

CARACTERIZACIÓN DE ALAMBRE DE NiTi PARA ACTUADORES

Carlos Oldani*, Emilio Gianello, Christian Hernández, Valentino Bossio, Lisandro Tombesi

*Departamento Materiales y Tecnología, Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales,
Universidad Nacional de Córdoba, Córdoba, Argentina*

Palabras clave: Nitinol, Tratamientos térmicos, Actuador, Transformación de fase, Memoria de forma.

Resumen: Las aleaciones de níquel-titanio equiatómicas, conocidas comercialmente como NITINOL (NiTi), son capaces de producir fuerzas actuantes a través de una transformación de fase. El efecto es conocido como efecto de memoria de forma (Shape Memory Effect, SME) y puede ser de simple o de doble camino. El efecto memoria de forma simple consiste en lo siguiente: luego de deformarse la aleación en su fase martensítica a baja temperatura, la misma retorna a su forma original cuando se calienta (por ejemplo con una corriente eléctrica) al haber formado su fase de alta temperatura, la austenita. Este efecto es en realidad una característica propia de la aleación, y puede ser inducido térmica o mecánicamente. Es un atributo interesante para potenciales aplicaciones como actuador en la industria aeroespacial. El SME permite recuperar completamente deformaciones del orden de 6-8 % o bien desarrollar elevadas fuerzas si el alambre está unido a una estructura. El efecto memoria de forma de doble camino se basa en el hecho de que esta aleación puede ser entrenada a requerimiento, posibilitando que el alambre “recuerde” sus formas en baja y en alta temperatura.

Sin embargo, las temperaturas de transformación de fase se ven modificadas por la aplicación de tratamientos térmicos, por lo que para su utilización mecánica se requiere del conocimiento profundo de sus propiedades y de su posible manipulación para modificar y obtener las características necesarias para el desarrollo de un dispositivo. La utilización de alambres de nitinol para la fabricación de actuadores manipulados eléctricamente, implica una considerable reducción de tamaño y de peso de los dispositivos.

En este trabajo se caracteriza un alambre de NiTi comercial, se experimenta sobre las condiciones de tratamiento térmico para modificar las temperaturas de transformación de fase y se evalúan diferentes maneras de generarle memoria de forma de uno y dos caminos.

* Carlos Oldani: coldani@efn.uncor.edu, Departamento Materiales y Tecnología, Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales, Universidad Nacional de Córdoba, Av. Vélez Sársfield 1611, X5016GCA Córdoba, Argentina. Tel/Fax: 54 351 4334414

1 INTRODUCCIÓN

Las aleaciones con memoria de forma (SMA – shape memory alloys) tienen varias propiedades mecánicas inusuales que las diferencian de los materiales normalmente usados en aplicaciones de ingeniería.

El Nitinol (1), NiTi, es una aleación de composición cercana a la equiatómica de titanio y níquel. Estas aleaciones presentan una transformación de fase reversible que cambia su estructura cristalina. En el nivel macroscópico, esta habilidad produce dos propiedades características y fundamentales de estas aleaciones: el efecto de la memoria de forma, conocido como SME (shape memory effect) y la súper elasticidad. El SME se debe a una transición de fase entre dos fases, austenita y martensita, caracterizada por 4 temperaturas, que respectivamente son: Ms de inicio de la transformación martensítica, Mf de fin de la transformación martensítica, As de inicio de la transformación austenítica y Af de fin de la transformación austenítica.

Es posible conseguir SME de doble camino, el que se consigue mediante un proceso de educación o entrenamiento en el que el material no solo recuerda la forma en estado austenítico, sino también la que tiene en la fase martensítica, la cual comienza a adoptar por debajo de Ms para obtener la forma definitiva al llegar a Mf. En este caso, la deformación de la muestra se consigue de manera espontánea en el enfriamiento y la recuperación de la forma inicial se realiza mediante el calentamiento.

Es evidente que en el caso de aplicaciones concretas como el diseño de un actuador que requiera un control preciso, la precisión en la medición de estas temperaturas de transición, y el correcto entrenamiento del material activo, resultan muy importantes (3).

1.1 El Nitinol

Como puede verse en el diagrama de fases níquel-titanio (Figura 1), el NiTi es un inter-metálico cuyo campo de existencia es amplio a temperaturas altas (700-1200°C) del lado rico en níquel, mientras que del lado rico en titanio es casi una línea vertical. A bajas temperaturas el campo se angosta hasta una línea que divide un campo metaestable por debajo de los 630°C.

Salvo indicación contraria, el material utilizado para el desarrollo de este trabajo fue alambre Nitinol de 0,4mm de diámetro, del comúnmente utilizado en aplicaciones odontológicas. Para todos los ensayos se utilizó la presentación en rollos de 4,5 mts. La composición química presenta un 50 at % Ni.

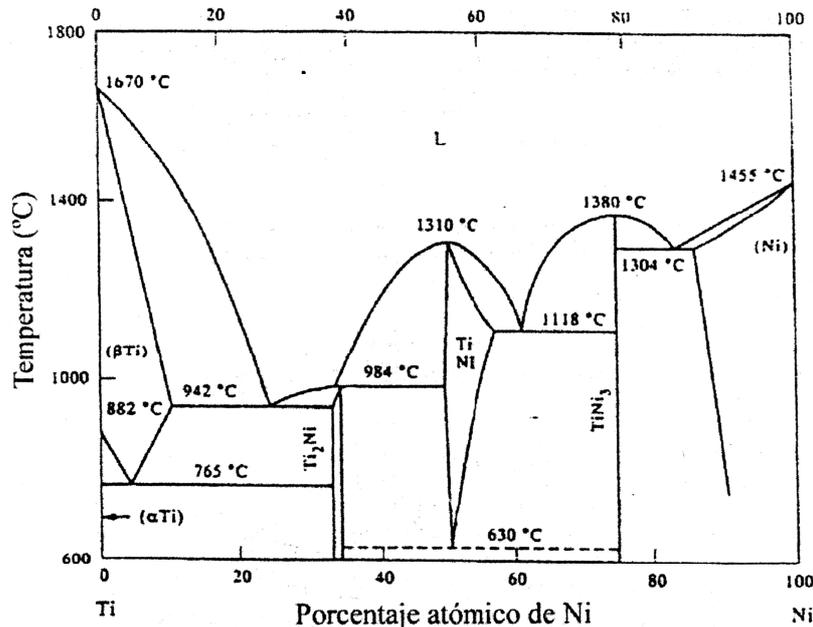


Figura 1: Diagrama de fases NiTi

2 PROPIEDADES Y APLICACIONES DE LAS S.M.A.

2.1 Efecto de memoria de forma simple desde punto de vista Macroscópico

El efecto de memoria de forma o efecto de memoria de forma simple se define como la capacidad que posee el material para deformarse aparentemente de manera plástica luego de haberse sometido a un esfuerzo, y posteriormente recuperar su forma original mediante un calentamiento. Este efecto se produce a causa de que existe una transformación martensítica. Es posible explicar este proceso esquemáticamente mediante la Figura 2, a partir de un gráfico que relaciona esfuerzo y deformación para un cristal de austenita.

En primera instancia el material se encuentra en estado austenítico (Figura 2 (d)), luego es enfriado sin someterlo a esfuerzo, desde una temperatura superior a A_f hasta llegar a una temperatura inferior a M_f . En este paso tiene lugar la transformación directa (de austenita a martensita), donde la martensita se forma de una manera autoacomodada para minimizar la energía del sistema, logrando de esta manera que el material no cambie macroscópicamente (Figura 2 (a)). Posteriormente se aplica un esfuerzo creciente de manera que la aleación es deformada. Esta deformación macroscópica surge como consecuencia de la deformación elástica de la martensita así como también de la reorientación de las variantes formadas durante el enfriamiento, las cuales se mueven con facilidad acomodándose de acuerdo al esfuerzo aplicado (Figura 2 (b)).

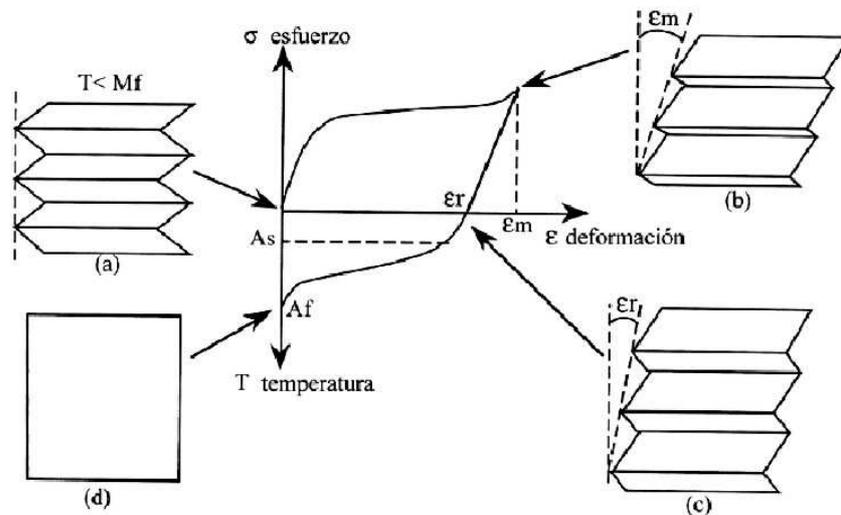


Figura 2: Esquema del SME en relación con la temperatura y deformación

Si el esfuerzo se aplica con la intensidad y dirección adecuada se puede obtener martensita monovariante. Es importante aclarar que si el esfuerzo aplicado es muy grande puede ocurrir que el material se deforme plásticamente, lo que provocaría que el proceso no sea 100% reversible. Luego, el esfuerzo se relaja conservándose una deformación residual (Figura 2 (c)). Por último, la aleación recupera su forma original mediante el incremento de la temperatura por encima de A_f . La deformación residual desaparece a través de la transformación inversa (de martensita a austenita) de una forma reversible. El fenómeno descrito observado en la Figura 2 puede mostrarse de forma macroscópica en un pequeño elemento rectangular de Nitinol como muestra la Figura 3. Como puede observarse en la figura, no existe cambio de forma en el elemento cuando es enfriado desde una temperatura superior a A_f hasta una temperatura inferior a M_f . Ahora, si el elemento es deformado por debajo de M_f permanecerá con esa deformación hasta que sea calentado por encima de la temperatura A_s . La recuperación de la forma, comienza en A_s y es completada en A_f . Una vez que la totalidad de la forma se ha recuperado al llegar a la temperatura A_f , no habrá más cambios de forma aún cuando el elemento sea enfriado por debajo de M_f ; la memoria de forma puede ser solo reactivada deformando la martensita otra vez. Dicho de otra manera, el SME ocurre solo una vez, y por eso se suele llamar memoria de forma simple.

