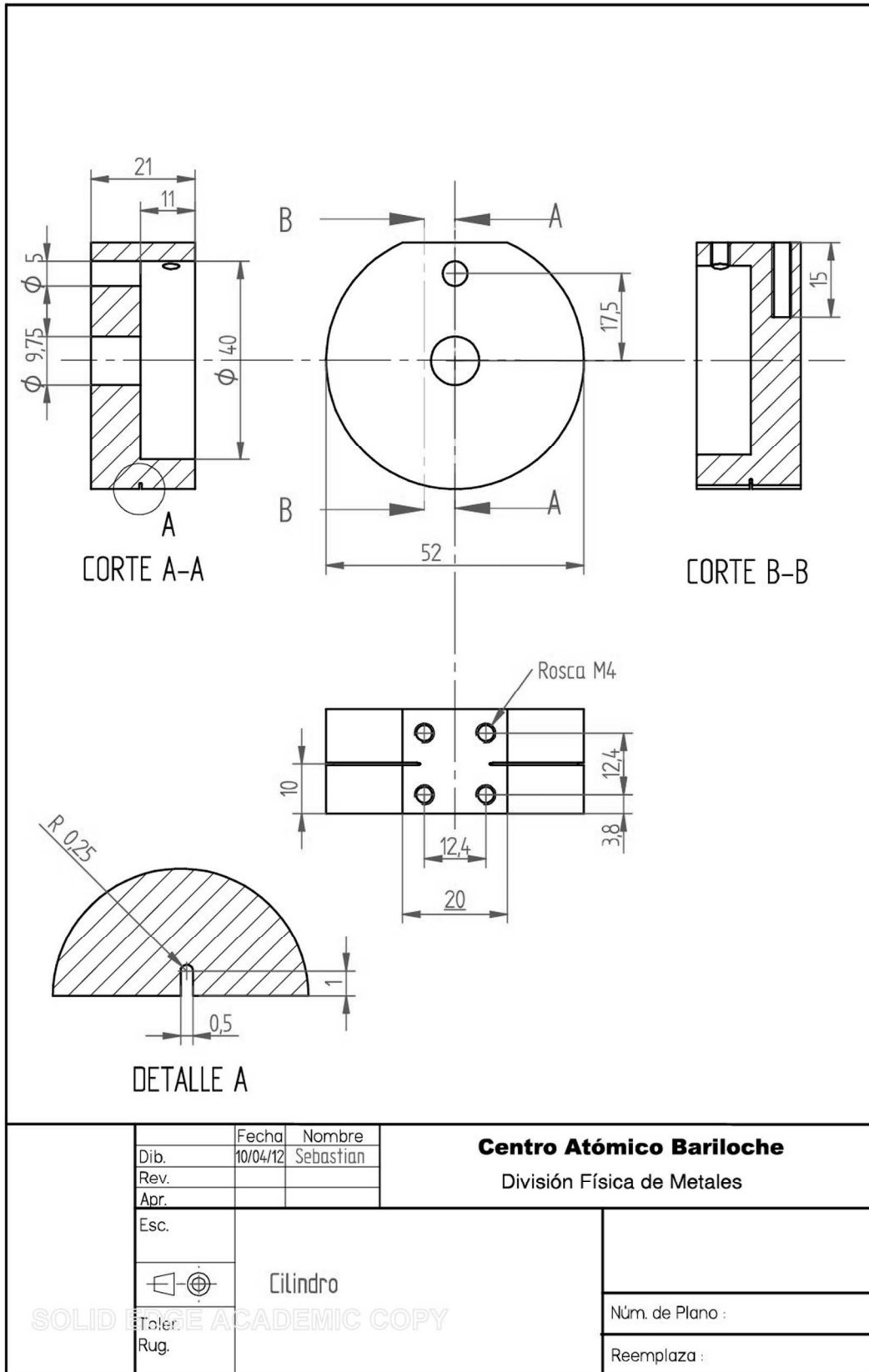
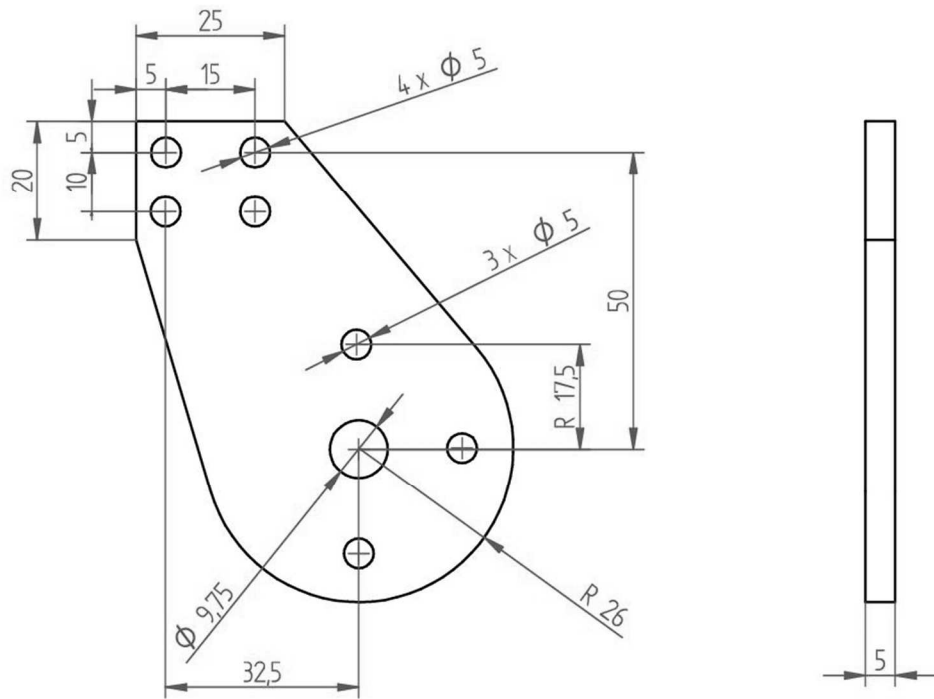



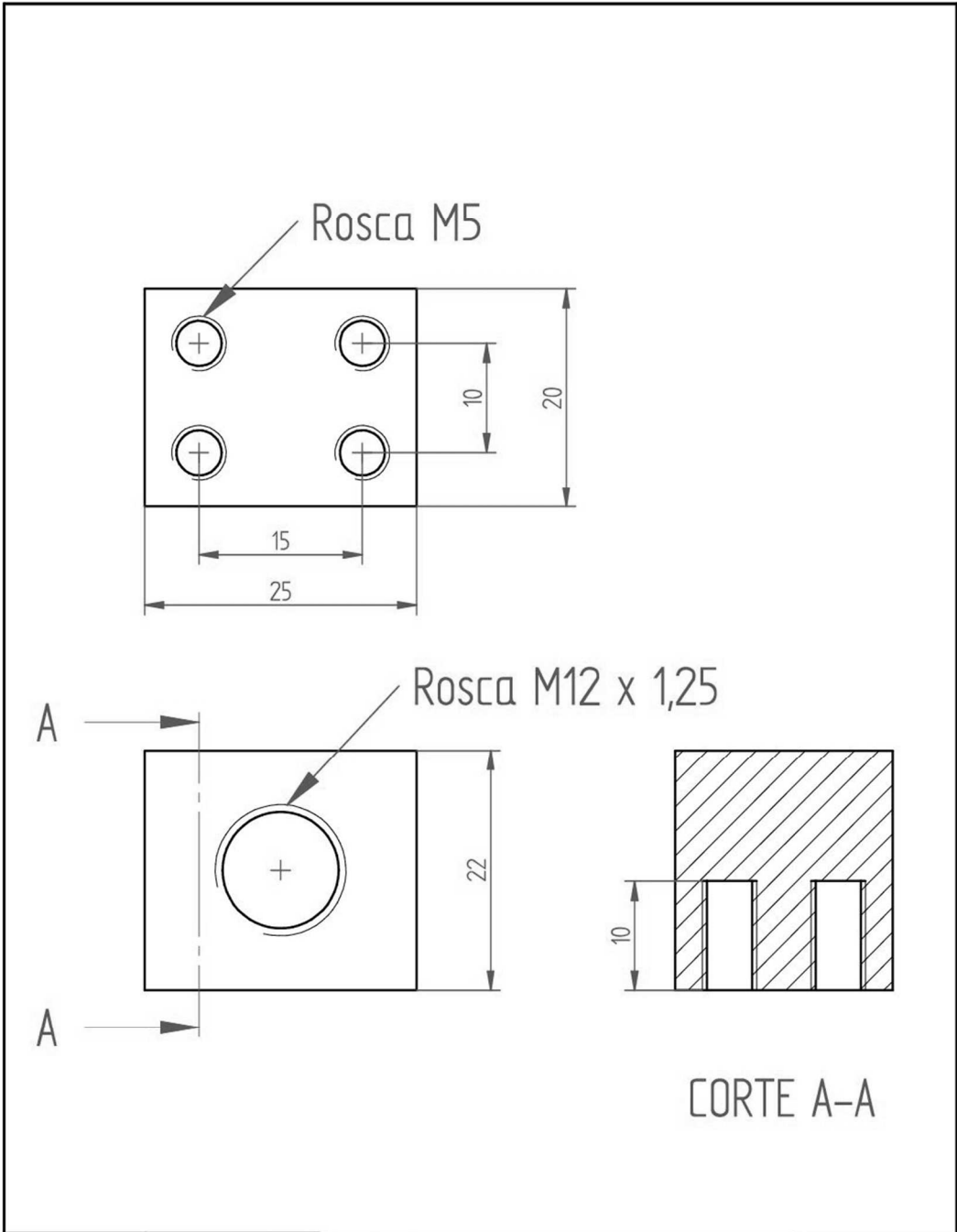
Figura A.21. *Fracción de martensita transformada en función de la longitud del alambre.*

A.5 Planos de mordaza cilíndrica.

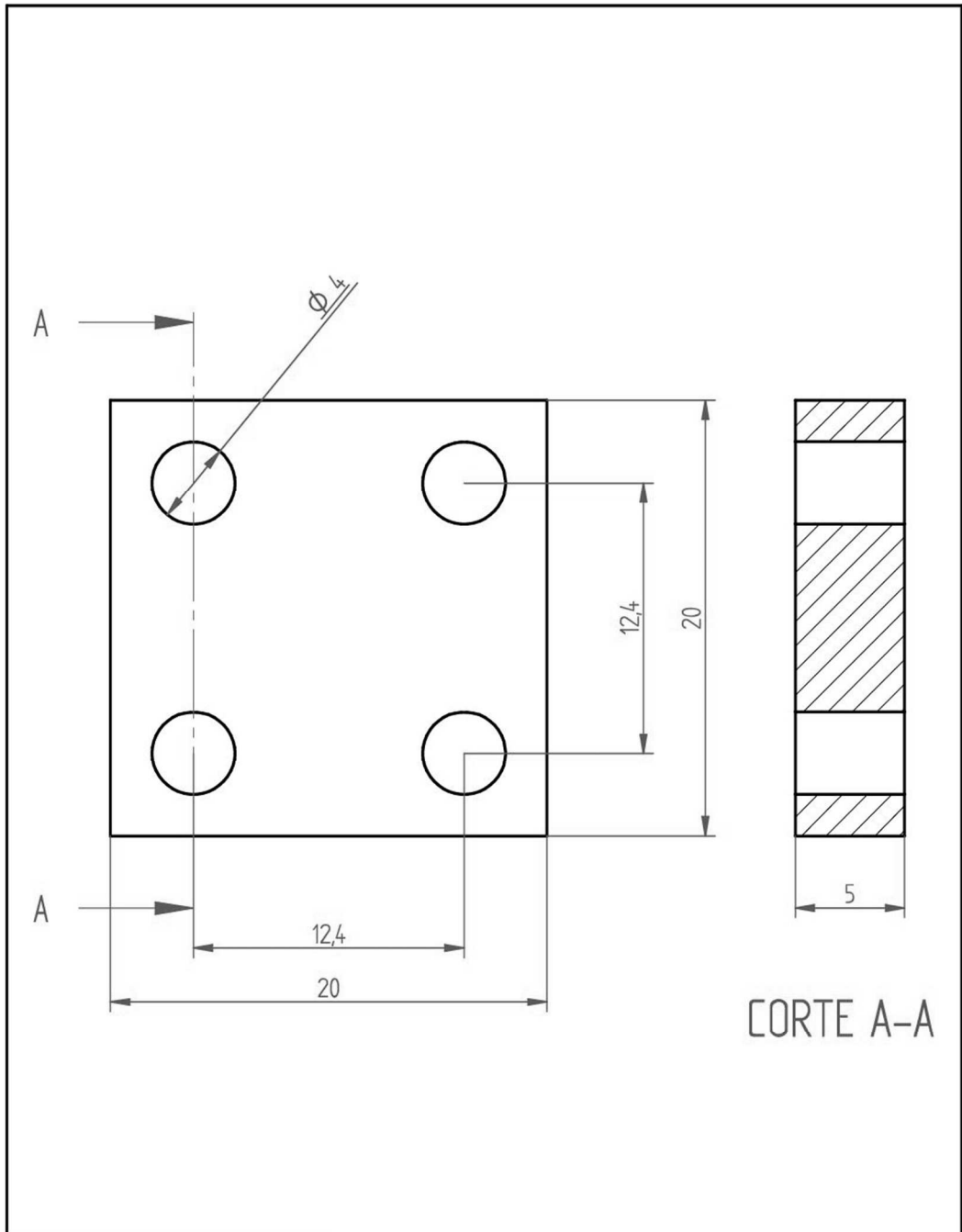




	Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.	10/04/12	Sebastian	
Rev.			
Apr.			
Esc.			
	Cuerpo		
Toler.	SOLID ENGINE ACADEMIC COPY		Núm. de Plano :
Rug.			Reemplaza :