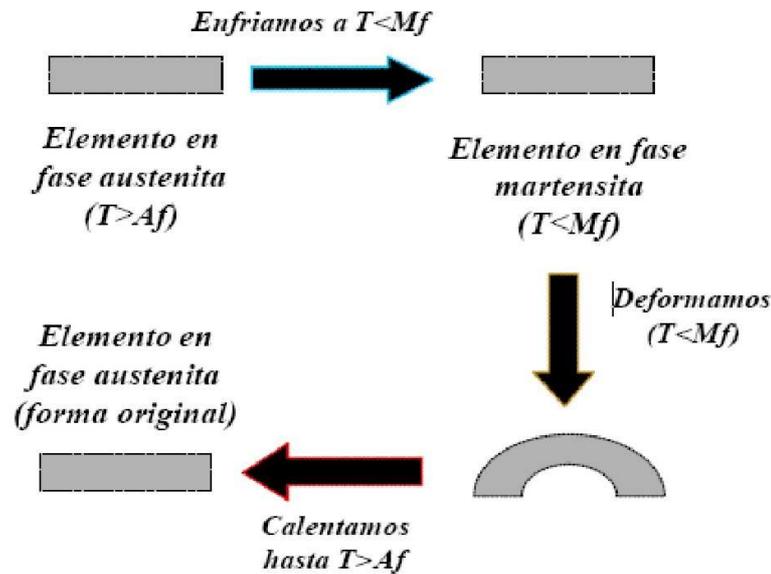


Figura 3: Ejemplo macroscópico del SME

2.2 Efecto de memoria de forma simple desde punto de vista Microscópico

La martensita es generalmente una fase menos simétrica que la austenita. A consecuencia de esto se verifica que existen muchas maneras por las cuales la martensita puede formarse a partir de la austenita, pero tan solo por un camino volverá a la fase madre. En la Figura 4 (b) proponemos un ejemplo gráfico bidimensional, donde se tiene martensita maclada, a la cual se le han aplicado dos direcciones de corte produciendo dos variantes romboédricas diferentes (Figura 4 (c)). Como no hay dos posibles variantes de austenita, ambas formas romboédricas deberán volver a la misma estructura geométrica cuadrada mostrada de la Figura 4 (a). La explicación de este fenómeno radica, nuevamente, en que existen infinitudes de variantes de martensita compatibles con una única variante de la fase matriz. Este simple concepto geométrico microscópico es la base del efecto de memoria de forma simple. Enfriando desde austenita (Figura 4 (a)), se forman las variantes de martensita autoacomodadas (Figura 4 (b)). Las fronteras de maclado migran durante la deformación dando lugar a una distribución preferente de las variantes de martensita, o en el caso extremo, como se muestra en la (Figura 47 (c)), una única variante (martensita demaclada). Sin importar la distribución de las variantes de martensita sólo se verifica una única estructura reversible y con la reconversión a austenita tras el calentamiento, el material debe volver a la forma original. El reacondicionamiento se produce a causa de los movimientos de la frontera de maclado y puede realizarse solamente a partir de una estructura martensítica menos simétrica. Cuando la austenita, de estructura más simétrica reaparece, la deformación por maclado debe desaparecer. Luego de lo explicado en los párrafos anteriores estamos en condiciones de decir que la transformación termoelástica de la martensita es la causa de la recuperación de forma y puede ser entendida como el resultado de la necesidad de la estructura cristalina en acomodarse según un estado de mínima energía para una temperatura dada.

En el NiTi, la simetría relativa entre las dos fases da lugar a una transformación altamente ordenada, donde los desplazamientos de un átomo individual puede ser claramente predichos, y eventualmente da lugar a un cambio macroscópico en la forma.

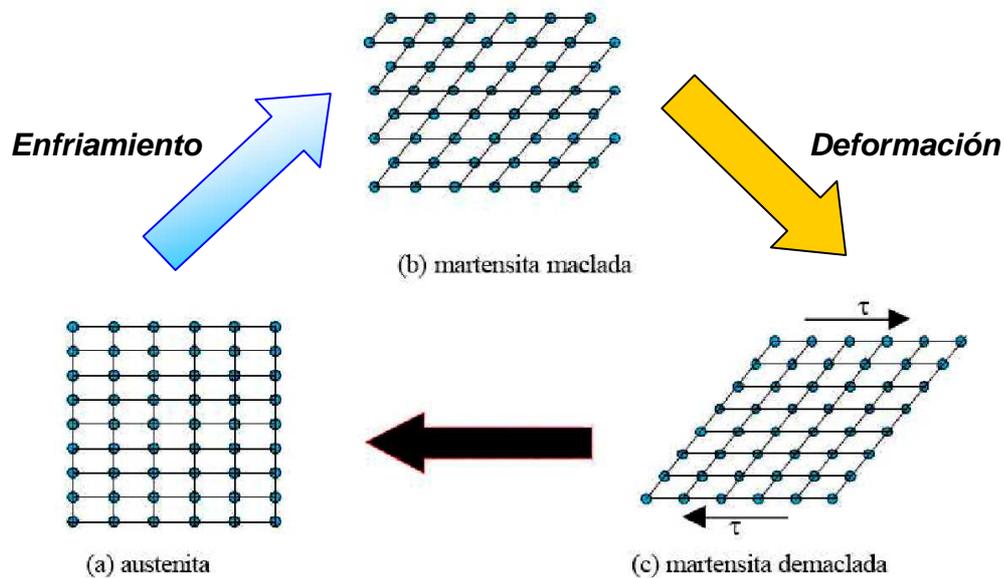


Figura 4: Descripción microscópica del proceso de memoria de forma simple

Si analizamos un cristal de la fase madre enfriándolo por debajo de M_f , se crearan generalmente 24 variantes de martensita que serán cristalográficamente compatibles con una única variante de austenita definida. Ahora bien, si calentamos el cristal de martensita por encima de A_f , las 24 posibles variantes se transformarían en la única variante de austenita previamente definida. El mecanismo por el cual cada una de las variantes de martensita se acomoda a la única variante de austenita es conocido como **twinning**, y puede ser descrito como el desplazamiento de átomos a través del plano de hábito. Mientras la mayoría de los metales se deforma por deslizamiento o dislocaciones, el NiTi responde a un esfuerzo mediante un simple cambio en la orientación de su estructura cristalina mediante el movimiento de las fronteras gemelas de maclado. Luego, la muestra de NiTi puede ser deformada elásticamente hasta que se genere una única variante en correspondencia con el máximo esfuerzo aplicado. La deformación por encima de este punto resultará en deformaciones plásticas por deslizamiento, la cual será irre recuperable y se perderá parcialmente el efecto de memoria de forma.

2.3 Efecto de memoria de forma doble desde punto de vista Microscópico

El efecto de doble memoria de forma se consigue mediante un proceso de educación o entrenamiento en el que el material no solo recuerda la forma en estado austenítico, sino también la que tiene en la fase martensítica, la cual comienza a adoptar por debajo de M_s para obtener la forma definitiva al llegar a M_f . La deformación de la muestra se consigue de manera espontánea en el enfriamiento y la recuperación de la forma inicial se realiza mediante el calentamiento.

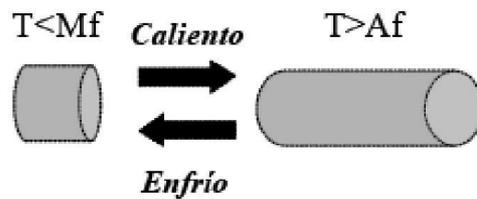


Figura 5: Ejemplo a nivel macroscópico del SME de doble camino

En la Figura 5 se muestra el efecto de memoria de forma de doble camino (TWSME, Two Way Shape Memory Effect). En este caso el elemento comprimido se extiende al ser calentado por encima de A_f , pero ahora, a diferencia del efecto de memoria simple, se contrae espontáneamente cuando se vuelve a enfriar por debajo de M_f . El elemento se extiende de nuevo cuando se calienta por encima de A_f y se contrae nuevamente cuando se enfría por debajo de M_f y así sucesivamente repitiéndose el fenómeno. Claro está, que el TWSME no es una característica intrínseca del NiTi y para producirlo es necesario someter a la muestra a un proceso de entrenamiento. Así, mediante el mismo se inducirán microtensiones en el material que tienden a perjudicar la nucleación y el crecimiento de granos de martensita, causando que algunas variantes se formen preferencialmente. Básicamente, la memoria de doble camino es una consecuencia de la generación, durante el entrenamiento, de una estructura de dislocaciones que proporciona campos tensionales locales y favorece la formación de una orientación preferente de las variantes de martensita con el objeto de conseguir un cambio de forma macroscópico. La formación de estas dislocaciones ocurre incluso cuando nos encontramos con niveles de tensión o deformación dentro de la región elástica tanto sea de la austenita como de la martensita. Es decir, son la tensión local inducida y los efectos residuales los que llevan a generar el TWSME. Sin embargo, la eficiencia de estas condiciones es baja en las primeras etapas del entrenamiento y solo mejora con el incremento del número de ciclos.