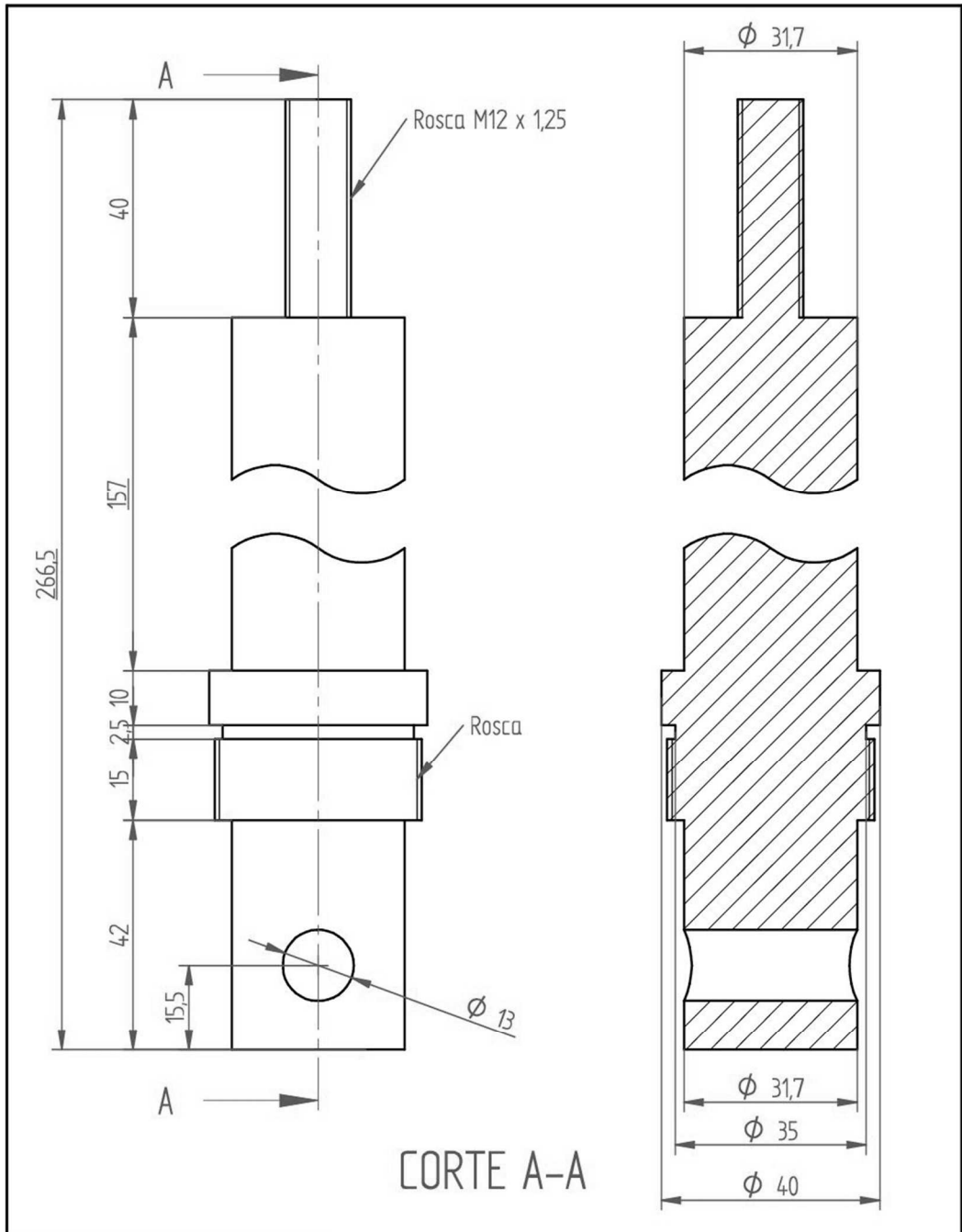


	Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.	10/04/12	Sebastian	
Rev.			
Apr.			
Esc.			
	Cubo		
Toler.	SOLID EDGE ACADEMIC COPY		Núm. de Plano :
Rug.			Reemplaza :