Desde el punto de vista energético y como consecuencia del entrenamiento, las variantes preferenciales generadas demandan menor energía total para retransformarse. Debe tenerse en claro que las variantes inducidas en la microestructura del material a través de entrenamiento tienen asociada una forma macroscópica que se corresponde con la geometría deseada del material en fase martensítica.

2.4 Superelasticidad

La otra cara de este fenómeno se evidenciaría si observáramos este proceso en un gráfico de tensión contra deformación como se muestra en la Figura 6. Las curvas tensión-deformación de estos materiales son muy particulares ya que muestran dos regiones de Hooke o elásticas, separadas por una “plateau”, llamado plateau súper elástico. En una primera etapa, el aumento de la tensión es lineal, típico de un material elástico. Alcanzada una tensión crítica, la deformación continúa ya sin aumento de tensión o con un aumento de tensión muy suave hasta alcanzar otra zona de crecimiento de tensión de manera lineal.

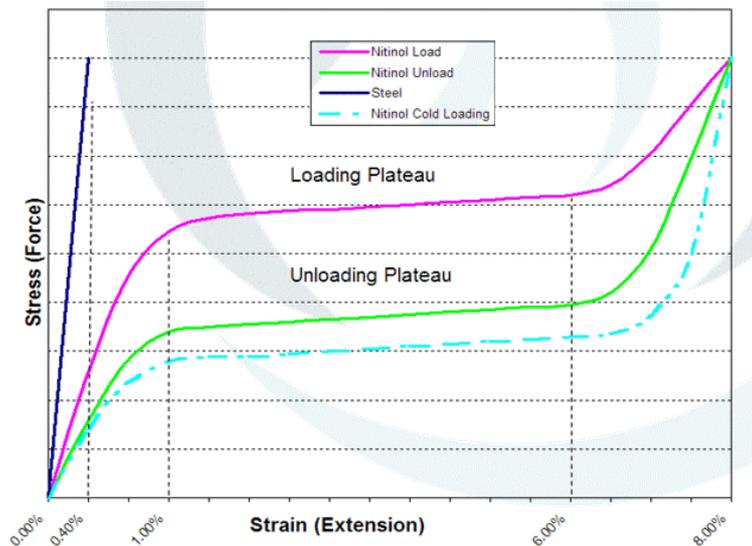


Figura 6: Superelasticidad. Curvas de carga y descarga vs. deformación

Esta propiedad conocida como súperelasticidad la exhiben las SMA cuando se encuentran a una temperatura entre A_f y M_d . Los materiales súperelásticos tienen la capacidad de recuperarse en un 100% de deformaciones en el orden de 6% y 8% con una carga dada.

Junto con los efectos asociadas a la transformación de fases, se produce un gran cambio en el módulo de rigidez. Está demostrado que la rigidez de la fase austenítica, o de alta temperatura, puede ser mayor que la de la fase martensítica, o de baja temperatura. Esta es, incluso, una característica que haría muy interesante el uso del Nitinol en determinadas aplicaciones.

Es importante observar que la histeresis descrita en la Figura 6 aumenta conforme aumenta la rapidez de enfriamiento o calentamiento del elemento. Esto debe ser tenido en cuenta en aplicación en actuadores y otras que requieran sollicitaciones mecánicas del material. Sin embargo esta variación en el valor de la histeresis es muy pequeña. En la mayoría de los casos, la menor histeresis que se puede obtener es de 22°C , y las variaciones no son de ese orden de magnitud.

2.5 Consecuencia de la repetición de ciclos de carga en las SMA.

El ciclado (aplicación de ciclos repetidos de sollicitación térmica-mecánica) afecta las propiedades de los SMA. (2).

Esto se debe a una pequeña cantidad de deformaciones residuales que permanecen en el material, incrementándose en cada ciclo, y será un efecto de suma importancia al momento de diseñar un actuador para uso continuo y/o repetido. Los efectos del ciclado producen una disminución del plateau de carga del material, disminución de las deformaciones máximas y de la histeresis y un gradual incremento de las temperaturas de transformación. En trabajos consultados, pudo verse que luego de 100.000 ciclos la aleación retiene una capacidad de deformación del 2% al 3% y un nivel de tensión del orden de los 130MPa. Justamente en este efecto de acumulación de tensiones residuales debido al ciclado, se basan los trabajos para el entrenamiento TWSME.

La Figura 7 muestra un gráfico que da cuenta de la variación de las temperaturas características conforme se va incrementando el número de ciclos de transformación en el material (4).

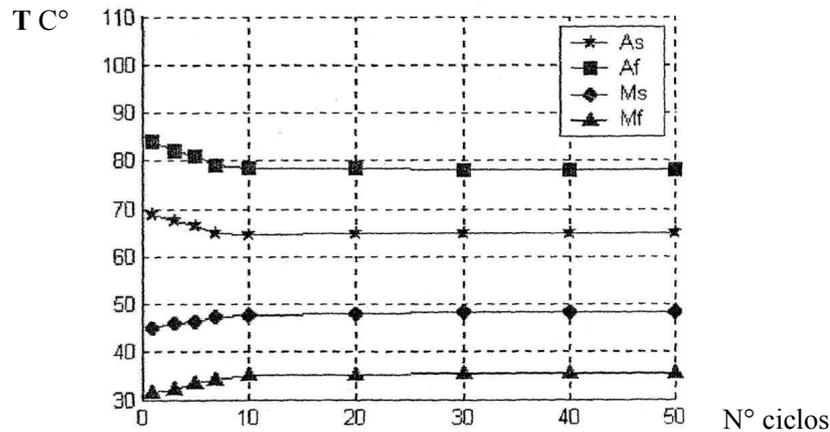


Figura 7: Efecto del ciclado en un gráfico T / Nº ciclos. Las muestras fueron tratadas térmicamente con un recocido de estabilización a 500°C, y luego sometidas a esfuerzos de flexión pura constante mientras se repetían ciclos térmicos entre cambios de fase, de manera repetida.

2.6 Consideraciones para el diseño de micro actuadores:

La idea de utilizar al Nitinol como base de micro actuadores se aprovecha de la característica memoria de forma del material y de la capacidad de provocar grandes tensiones/fuerzas con elementos de pequeñas dimensiones y muy bajo peso. En teoría, una fuerza generada por un alambre de NiTi se puede calcular a partir de la tensión máxima del material. Por otro lado, las aleaciones con memoria de forma tienen un comportamiento no lineal con una gran histéresis, como ya se ha mencionado. A la hora de diseñar un actuador, este aspecto deberá ser tenido en cuenta. Es por ello que estos elementos se prefieren sólo para el caso de dispositivos tipo “on/off”, y no proporcionales. Este tipo de respuesta se obtiene fácilmente con un calentamiento continuo para mantener la fase austenítica o un enfriamiento, también constante, para garantizar que estamos trabajando con la fase martensítica. El tamaño de la histéresis depende en gran medida de la composición de la aleación, y del tratamiento térmico (historia térmica) que se le haya dado al elemento. A semejanza de un músculo biológico, el elemento SMA de un actuador puede proveer una fuerza/deformación en una dirección únicamente. Por ejemplo, un alambre que se comprime cuando es calentado no se expande cuando se lo enfría, a menos que cuente con una fuerza externa.



Figura 8: Ejemplo de un actuador SMA para ilustrar sobre el mecanismo Bias

Ésta es una desventaja de los SMA cuando se los imagina como la parte activa de un actuador. El mecanismo se vuelve más complejo, y aumenta el peso y el tamaño del actuador. Si el elemento SMA debe retornar a su forma original cuando se enfríe, debe proveerse al actuador con un sistema de “Bias” (mecanismo de fuerza de oposición o contraria). La Figura 8 nos muestra un ejemplo elemental para el mecanismo de Bias. De cualquier manera, debido a que el efecto de la memoria de forma está basado en cambios de temperatura en las aleaciones, los actuadores deben tener un método que permita controlar la temperatura de los elementos de SMA incluidos en el actuador. Como resultado de nuestras propias experiencias, se comprobó que si bien es muy factible realizar el proceso de calentamiento del SMA activo, por lo general el inconveniente más común es lograr un enfriamiento adecuado al requerimiento, de manera de que el elemento transicione a martensita rápidamente.

3 OBJETIVOS

Este trabajo tuvo origen en la necesidad del Laboratorio de Materiales de nuestra Facultad de Cs. Exactas, de investigar las posibilidades de desarrollo de elementos SMA basados en alambres de Nitinol, para aplicaciones en micro actuadores. Trabajos anteriores han encontrado los fundamentos que permiten dar base a la idea de que, con los tratamientos térmicos adecuados, es posible obtener las modificaciones deseadas en las propiedades térmicas de estos materiales. Incluso se han investigado en nuestro ámbito métodos propios para medición de las temperaturas características de estos alambres de Nitinol, con metodologías adecuadas a este propósito.

En este trabajo se caracteriza un alambre de Ni-Ti comercial, se experimenta sobre las condiciones de tratamiento térmico para modificar las temperaturas de transformación de fase, midiendo estas temperaturas de transición con métodos contrastables, y se evalúan diferentes caminos para generarle memoria de forma de uno y dos caminos.