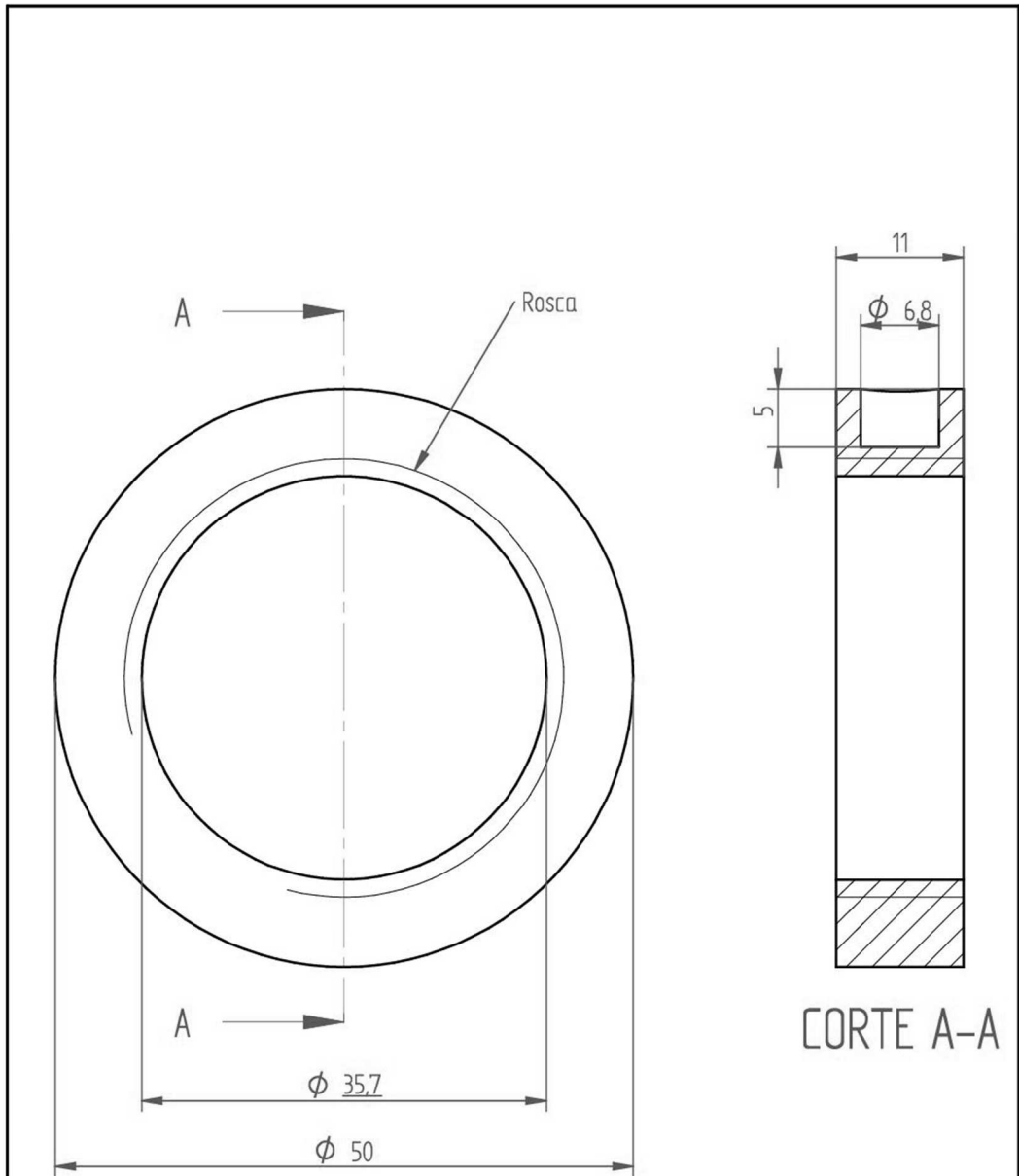


CORTE A-A

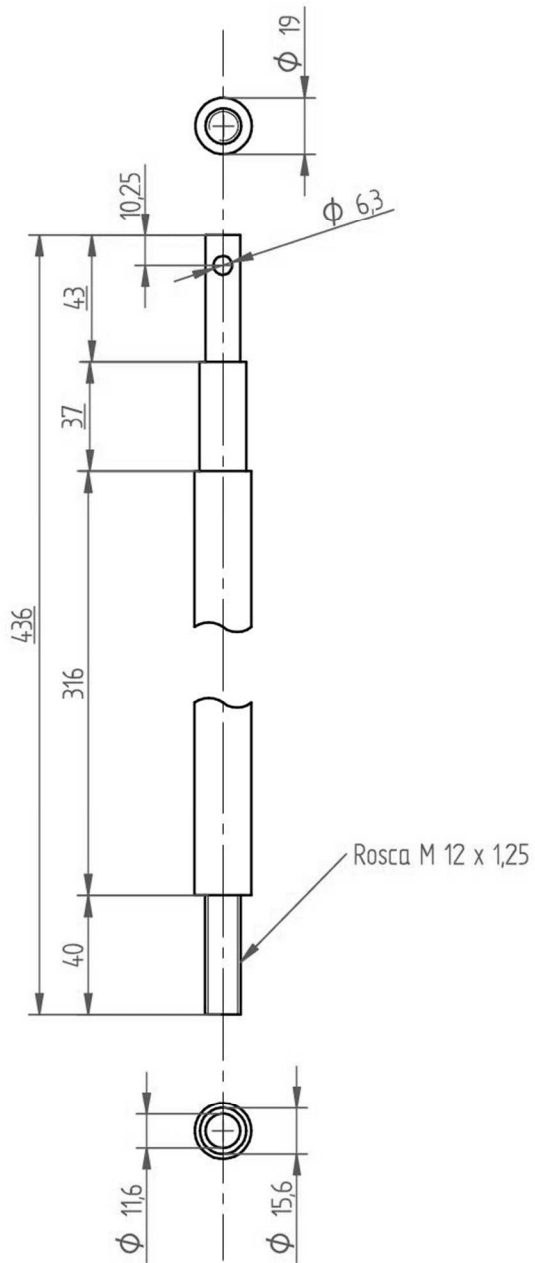
	Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.	17/05/12	Sebastian	
Rev.			
Apr.			
Esc.			
	Prensa		
Toler.	SOLID ENGINE ACADEMIC COPY		Núm. de Plano :
Rug.			Reemplaza :



		Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.		10/04/12	Sebastian	
Rev.				
Apr.				
Esc.				
	Extensión Inferior			
Toler.	SOLID ENGINEERING ACADEMIC COPY			Núm. de Plano :
Rug.				Reemplaza :



	Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.	10/04/12	Sebastian	
Rev.			
Apr.			
Esc.			
	Tuerca		
Toler.	SOLID EDGE ACADEMIC COPY		Núm. de Plano :
Rug.			Reemplaza :



	Fecha	Nombre	Centro Atómico Bariloche División Física de Metales
Dib.	10/04/12	Sebastian	
Rev.			
Apr.			
Esc.			
 Toler. Rug.	Extensión Superior		
			Núm. de Plano :
			Reemplaza :

SOLID EDGE ACADEMIC COPY

A.6 Conclusiones.

Se puede concluir que el diseño del cilindro responde a las condiciones propuestas ya que se logró disminuir la severidad de las condiciones de contacto asociada al uso de mordazas de apriete. Además, se propuso una longitud libre de ensayo óptima de 60 mm permitiendo estimar con una precisión aceptable la deformación aplicada al alambre en función de la medición del desplazamiento del travesaño de las máquinas de ensayos.

A.7 Referencias

- [1] E8/E8M - 09. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International, (2009). doi:10.1520/E0008_E0008M-09.
- [2] Manual del Ingeniero (Hutte), 5^o Edición, Editorial Gustavo Gili S.A., 1988.
- [3] Y.S. Kim, S. Miyazaki, Fatigue properties of Ti–50.9 at% Ni shape memory wires, in: A.R. Pelton, S.M. Hodgson, T. Duerig (Eds.), Proc. SMST, 1997: pp. 473–477.
- [4] A. Yawny, M. Sade, G. Eggeler, Pseudoelastic cycling of ultra-fine-grained NiTi shape-memory wires, *Zeitschrift Für Met.* 96 (2005) 608–618. doi:10.3139/146.101078.
- [5] T. Sawaguchi, G. Kausträter, A. Yawny, M. Wagner, G. Eggeler, Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape-memory wires in bending-rotation fatigue, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 2847–2860.
- [6] H. Soul, A. Yawny, Thermomechanical model for evaluation of the superelastic response of NiTi shape memory alloys under dynamic conditions, *Smart Mater. Struct.* 22 (2013). <http://stacks.iop.org/0964-1726/22/i=3/a=035017>.
- [7] Hibbitt, Karlsson, Sorensen, ABAQUS UMAT Subroutine, ABAQUS/Standard User's Manual, vol. III, 2001.
- [8] F. Auricchio, R.L. Taylor, J. Lubliner, Shape-memory alloys: macromodelling and numerical simulations of the superelastic behavior, *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 146 (1997) 281–312. doi:10.1016/S0045-7825(96)01232-7.
- [9] F. Auricchio, E. Sacco, A one-dimensional model for superelastic shape-memory alloys with different elastic properties between austenite and martensite, *Int. J. Non. Linear. Mech.* 32 (1997) 1101–1114.
- [10] ABAQUS, UMAT for Superelasticity of shape memory alloys Output from UMAT / Superelasticity, (2004).
- [11] K. Gall, H. Sehitoglu, Y.I. Chumlyakov, I. V Kireeva, Tension-compression asymmetry of the stress-strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi, *Acta Mater.* 47 (1999) 1203–1217. doi:10.1016/s1359-6454(98)00432-7.