4 EXPERIMENTAL

Para todas las experiencias se utilizó un alambre comercial de nitinol equiatómico, comercializado en nuestro medio como alambre para ortodoncia, de 0.4 mm de diámetro. Al mismo se le midieron las temperaturas de transformación con diversos métodos y se determinaron los caminos de entrenamiento de memoria de forma de uno y dos caminos

4.1 Sobre las propiedades térmicas de las muestras:

En esta etapa se decidió emplear en la medición de las temperaturas de transformación los métodos de carga constante (en adelante C-Load), y de Af-active. Para las experiencias se utilizaron muestras del alambre de aproximadamente 90mm de longitud, para ser tratadas térmicamente de manera conjunta y analizadas consecutivamente con cada uno de los métodos para determinar las temperaturas de transición.

Los tratamientos térmicos realizados fueron definidos como:

Recocidos: exposición a temperatura constante durante un tiempo de 30 min.

Envejecidos: exposición a temperatura constante durante un tiempo de 5 min.

Se incluyen sólo dos temperaturas para los recocidos (400°C y 600°C). A estos recocidos se les efectúa o no, según el caso, un envejecido entre tres temperaturas posibles (500°C, 600°C y 700°C) durante 5 minutos. En todos los casos se utilizó una atmósfera de aire, aunque se realizaron también, experiencias en atmósfera de argón (tanto en recocidos como en envejecidos) para evaluar la posible influencia de la difusión del oxígeno en la red cristalina durante el tratamiento térmico. A este grupo de muestras se le suma la muestra de material original, denominada R00, sin tratamiento térmico alguno. La denominación del resto de las muestras se muestra en la Tabla 1:

4.1.1 Determinación de temperaturas de transición según los métodos utilizados

Método Af-active: Este método, también conocido como ensayo del baño de alcohol, es un método sencillo y de muy fácil implementación práctica. Se trata de un proceso de deformación y luego recuperación libre de la muestra de alambre SMA sobre un mandril cilíndrico a una temperatura inferior a la temperatura M_s del metal, todo esto estando sumergido en un baño de alcohol. El alcohol tiene como función el mantener la temperatura, o variarla según sea conveniente, mientras conduce de manera directa esta temperatura a la superficie de la muestra. Durante el ensayo se monitorea la variación de forma que va teniendo la muestra mientras se incrementa la temperatura del baño. Luego, es posible confeccionar una curva como la ilustrada en la Figura 9 que muestra la variación del ángulo de doblado en función de la temperatura.

<u>Atmosfera</u>	<u>Trat. Termico</u>	<u>Temperatura °C</u>	<u>Denomin.</u>
Aire	<u>Recocidos</u> (30 min)	400	R 400
		600	R 600
	<i>luego...</i> <u>Envejecidos</u> (5 min)	500	R400 - E500 R600 - E500
		600	R400 - E600 R600 - E600
		700	R400 - E700 R600 - E700
Argón	<u>Recocidos</u> (30 min)	400	AA - R 400
		600	AA - R 600
	<i>luego...</i> <u>Envejecido</u> (5 min)	600	AA - R400 - E600 AA - R600 - E600

Tabla 1: Denominación de las muestras tratadas.

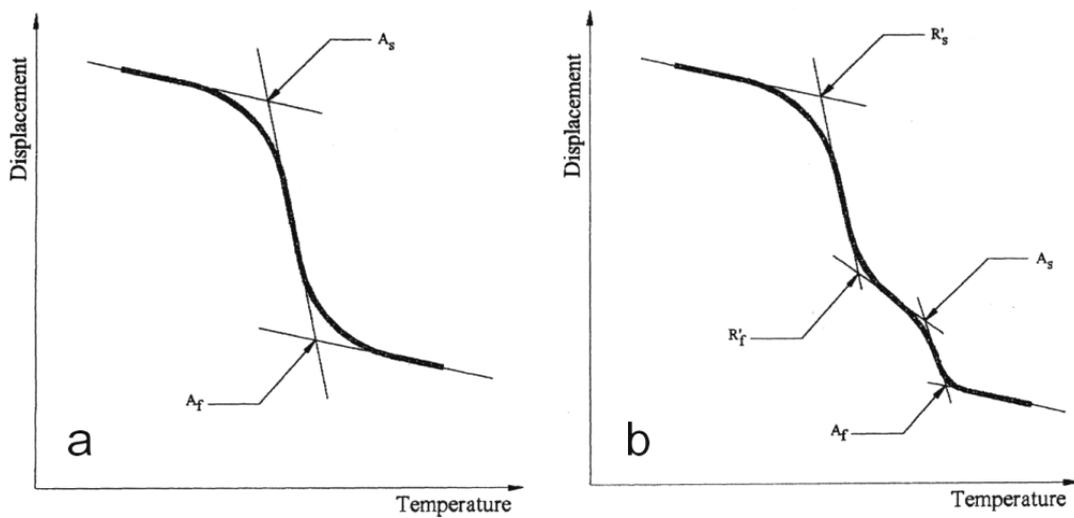


Figura 9: Curvas típicas de deformación vs. temperatura en el ensayo Af-active. a)- transformación de una sola etapa b)- transformación con fase intermedia - (referencia Norma ASTM 2082-06) -

Para eliminar valores absolutos, que serán lógicamente distintos según sean los

distintos tratamientos térmicos sufridos por cada muestra, se hace corresponder un valor de deformación porcentual máximo (100%) al mayor ángulo de doblado conseguido a baja temperatura. Así el valor de deformación 0% será el correspondiente al ángulo 0°, del alambre completamente restablecido (rectilíneo). Al no haber tensiones mecánicas *externas* que soliciten a la muestra durante la medición, es de esperarse que el ensayo no produzca mayores efectos de ciclado que modifiquen las mediciones posteriores, por lo cual fue el primero de los métodos utilizados para medir las temperaturas de transición en este trabajo. Del análisis de la curva resultante, se pueden obtener las temperaturas de inicio y fin de la transformación austenítica (A_s y A_f correspondientemente), según se indica en la norma ASTM F-2082-06.

La Figura 10 es un esquema que muestra el instrumental propuesto por la norma ASTM. El instrumental que finalmente se utilizó en nuestros ensayos cumple también con los requerimientos de la misma Norma, y está más acorde al nivel de practicidad que se pretendía en esta medición.

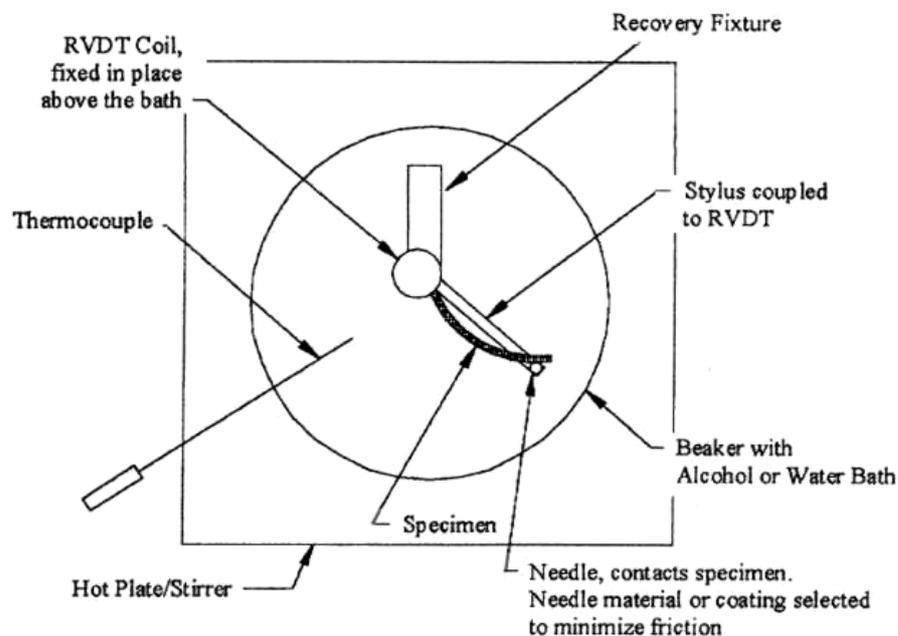


Figura 10: Esquema del instrumental sugerido por la Norma ASTM F-2082-06

Método C-Load: El método consiste en la aplicación de una carga constante al material SMA de manera de ocasionarle una deformación a causa de esa sollicitación, que puede ser axial, de flexión, etc. Luego se hace un barrido de temperaturas enfriando y calentando al material y se monitorea la variación de esa deformación mientras la aleación atraviesa sus temperaturas de transformación de fase. Como tiene lugar la fuerza externa constante aplicada a la muestra durante el enfriamiento, es posible la recuperación de la geometría deformada original. En este sentido es similar al concepto utilizado en el método A_f -active, pero aquí se involucran ambas transformaciones. Como puede verse en las curvas ejemplo de la Figura 11, con este método es posible encontrar los valores de A_s y A_f de la transformación austenítica, y también los valores de M_s y M_f de la transformación martensítica.

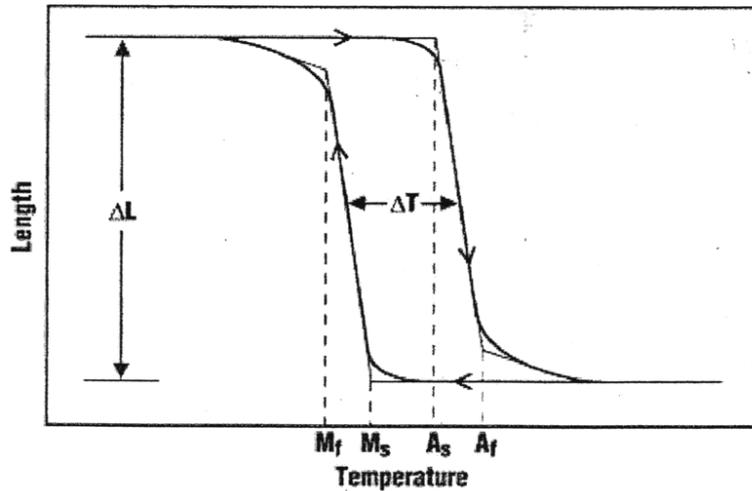


Figura 11: Curvas típicas de deformación vs. temperatura en el ensayo Constant Load

4.1.2 Resultados obtenidos con estos métodos

Es de hacer notar que se debe tener en cuenta que los resultados obtenidos por cada método, son dependientes de las particularidades del método en cuestión (5). El método Af-active mide las temperaturas de transición al someter a la muestra a variación del estado térmico sin solicitarla mecánicamente. El método C-Load, por el contrario, solicita a la muestra mecánica y térmicamente, y es por ello que no puede hacerse una comparación directa de resultados. Justamente es por ese motivo que se realizó una extrapolación de los resultados del método C-Load a carga cero para la muestra R00.

Figura 12: este gráfico muestra la variación de las características Af y As para las muestras R00 y las recocidas en Argón a 400 y 600 °C, Es interesante destacar la similitud de la variación de los datos, independientemente del método empleado.

Figuras 13 y 14: en cada grafico se muestra la variación de una de las temperaturas características (As o Af según el caso), para evidenciar el efecto de envejecido posterior.

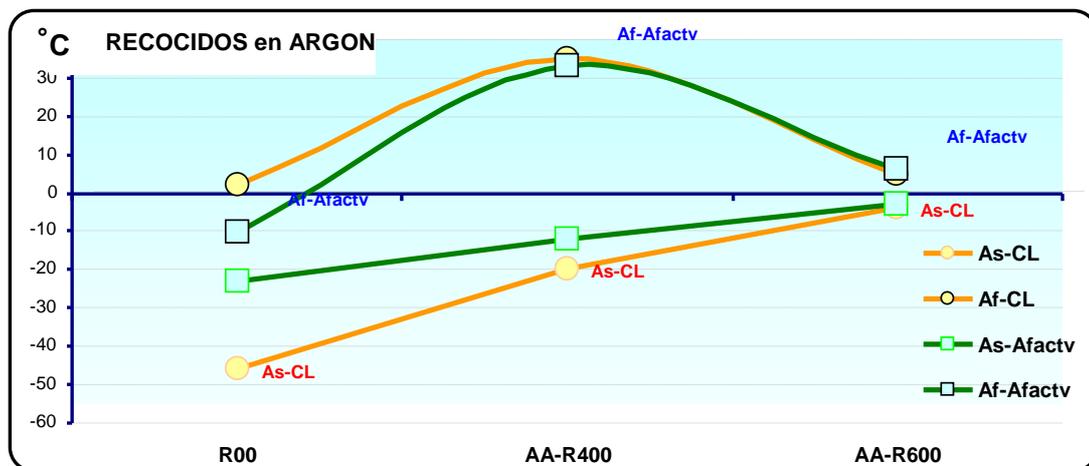


Figura 12: Características (As y Af) en atmósfera Argón, y según C-Load y Af-active

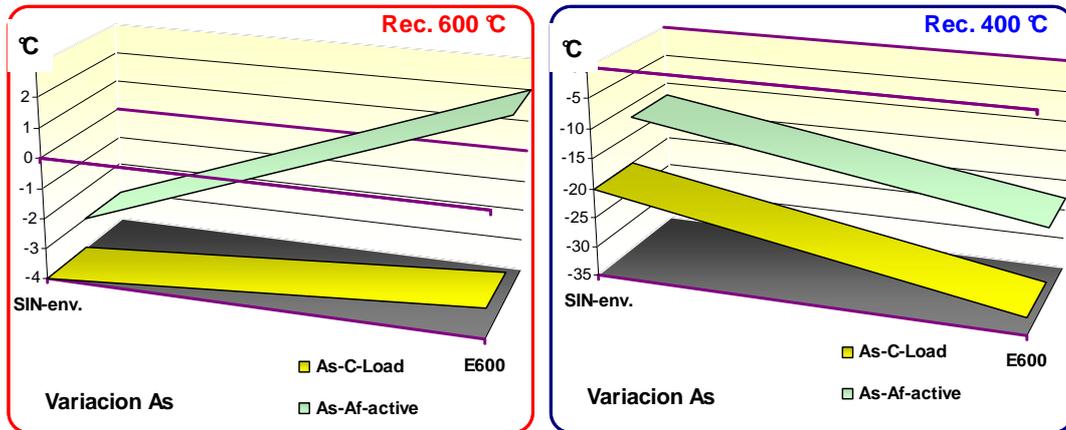


Figura 13: Variación de As en atmósfera Argón según C-Load y Af-active para cada temp. de envejecido

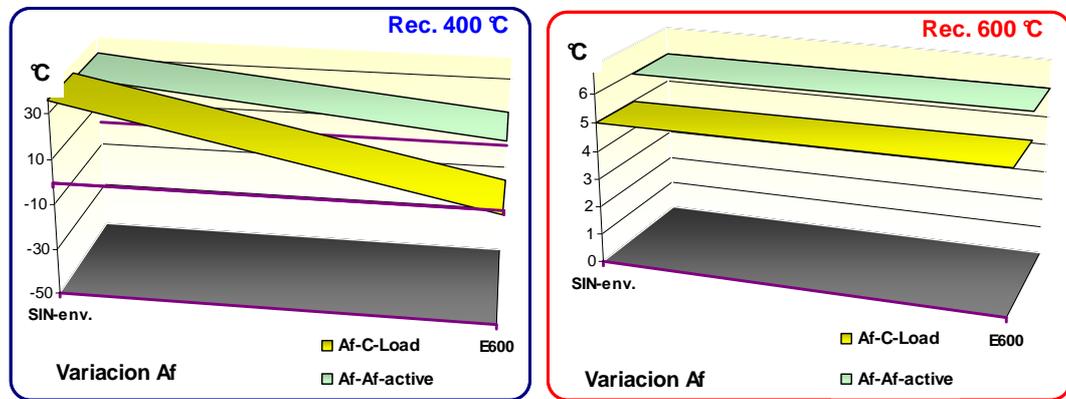


Figura 14: Variación de Af en atmosfera Argón según C-Load y Af-active para cada temp. de envejecido

Es de destacar, que en el espécimen AA-R400E600 (con envejecido a 600°C) hay un notable cambio en el proceso de transformación austenítica, y ambos métodos de medición detectan que el envejecido acelera la estabilidad de la austenita respecto del espécimen AA-R400 (recocido sin envejecido posterior), que aún presentaba martensita hasta temperaturas cercanas a los 35°C. Es muy oportuno destacar que este efecto, producto del envejecido a 600°C, también se verá presente aún en las muestras R400 que han sido tratadas en atmósfera aire.

Figura 15: se muestra la variación de las temperaturas As y Af, tratadas en aire y medidas con los distintos métodos. Es interesante destacar la similitud en la variación de los datos observables con cada método, a excepción de una leve diferencia en la muestra R00.

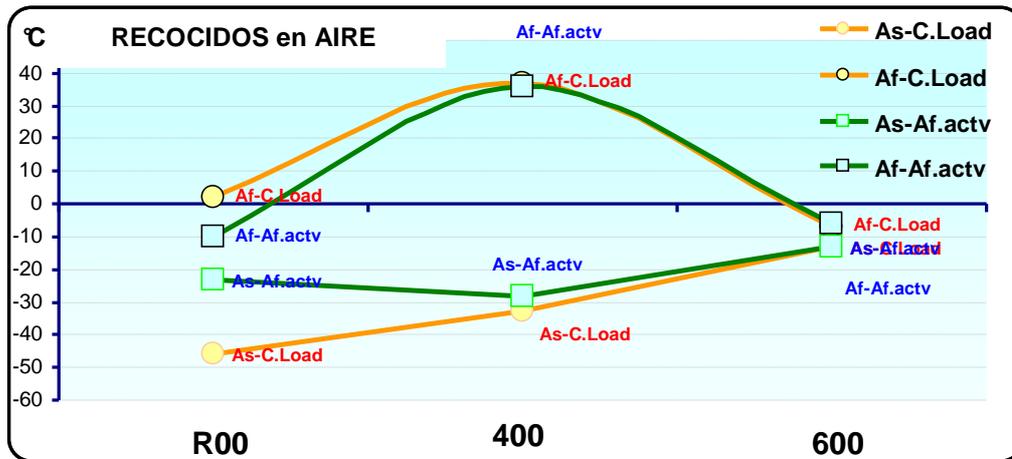


Figura 15: Características (As y Af) en atmosfera Aire, y según C-Load y Af-active

Figuras 16 y 17: variación de una de las temperaturas características (As o Af según el caso), para evidenciar el efecto de envejecido posterior. Es de destacar, en la muestra R400, que en todos los casos de envejecido posterior hay un notable cambio en el proceso de transformación austenítica, y ambos métodos de medición detectan que el envejecido acelera la estabilidad de la austenita respecto del espécimen R400 (recocido sin envejecido posterior). También se observa una variación de resultados entre ambos métodos para el caso particular del envejecido a 500°C. Puede decirse que a la luz de estas curvas obtenidas, que el particular caso de la muestra R400 que tiene la mas alta temperatura Af por nosotros observada, desaparece con envejecidos posteriores, y tampoco se presenta (ni siquiera de manera similar) en ninguna otra temperatura de recocido.