Anexo B

Análisis de ciclado de NiTi sin transformación

En este anexo analizaremos la respuesta del alambre de NiTi superelástico a sollicitaciones en las que no tiene lugar el movimiento del frente de transformación. El análisis de los resultados permitió optimizar la planificación de los ensayos de ciclado sin transformación realizados en la Sección 6.2 del Capítulo 6.

Se planificaron e implementaron ensayos de ciclado sin transformación en tres zonas características del material pseudoelástico. En la fase austenita (ensayos tipo A), en la fase martensita (ensayos tipo M) y en muestras parcialmente transformadas (ensayos tipo P). Los ensayos se realizaron en dos etapas. La Etapa 1 consistió en los ciclados sin transformación. La velocidad de deformación aplicada se fue aumentando escalonadamente de forma de controlar el comportamiento del ciclado. De esta forma se verificó la posible presencia de efectos térmicos, debido a la velocidad de ciclado, que impidieran controlar la transformación martensítica mediante los límites de carga estimados. Aquí se realizaron alrededor de 100.000 ciclos y luego las muestras fueron descargadas. La Etapa 2 consistió en la realización de dos ciclos de transformación completa a baja velocidad de deformación para analizar los efectos del ciclado realizado en la primera fase sobre el comportamiento pseudoelástico de las muestras analizadas. De esta forma se comprobó la posibilidad de controlar el frente de transformación mediante el control de la deformación aplicada.

B.1 Ensayos de ciclado sin transformación martensítica.

Se realizaron tres ensayos, uno en cada zona característica, a una temperatura de 37 °C, utilizándose un alambre de 0,5 mm de diámetro descrito en el Capítulo 3 y 60 mm de longitud libre de ensayo L_0 . En los tres casos se utilizaron las mordazas de cilindro y se aplicó una deformación de forma tal que la tensión máxima obtenida se mantuviera por debajo de los 595 MPa y el rango en 171 MPa ($\sigma_{\max} - \sigma_{\min}$). Con estos niveles de fuerza / tensión se trató de evitar la nucleación de un nuevo dominio de martensita en el caso de los ensayos Tipo A, evitar el movimiento del frente de transformación en los ensayos Tipo P y la nucleación de fase austenita en los Tipo M. En las Tablas B.1 y B.2 se muestran las velocidades de deformación aplicadas en cada fase y el número de ciclos realizados.

Tabla B.1. *Número de ciclos aplicados para cada velocidad de deformación. Fase 1.*

Velocidad (min ⁻¹)	0,0017	0,0034	0,017	0,068	0,136
Tipo A	400		3		100208
Tipo P	194	3	15	91834	8554
Tipo M	140	1	4	14	100441

Tabla B.2. *Número de ciclos aplicados a cada velocidad de deformación. Fase 2.*

Velocidad (min ⁻¹)	0,0017
Tipo A	2
Tipo P	1
Tipo M	1

B.1.1 Ensayos en zona pseudoelástica (Ensayos P).

La Figura B.3 muestra la evolución de las tensiones en función de la deformación aplicada obtenida del ensayo de la muestra parcialmente transformada (ensayo P). Se grafican el ciclo inicial de transformación (Precarga), el primer ciclo sin transformación ($N = 1$) y el último ciclo antes de descargar la muestra ($N = 100601$). En el ciclo inicial se aplica una deformación máxima de 5,05 % para ubicar la interfase martensita-austenita en la zona central de la muestra. Durante toda la primera etapa, una mitad de la muestra se mantuvo en fase martensita inducida bajo carga y la restante en fase austenita. Observando la Figura B.3 se distingue la existencia de una evolución del ciclado que consiste en una disminución de la histéresis y una modificación de las deformaciones aplicadas.

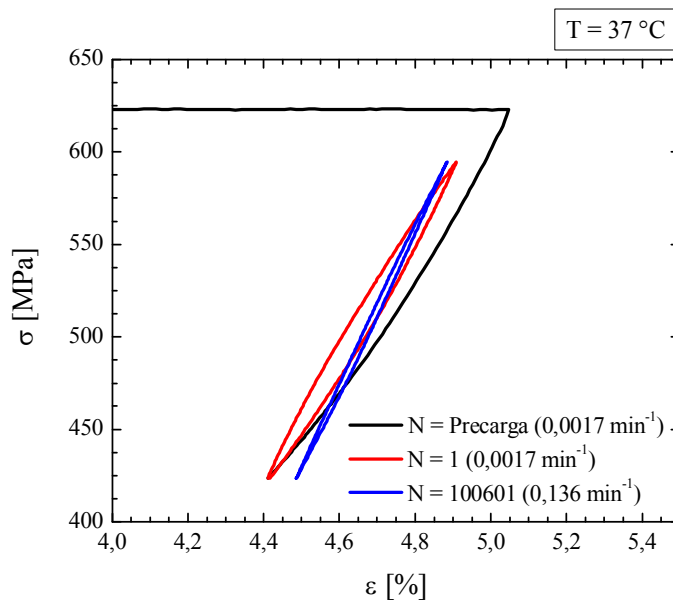


Figura B.3. *Ejemplo de evolución de las tensiones en función de la deformación aplicada en la primera fase del ensayo de ciclado de la muestra parcialmente transformada (Ensayos P).*

En una primera observación parecería existir un cambio en la pendiente de la curva del ciclo $N = 1$ con respecto a la descarga del ciclo Precarga. Para analizar este posible cambio de pendiente se desplazó $N = 1$ hasta el comienzo de la descarga del ciclo Precarga, obteniéndose los resultados mostrados en la Figura B.4, donde puede observarse que tal cambio de pendiente no existe. Lo que estaría sucediendo es que la descarga del ciclo $N = 1$ comienza a una deformación menor que la descarga del ciclo Precarga por lo tanto, la propia naturaleza curva de la descarga hace parecer al observador que se inclina.

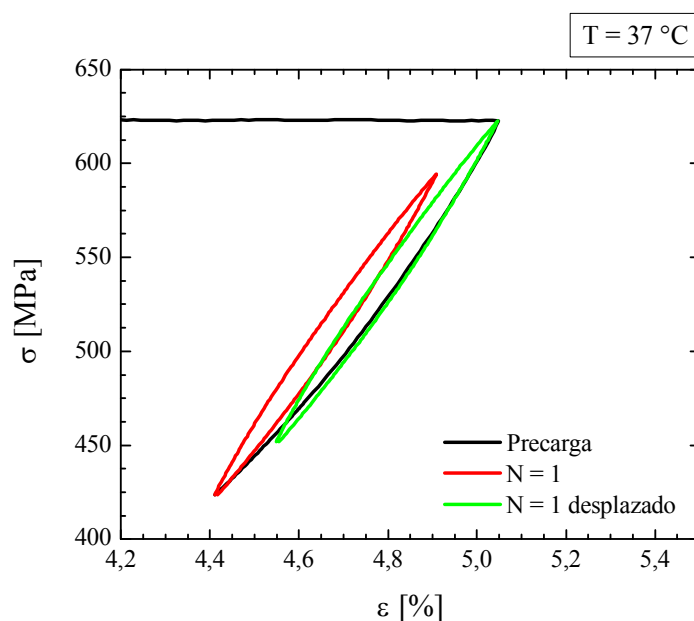


Figura B.4. Comparación de pendientes entre Precarga y $N = 1$.