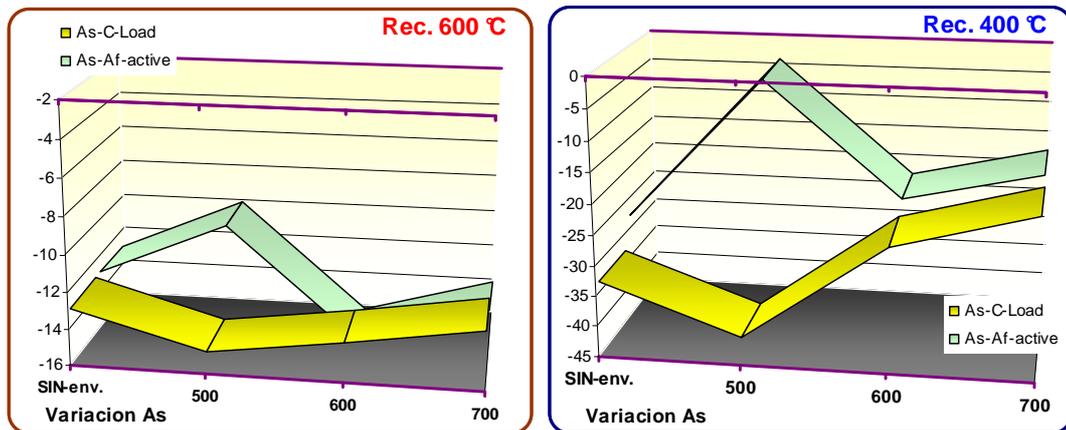


Figura 16: Variacion de As en atmosfera Aire según C-Load y Af-active para cada temp. de envejecido

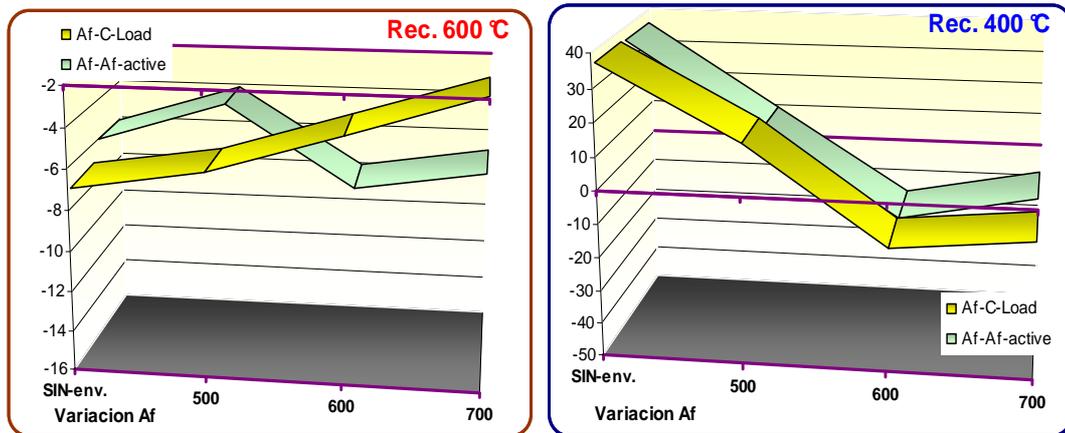


Figura 17: Variación de Af en atmosfera Aire según C-Load y Af-active para cada temp. de envejecido

La Tabla 2, muestra las temperaturas de transformación de fase obtenidas con cada método para la misma muestra R400. Se incluyeron en ella los datos que también han servido para graficar las curvas mostradas anteriormente.

	As	Af	Ms	Mf
C-Load	-33	37	35	8
Af-active	-28	36	- no -	- no -

Tabla 2: Comparación de los resultados obtenidos para las temp. características según cada método

Lamentablemente, por la propia naturaleza del método Af-active, no es posible obtener con él valores de Ms y Mf. Sin embargo, es factible observar una similitud en los resultados obtenidos con Af-active y C-Load para las temperaturas As y Af (curvas en Figura 15) lo que refuerza la idea de que el método C-Load es aceptable para encontrar temperaturas de transición de fase en nuestro laboratorio, y más aun si el objetivo es medir materiales SMA que, a lo largo de su vida útil estarán sometidos a sollicitaciones mecánicas, como es el caso de micro actuadores (6).

4.2 Sobre los procesos de entrenamiento del SME y TWSME:

Existen varios procedimientos para conseguir la educación de las muestras, los cuales se pueden dividir en *procesos de educación o entrenamientos sin o con difusión atómica* (7). Dentro de los procesos de educación sin difusión atómica tenemos: el entrenamiento mediante sobredeformación martensítica, el entrenamiento mediante la aplicación de ciclado térmico en martensita deformada y forzada, el entrenamiento bajo tensión constante, el entrenamiento mediante la transformación inducida por esfuerzo y finalmente, el entrenamiento mediante la inducción de martensita en forma simultanea por tensión y por temperatura. Por otra parte, dentro de los procesos de educación con difusión atómica tenemos un tipo muy importante, los cuales se basan en la formación de

precipitados de compuestos intermetálicos inducidos por tratamientos térmicos y/o aplicación de esfuerzo externo.

Debe tenerse presente que los distintos métodos de entrenamiento presentan un problema común y tiene que ver con la determinación de la eficiencia individual del mismo. En este aspecto, los estudios son muy escasos y todavía no se han establecido figuras de merito adecuadas. Por otra parte, los procesos de educación o entrenamiento modifican notablemente las propiedades térmicas del material, lo que añade nuevas variables a la hora de estudiar su eficiencia.

A continuación realizamos una breve descripción de los métodos nombrados anteriormente.

4.2.1 Procesos de educación sin difusión atómica.

Entrenamiento mediante sobredeformación martensítica.

Este proceso consiste en repetir sucesivamente ciclos en el que se deforma el material en estado martensítico y posteriormente se induce la transformación inversa calentando el material por encima de Af. La rutina específica a seguir será: enfriamiento del material por debajo de Mf, posteriormente aplicación de una deformación severa (manteniendo las condiciones planteadas) excediendo el límite de completa recuperación y finalmente calentamiento del mismo por encima de Af. Al volver a calentar hasta la fase austenítica, la aleación no recuperará completamente la forma original, debido a la excesiva deformación aplicada, lo que generará una deformación permanente acumulada. La repetición de este procedimiento introduce en la fase matriz defectos que activan la nucleación de las variantes adecuadas para que en la fase martensítica se obtenga la forma inducida en un principio. Estos defectos acabarán promoviendo dichas variantes de manera espontánea, haciendo que el material adopte por si solo la forma de baja temperatura.

En la Figura 18 y en color rojo (8), se representa en un diagrama tridimensional tensión-temperatura-deformación la rutina de entrenamiento planteada.

Entrenamiento mediante la aplicación de ciclado térmico en martensita deformada y forzada.

En este caso la rutina a seguir será: enfriamiento de la muestra por debajo de Mf, luego se aplica una deformación para obtener martensita inducida por tensión, posteriormente se ancla la muestra en esa posición deformada y, por último, se la somete a un calentamiento por encima de Af. Este proceso consigue introducir defectos que favorecen la nucleación de las variantes inducidas en mayor medida en el ciclado superelástico, en detrimento de variantes alternativas, también cristalográficamente compatibles con la orientación del cristal de austenita. El hecho de que una variante se forme en la martensita de manera preferencial respecto al resto, provoca la deformación macroscópica del material. En la Figura 18, en color violeta, se ejemplifica la rutina de entrenamiento descripta.

Entrenamiento bajo tensión constante.

En este caso, la rutina a realizar consiste en: tensionar en material en forma constante en la fase austenítica con el objeto de obtener una cierta cantidad de martensita inducida por tensión. Luego, manteniendo la tensión, el entrenamiento consiste en enfriar la muestra por debajo de M_f y seguidamente calentarla por encima de A_f , así repetir este procedimiento un determinado número de ciclos. Tal cual sucede en los casos anteriores la generación y ordenación de defectos con la repetición de los ciclos, especialmente dislocaciones, ayudan a la nucleación de variantes favorables al esfuerzo externo aplicado. La eficacia del entrenamiento será tanto mas rápida cuanto mayor sea el esfuerzo aplicado. Nuevamente, en la Figura 18, en color verde, se muestra la rutina mencionada.

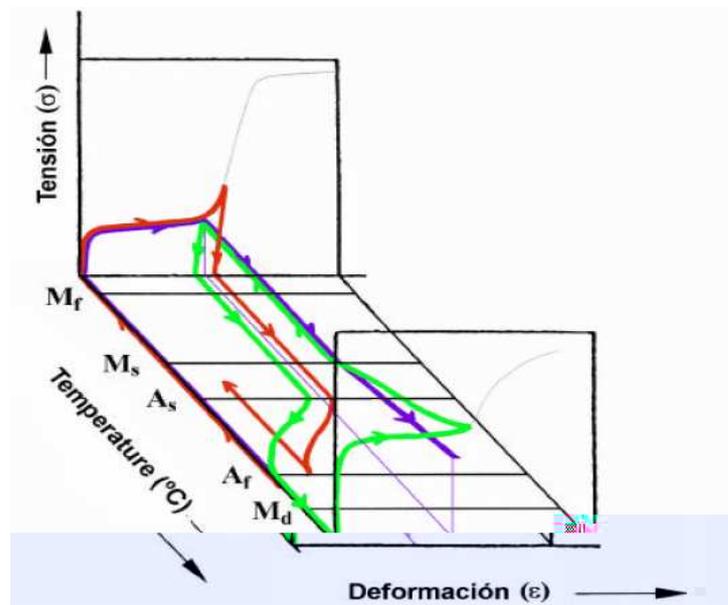


Figura 18: Diferentes métodos de entrenamiento.

Entrenamiento mediante transformación inducida por esfuerzo.

Rutina: partiendo de la fase madre o austenítica, con temperaturas superiores a A_f , se ejerce una tensión sobre el material provocando la aparición de martensita inducida por tensión en la fase matriz; al descargar la tensión, desaparece la martensita inducida por tensión, obteniéndose la fase madre; esta carga y descarga se realiza varias veces. Luego, al enfriar el material se obtendrá martensita orientada, de la misma forma que la martensita inducida por tensión.