Luego de realizar el ciclado sin transformación se realizó una serie de ciclos de transformación completa para verificar el efecto de los mismos sobre el comportamiento pseudoelástico de la muestra. La Figura B.5 pueden observarse los ciclos iniciales (Precarga y $N = 1$) y el último ciclo del ciclado sin transformación ($N = 100601$). La primera etapa se finaliza completando la transformación en la muestra ($N = 100602$), y por último se realiza un ciclo pseudoelástico con transformación completa (segunda fase, $N = 100603$). Las tensiones de

transformación antes y después del ciclado no muestran diferencias importantes. Al realizar el último ciclo ($N = 100603$) se pueden observar pequeñas diferencias de tensiones de transformación y retransformación entre la zona que se mantuvo en martensita y la zona que se mantuvo en austenita, que pueden explicarse por el proceso de estabilización de la martensita en la zona que se mantuvo transformada. Este mismo proceso fue documentado también por Yawny et al. [2] cuando se detiene la transformación en el primer ciclo durante varias horas.

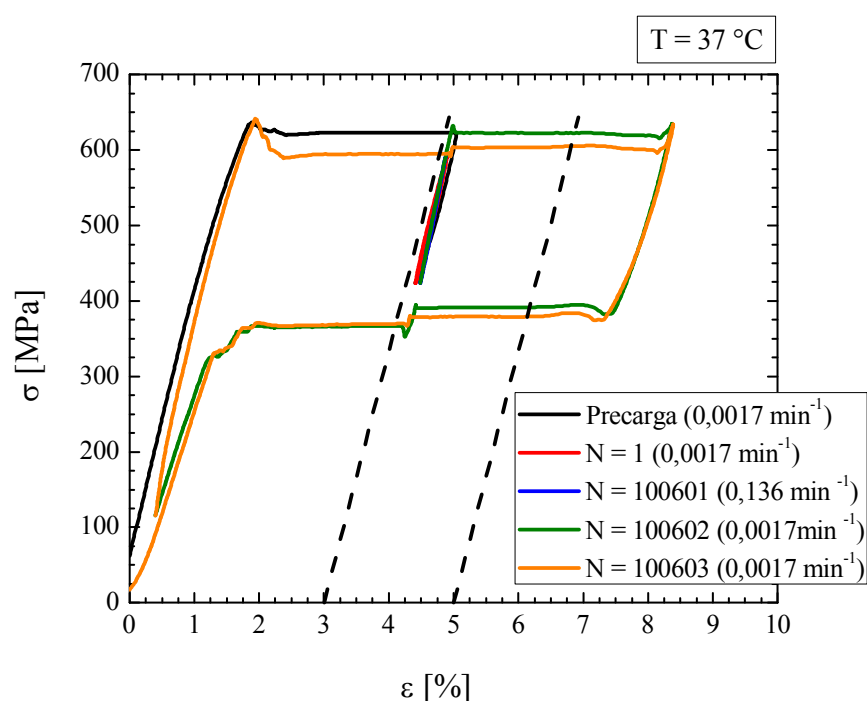


Figura B.5. *Ciclado de la primera y segunda fase en la zona pseudoelástica.*

La Figura B.6 muestra exclusivamente, y en más detalle, el ciclado en la zona de transformación parcial. Puede observarse la aparición de un pico de tensión en el momento que se intenta avanzar la transformación martensítica en la zona de la muestra que se mantuvo en fase austenita durante toda la primera fase. Luego de que el frente entra en esta zona la tensión crítica para que avance resulta igual a la tensión de transformación aplicada en el ciclo Precarga. Este resultado demostraría

que el ciclado no afectó el comportamiento funcional en la región que se mantuvo en martensita. Este comportamiento solo puede ser explicado si no existió movimiento de la interfase austenita-martensita.

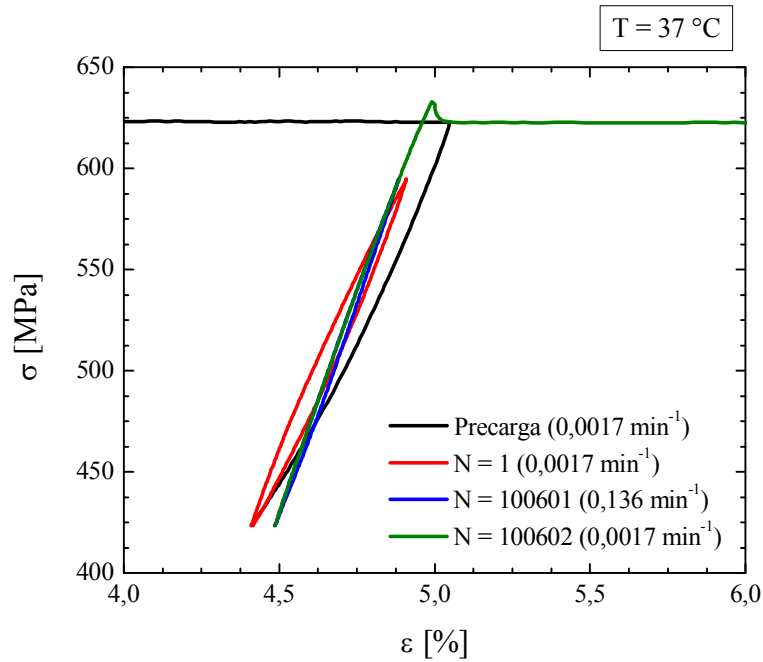


Figura B.6. *Detalle del pico de tensión necesario para continuar la transformación.*

La Tabla B.5 resume los valores del pico de tensión observado, la tensión de transformación necesaria para continuar la transformación en la zona en fase austenita y la diferencia de ambos.

Tabla B.5. *Pico de tensión aplicado para continuar la transformación.*

$\sigma_{\text{transformación}}$ (MPa)	σ_{max} (Mpa)	$\Delta\sigma$ (Mpa)
623	633	10

La transformación requiere de un aumento de 10 MPa para que el frente de transformación comience a moverse a través de la zona que siempre se mantuvo en

austenita durante el ciclado. Es interesante comentar aquí que este pico de tensión de transformación no fue observado por Yawny et al. [2] en el caso en que se detiene la transformación en el primer ciclo durante varias horas.

B.1.2 Ensayos en fase austenita (Ensayos A).

La Figura B.7 muestra resultados correspondientes a la primera fase del ciclado realizado en la zona austenítica, en la que se aplicaron un total de 100608 ciclos.

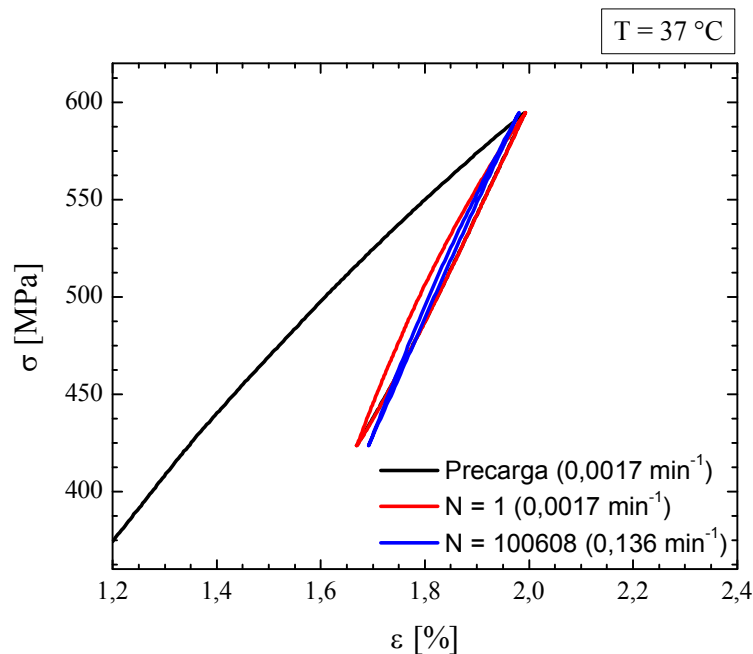


Figura B.7. *Ciclado de la primera fase en la zona austenita.*

Puede observarse en la Figura B.7 que se experimenta una disminución de la histéresis con la evolución del ciclado, y que la pendiente aumenta progresivamente. Si analizamos los mismos niveles de carga, resulta que las deformaciones aplicadas varían de forma tal que a carga máxima la deformación aplicada disminuye y a carga mínima la deformación aumenta. Luego de realizar el ciclado en fase austenita se realizó una serie de ciclos de transformación completa para verificar el efecto de los

mismos sobre el comportamiento pseudoelástico de la muestra. La Figura B.8 presenta los resultados correspondientes al ensayo en fase austenita (ensayo A), donde puede observarse los ciclos iniciales (Precarga y $N = 1$) y el último ciclo del ciclado sin transformación ($N = 100608$). La primera fase se finaliza completando la transformación en toda la muestra ($N = 100609$), y por último se realiza un ciclo pseudoelástico con transformación completa (segunda fase, $N = 100610$), a fin de analizar la influencia del ensayo sobre la respuesta pseudoelástica del alambre.

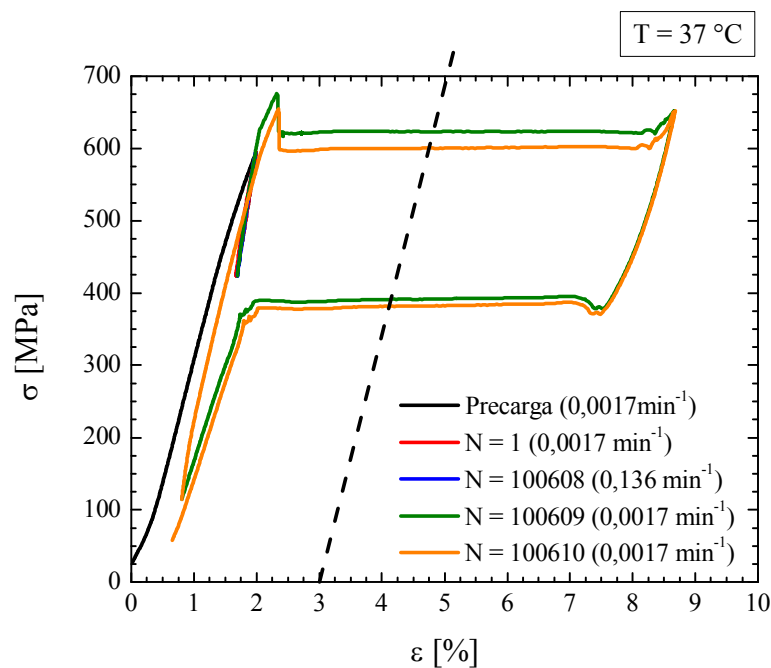


Figura B.8. *Ciclado de la primera y segunda fase en la zona austenita (Ensayo A).*

B.1.3 Ensayos en fase martensita (Ensayos M).

La Figura B.9 muestra un ejemplo de la evolución del ciclado en fase austenita, donde se aplicaron en total 100607 ciclos. Puede observarse una disminución de la histéresis y una variación de las deformaciones máxima y mínima aplicadas para niveles de carga máxima y mínima constantes.

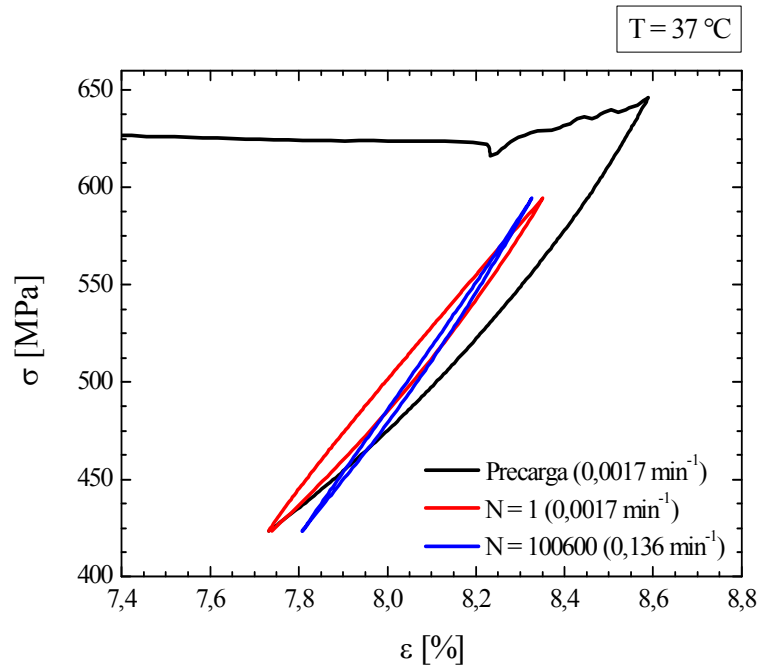


Figura B.9. *Ciclado en la zona martensita (ensayo M).*

En una primera observación se podría decir que al aplicar el ciclo $N = 1$ aparecería un cambio de pendiente con respecto a la descarga del ciclo Precarga. En la Figura B.10 se desplazó $N = 1$ hasta el comienzo de la descarga del ciclo Precarga para analizar este posible cambio de pendiente. Nuevamente puede observarse que tal aparente cambio de pendiente no existe.