Entrenamiento mediante la inducción de martensita en forma simultánea por tensión y por temperatura.

Rutina: partiendo de la fase madre ($T > A_f$), se aplica una tensión al material obteniéndose martensita inducida en la matriz de fase austenítica. Luego, enfriando y aplicando tensión

a la vez, se obtiene una estructura totalmente martensítica (martensita inducida por tensión y por temperatura). Posteriormente, sin tensión, se calienta a una temperatura superior a A_f , obteniéndose la fase madre que, nuevamente tensionada, estabiliza la martensita en el seno de dicha fase. Finalmente, al enfriar y seguir aplicando tensión se vuelve a estabilizar una estructura totalmente martensítica de manera orientada. Repitiendo sucesivamente estos ciclos, el material se adiestra con el efecto de doble memoria de forma.

4.2.2 Procesos de educación con difusión atómica.

El material inicialmente en estado austenítico se deforma induciendo martensita solamente por esfuerzo en una fracción de la muestra. Esta martensita es posteriormente estabilizada por envejecimiento a alta temperatura (temperaturas menores que A_s). Al enfriar el material se produce el crecimiento de las placas estabilizadas de martensita de manera preferencial, lo que produce una deformación espontánea del material. La deformación conseguida es recuperada al calentar el mismo. En realidad la martensita estabilizada (previamente inducida por esfuerzo) esta presente a lo largo de todo el proceso ya que los ciclos que se realizan son parciales (la martensita estabilizada no llega a retransformarse completamente durante el proceso), y por ende, es la que sirve de guía para el crecimiento de la martensita inducida por temperatura.

Otra forma de inducir el TWSME mediante el mecanismo de difusión atómica es por medio de la producción de precipitados mediante algún tratamiento térmico con la aplicación de esfuerzo externo. Algunos precipitados forman campos de esfuerzos que se acomodan a los esfuerzos externos. Una vez inducidos los mismos, los campos de esfuerzos asociados a ellos pueden ser suficientes para inducir unas variantes preferenciales en lugar de otras. Un caso particular de este fenómeno es el llamado *All Round Shape Memory Effect*.

All Round Shape Memory Effect.

Este efecto se puede considerar como un caso particular de inducción del efecto doble memoria de forma por mecanismos que involucran difusión atómica.

Tomaremos como ejemplo, para evidenciar el fenómeno, una placa alargada y curvada de la aleación binaria Ti-52at%Ni (ver Figura 19). Dicha placa es sometida a un envejecimiento, dando lugar a la creación de precipitados. En principio, la formación de precipitados de Ti_3Ni_4 se observa en forma uniforme en toda la placa, tal como muestra la 50, aunque sus orientaciones son distintas en función a la zona a la cual se refiera. En la zona traccionada (zona exterior de la placa curvada), los precipitados se alinean según la dirección de la tensión de tracción aplicada, mientras que, en la zona comprimida (zona interior de la placa), los mismos se ubican perpendicularmente a la tensión de compresión existente. Cuando se induce la transformación martensítica se produce un cambio espontáneo de la curvatura de la placa, pasando de una forma cóncava a una forma convexa (ver Figura 19). La recuperación de la forma inicial (cóncava), requiere de la ocurrencia de la transformación inversa, que se logra mediante un simple calentamiento.

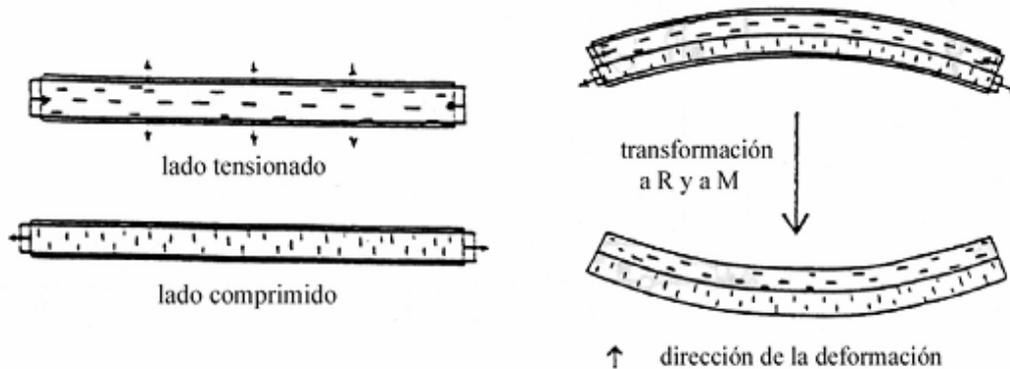


Figura 19: Representación del efecto All Round Shape Memory Effect.

La explicación a este curioso fenómeno no resulta sencilla, sin embargo, entendemos que los precipitados existentes generan campos tensionales consecuencia de las deformaciones que sufre la red en su intento de mantener la coherencia en presencia de los mismos. Estos campos de tensión influyen definitivamente sobre las variantes surgidas en la transformación directa y como consecuencia de ello el material cambia su forma. Para el caso propuesto como ejemplo (placa de Ti-52at%Ni) la transformación martensítica implica un cambio de curvatura.

Efecto goma.

Bajo ciertas condiciones, la deformación al aplicar un esfuerzo externo al material en la fase martensítica puede ser de carácter reversible, de manera que al relajar el esfuerzo aplicado se recupera la deformación. Este efecto es similar a la superelasticidad, pero solo se produce en presencia de una sola fase, la martensítica, sin verificarse ningún tipo de transformación. Dicho fenómeno se conoce como *efecto goma*.

Es importante aclarar que, para que se manifieste correctamente este efecto, se necesita someter al material a algún proceso previo que haga que la energía libre de las nuevas variantes, después de aplicado el esfuerzo, sea mayor que en la configuración inicial, así se logra un movimiento reversible de las interfases entre las mismas. Este proceso previo generalmente es un envejecimiento, el cual logra estabilizar cierta configuración de las variantes de martensita.

Alta capacidad de amortiguamiento.

El efecto *memoria de forma* así como el fenómeno de *superelasticidad* residen en la reversibilidad de la transformación martensítica y su naturaleza termoelástica. El hecho de que exista una histéresis, denota la presencia de un mecanismo de disipación de energía.

Asociado a dicha disipación de energía hay, en general, una alta capacidad de amortiguamiento en martensitas no férricas, fenómeno que se hace particularmente importante en aleaciones con memoria de forma. Esta capacidad de amortiguamiento es alta en la fase martensítica, particularmente en la región de temperatura M_s . La conclusión de que la energía es absorbida reside en esta transición, que es así mismo

evidente. La capacidad de amortiguamiento a la temperatura de transformación se supone que se origina desde la transformación martensítica y depende en gran medida del producto transformado por unidad de tiempo.

4.2.3. Método de Entrenamiento Utilizado.

Según se desarrolló anteriormente, existen numerosos métodos para generar la doble memoria de forma. El objetivo de este trabajo, como ya se ha planteado con anterioridad, es cuantificar y cualificar esta propiedad. Por ello, se realizó un análisis comparativo de los distintos procesos de entrenamiento analizados, en donde se tuvieron en cuenta las siguientes premisas:

- Requerimientos de recursos técnicos impuestos por el método.
- Simplicidad y practicidad del método.
- Tiempos de ejecución.
- Calidad de los resultados según la teoría.

Entrenamiento mediante sobredeformación Martensítica

Las variables que intervienen en este método de entrenamiento a flexión son: la temperatura de tratamiento térmico (recocido) y los porcentajes de deformación. Lo que se realizó fue un barrido de ensayos con distintas combinaciones deformación-temperatura con el objetivo de maximizar el efecto de doble memoria de forma.

Las muestras ensayadas fueron recocidas según las temperaturas mencionadas y las deformaciones aplicadas fueron de 5, 8, 10, 15 y 20%.

A continuación exponemos la metodología empleada para la realización del entrenamiento:

1. Fijación de la muestra al dispositivo de flexión.
2. Preparación de los baños de agua caliente y hielo seco con alcohol etílico, de manera tal de asegurar la completa transformación de fases.
3. Disposición de la cámara fotográfica sobre el banco.
4. Sumersión de la muestra en el baño de baja temperatura (hielo seco con alcohol etílico) logrando la transformación directa.
5. Flexionar la muestra alrededor del cilindro central con un ángulo de 360 °.
6. Llevar la muestra a la cuba de alta temperatura logrando la transformación inversa.
7. Registrar mediante la cámara fotográfica la memoria de un camino.
8. Colocar nuevamente la muestra en la cuba de baja temperatura logrando la transformación directa.
9. Registrar mediante la cámara fotográfica la memoria de doble camino.
10. Repetir idénticamente el proceso a partir del ítem N° 5 la cantidad de ciclos que sea necesario.

Una vez finalizado el entrenamiento, se procede a trasladar las fotos registradas a una PC y posteriormente mediante el programa de diseño asistido “AutoCad” se procesan los datos hallados. A partir de estos se consiguen los valores correspondientes en términos angulares, los cuales manifiestan claramente el progreso paulatino de la memoria de uno y dos caminos.

A partir de estos datos se confecciona un planilla en Excel donde, mediante herramientas graficas, se puede apreciar el progreso del efecto de doble memoria de forma.

En cada ciclo, y debido al comportamiento elástico de la martensita, el material alcanza un ángulo θ' tras eliminar la deformación. Tras calentar por encima de A_f , el hilo alcanza un ángulo θ_p . Este ángulo está relacionado con la deformación permanente, y sería despreciable si se produjera una completa recuperación. A partir de estos dos ángulos podemos definir $\theta_{th} = \theta' - \theta_p$ para indicar la

recuperación asociada con la memoria de forma de un camino. Por último, tras enfriar la muestra en un baño de alcohol etílico con hielo seco o bien en un baño de aire líquido, se alcanza una posición θ'' , a partir de la cual podemos calcular el ángulo relacionado con la cantidad de memoria de forma de doble camino a través de la expresión $\theta_{tw} = \theta'' - \theta_p$.

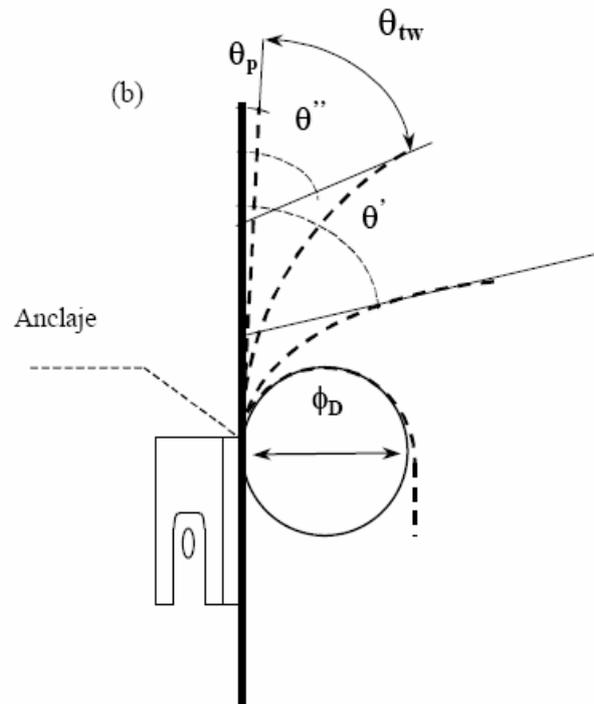


Figura 20: Parámetros característicos de los entrenamientos a flexión.

4.3. Resultados y Discusión.

Memoria de forma simple.

Luego de los sucesivos recocidos efectuados, se verificó que el material toma la forma dada previa al ensayo, manteniéndose esta en fase austenítica a temperatura ambiente. Es decir, el material original en fase austenítica es deformado aproximadamente un 10% con la forma final deseada, luego del recocido, recuerda dicha forma previamente dada debido a la recristalización que este sufre. En consecuencia, se obtiene la memoria de forma de un camino, la cual se manifestará siempre cuando el material sea calentado por encima de A_f . La simplicidad de la generación de esta propiedad, le da al NiTi grandes aplicaciones y es la base para comenzar la búsqueda de la memoria de doble camino.

Entrenamiento de doble memoria de forma por sobredeformación martensítica.

Como ya se planteó, se realizaron diversos recocidos a los fines de generar la propiedad de doble memoria de forma del material.

A modo de ejemplo, en las Figuras 21 y 22 se muestra la evolución de la doble memoria de forma en muestras recocidas a 450° y 500° C y entrenadas con un 10% de deformación.

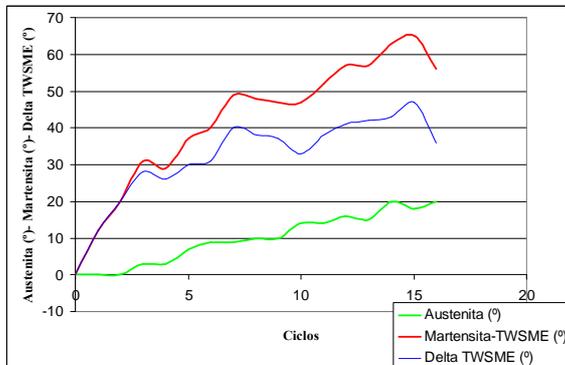


Figura 21: Memoria de forma de uno y dos caminos para una muestra recocida a 450° C y entrenada con un 10% de deformación

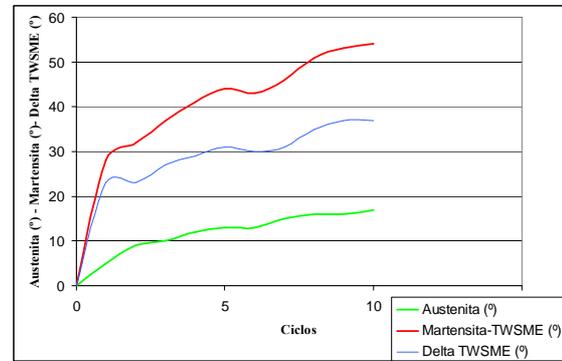


Figura 22: Memoria de forma de uno y dos caminos para una muestra recocida a 500° C y entrenada con un 10% de deformación

Como se puede apreciar en las distintas curvas presentadas anteriormente, la tendencia del material a adquirir la memoria de forma de doble camino va aumentando conforme lo hace el número de ciclos. Se observa, en todos los casos, la curva *Delta TWSME – Ciclos*, la cual caracteriza dicha propiedad y muestra claramente que la misma crece de manera escalonada no uniforme con los ciclos.

El estudio de la memoria de forma simple no presenta mayores dificultades. En este caso la fase en cuestión es la austenítica, que una vez deformada, tiende a mantener el efecto en valores prácticamente constantes, existiendo un leve crecimiento de los mismos a lo largo del entrenamiento.

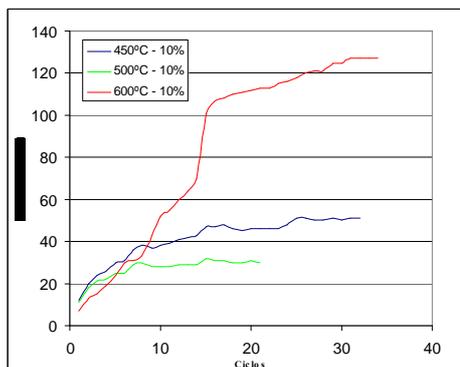


Figura 23: Comparación de TWSME para muestras recocidas a distintas temperaturas y entrenadas con 10% de deformación

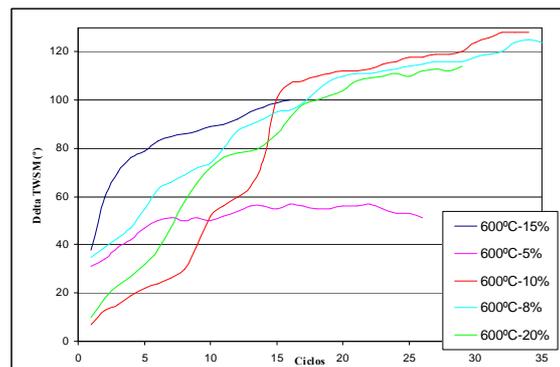


Figura 24: Comparación de TWSME para muestras recocidas a 600° C y entrenadas con distintos grados de deformación

En la Figura 23 se evalúa la doble memoria de forma (*Delta TWSME*) que presentan las muestras recocidas a distintas temperatura, entrenadas con una misma deformación (10%) y en la Figura 24 se enfrentan todas las muestras recocidas a 600° C pero entrenadas con distintos grados de deformación.

Se observa, que la muestra recocida a 600° C presenta un efecto de doble memoria de forma muy superior respecto a sus pares recocidas a 450° C y 500° C respectivamente. Se observa en la Figura 24 que el efecto de doble memoria de forma es similar para todas las muestras con distintos grados de deformación, excepto para aquella deformada solo un 5% donde el efecto es notoriamente inferior respecto al resto.

Sin duda los mejores resultados, respecto a la doble memoria de forma, fueron obtenidos para muestras recocidas a 600° C con porcentajes de deformación de 8%, 10% y 20%.

5. Conclusiones

Este trabajo permitió cumplir con los principales objetivos planteados en el inicio. Actualmente se conoce y manejan los tratamientos térmicos de solución y envejecido para conseguir modificar las temperaturas de transición de fase del nitinol (aleación Ni-Ti) comercial laminado en frío.

El Laboratorio de Materiales (**LabMat**) del Departamento de Materiales y Tecnología de la FCEFYN – UNC dispone de dos equipos que permiten determinar dichas temperaturas de transición mediante diferentes métodos. Los métodos desarrollados son aptos para el estudio de actuadores utilizando alambres de dicho material.

El trabajo permite ver tres caminos a seguir en un siguiente Proyecto:

- Analizar la variación de las temperaturas de transición (As, Af, Ms y Mf) en todo el rango de temperaturas de tratamientos térmicos de solución y envejecido.
- Utilizar toda la experiencia adquirida con el uso de los alambres de nitinol para adentrarse en problemáticas mecánicas complejas como ser el diseño y construcción de un dispositivo actuador para su uso en mandos de control de aviones UAV.

6. Referencias

1. U.S. Naval Ordnance Laboratory (NOL)
2. Marek Novotny, *Shape Memory Alloys*, pp. 6
3. S. Lafontaine and Prof. I. Hunter, *Nickel-Titanium shape memory alloy actuators for home actuation*, pp. 8
4. E. Abbel y H. Luo: *Issues concerning the measurement of transformation temperatures of NiTi alloys*. 2004
5. E. Gianello; Trabajo Final “*Acerca de las temperaturas de transición de SMA para micro-actuadores*”, U.N.C., 2009 – Director: Dr.Carlos Oldani
6. C. Oldani, E. Gianello, “*About the transition temperaturas measurment in nitinol*”, 1° Taller de Organos Artificiales, Biomateriales e Ingeniería de Tejidos, BROOMAT 2009, Rosario, Argentina, Agosto 2009
7. V. Bossio, L. Tombessi; Trabajo Final “*Entrenamiento de alambres de Nitinol para la obtención de doble memoria de forma*”, U.N.C., 2008 – Director: Dr.Carlos Oldani
8. R. Lahoz ; J.A. Puertolas; *Entrenamiento y memoria de forma de doble camino en aleaciones de NiTi*. Pp 191. Gandia 2002.