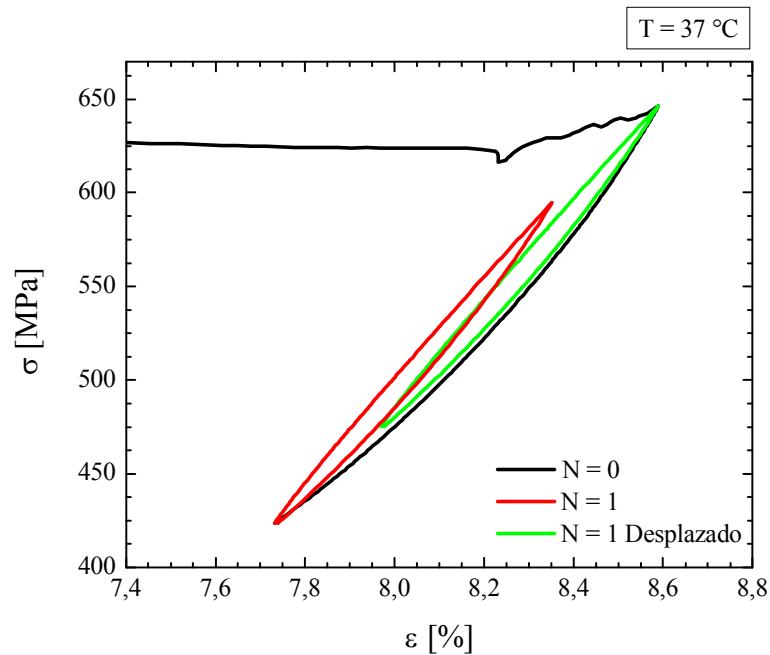


Figura B.10. Comparación de pendientes entre Precarga y $N = 1$. Ensayo M.

Luego del ciclado en fase martensita se realizó una serie de ciclos de transformación completa para verificar el efecto de los mismos sobre el comportamiento pseudoelástico de la muestra. La Figura B.11 presenta los resultados completos correspondientes al mismo ensayo en fase martensita (ensayo M), donde pueden observarse los ciclos iniciales (Precarga y $N = 1$), y el último ciclo del ciclado sin transformación ($N = 100601$). La primera fase se finaliza con la descarga de la muestra ($N = 100602$), y por último se realiza un ciclo pseudoelástico con transformación completa ($N = 100603$), a fin de analizar la influencia del ensayo sobre la respuesta pseudoelástica del alambre.

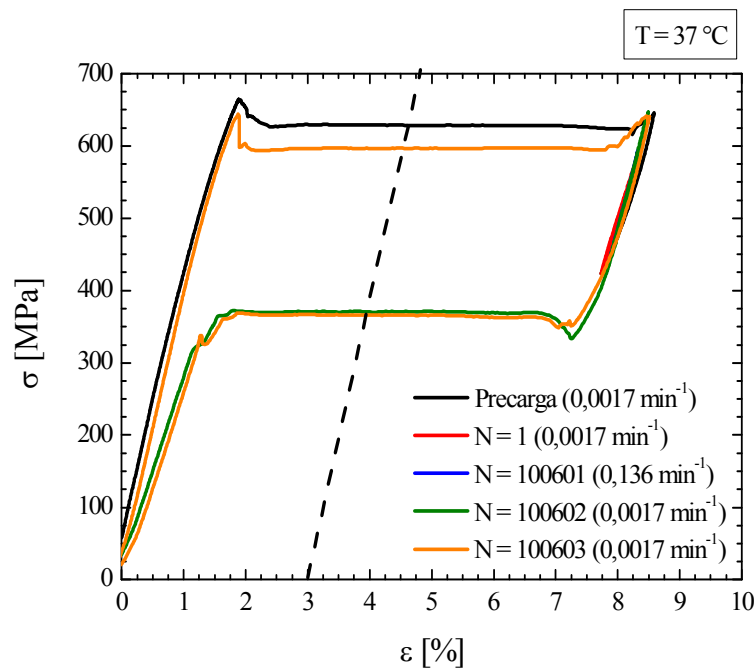


Figura B.11. *Ciclado de la primera y segunda fase en la zona martensita.*

Ensayo M.

B.1.4 Comparación de niveles de tensión de transformación y retransformación.

Para analizar los efectos del ciclado en las distintas zonas sobre la transformación martensítica se decidió medir las tensiones críticas en los tres ensayos realizados. Además las mismas se compararon con la evolución entre el primero y segundo ciclo de transformación del ensayo CF-T-1, ver sección 4.2 del Capítulo 4. En todos los casos se midieron las tensiones a una deformación del 3 %. Por otro lado, en el caso del ciclado en la zona pseudoelástica se realizó además la medición de tensiones al 5% de deformación, a fin de analizar la zona de la muestra que se mantuvo en fase austenita. En la Tabla B.6 se muestran las tensiones de transformación y de retransformación medidas en cada caso. Cabe aclarar que el ensayo de referencia (ciclado completo) se realizó a 35 °C pero debido a que la

temperatura de ensayo solo se diferencia en 2 °C las caídas de tensión serían del mismo orden.

Tabla B.6. *Tensiones de transformación y retransformación de los ciclos completos luego del ciclado sin transformación de las diferentes fases.*

Ensayo	$\epsilon_{\text{medición}}$ (%)	Número de ciclo	Tensión de transformación (MPa)	Tensión de retransformación (MPa)
Ciclado completo Referencia	3	1	602	375
		2	582	366
Tipo A	3	100609	623	391
		100610	600	381
Tipo P	3	1/100602	623	367
		100603	595	369
	5	100602	622	392
		100603	605	379
Tipo M	3	1/100602	623	391
		2	600	381

En la Tabla B.7 se muestran las caídas de tensiones entre el primero y el segundo ciclo completo de transformación.

Tabla B.7. *Caídas de tensión entre el primero y el segundo ciclo completo de transformación.*

Caída de tensión			
Ensayo	$\epsilon_{\text{medición}}$ (%)	Transformación (MPa)	Retransformación (MPa)
Ciclado completo	3	20	9
Tipo A	3	23	10
Tipo P	3	28	-2
	5	17	13
Tipo M	3	23	10

Del análisis de los datos se puede decir que el ciclado sin transformación o sin movimiento de frentes no tendría efectos aparentes sobre las tensiones críticas de la

transformación martensítica y tampoco existiría una modificación en las caídas de tensiones entre el primero y el segundo ciclo completo de transformación.

B2. Conclusiones.

Se puede concluir que no se detectaron efectos térmicos, debido a la velocidad de ciclado, que impidieran controlar la transformación martensítica mediante los límites de desplazamiento estimados. Debido a que en los tres ensayos realizados no se afectó el comportamiento pseudoelástico se pudo confirmar que no existió el movimiento de frentes de transformación.

B.3 Referencias.

- [1] Pelton AR, Schroeder V, Mitchell MR, Gong X-Y, Barney M, Robertson SW. Fatigue and durability of Nitinol stents. *J Mech Behav Biomed Mater* 2008;1:153–64.
- [2] Yawny A, Olbricht J, Sade M, Eggeler G. Pseudoelastic cycling and ageing effects at ambient temperature in nanocrystalline Ni-rich NiTi wire. *Mater Sci Eng A* 2008;481–482:86–90. doi:10.1016/j.msea.2007.04.124.