

41126
10a.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS PROFESIONALES
"ARAGÓN"

CONTRIBUCIÓN AL ESTUDIO POR MEDIO DE
TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN ATMÓSFERA
CONTROLADA, EN LA ALEACIÓN DE MEMORIA DE
FORMA DEL TIPO Cu-Al-Be FABRICADA POR
SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECÁNICO ELÉCTRICO
P R E S E N T A N:
JOSÉ DE JESÚS BARRAGÁN GARCÍA
HUGO MONROY VÁZQUEZ

ASESOR: M en I. GABRIEL ÁNGEL LARA RODRÍGUEZ

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

MÉXICO

2003

A



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Dedicatoria

*A mis padres
Por su cariño y apoyo en todo momento.*

*A mi familia
Que en las buenas y las malas están involucradas en mi vida.*

Jesus

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Dedicatoria

*A mis padres
Que siempre han estado para mí.*

*A mi familia
Que a veces son insoportables, pero los quiero.*

*A mi tercia de demonios.
Nunca crezcan.*

Hugo

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Agradecimientos

*A nuestra Alma Mater la UNAM
en especial al Campus Aragón.*

*A Gabriel Ángel Lara Rodríguez por su
gran apoyo, en la dirección y realización
de este trabajo de tesis.*

*Al Centro Tecnológico Aragón que a través
del Dr. Javier Jiménez García nos dio su apoyo
durante la realización de nuestro Servicio Social
el cual fue el inicio de este trabajo de tesis.*

*Al Instituto de Investigaciones en Materiales.
En particular al Dr. Raul Escamilla Guerrero por
facilitarnos el uso del equipo para las pruebas de
Resistividad Eléctrica, trascendentes para los resultados
del presente trabajo.*

*Al Complejo Industrial de Chihuahua del Centro de
Investigaciones de Materiales Avanzados, en específico
al Dr. Horacio Flores Zúñiga por su ayuda en la realización
de los estudio de composición química, para el mejor
sustento de nuestros resultados.*

*A todos y cada uno de nuestros amigos del
Campus Aragón en especial a todos los de IME,
por todas sus críticas y comentarios.*

TESIS CON
FALLA DE URGEN

*Apela a la grande y pequeña luz de los cielos;
puedes sembrar las estrellas a manos llenas;
así que amontona decoraciones sobre decoraciones
en este pequeño edificio, sin cesar hasta tener el círculo
completo de la creación; y en tu raudo y preciso vuelo, vete
desde el cielo por el mundo al infierno.*

J. W. Goethe, Fausto.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



INDICE.

INDICE.....	1
INTRODUCCIÓN.	4
OBJETIVOS.	6
CAPITULO I. "ASPECTOS TEÓRICOS"	7
1.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.	8
1.1.1 TEMPLE.....	8
1.1.2 REVENIDO.....	9
1.1.3 RECOCIDO.....	9
1.1.4 NITRURACIÓN.....	10
1.1.5 CARBURACIÓN.....	10
1.2 HORNO DE INDUCCIÓN.....	10
1.3 ATMÓSFERAS CONTROLADAS.....	13
1.3.1 ATMÓSFERAS INERTES.....	14
1.3.2 ATMÓSFERAS PARA CAMBIAR LA COMPOSICIÓN DE LOS METALES.....	15
1.4 SISTEMAS DE VACÍO.....	15
1.4.1 FUNCIONAMIENTO DE LOS SISTEMAS DE VACÍO.....	16
1.4.2 SISTEMAS DE BOMBEO.....	19
1.4.2.1 BOMBAS MECÁNICAS.....	19
1.4.2.2 BOMBAS DE DIFUSIÓN.....	21
1.4.2.3 BOMBA DIFUSORA DE VAPOR DE ACEITE.....	22
1.4.2.4 MEDIDORES DE VACÍO.....	23
1.4.2.5 SELLOS DE VACÍO.....	24
1.5 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.....	25
1.5.1 MÉTODOS DE SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA "MS".....	25
1.5.1.1 VUELO LIBRE (FFSM).....	25
1.5.1.2 ENFRIAMIENTO POR BLOQUE "CHILL BLOCK" (CBMS).....	26
1.5.2 REFINAMIENTO DE GRANO.....	27
1.5.3 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA EN ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA BASE COBRE.....	29
1.6 ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA.....	30
1.7 TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA.....	31
1.7.1 DEFINICIÓN.....	31
1.8.1 EFECTO DE MEMORIA DE FORMA SIMPLE.....	41
1.8.2 DOBLE EFECTO DE MEMORIA DE FORMA.....	43



INDICE.

1.7.4	TERMODINÁMICA DE LA TRANSFORMACIÓN.....	37
1.8	EFFECTO DE MEMORIA DE FORMA.	40
1.8.1	EFFECTO DE MEMORIA DE FORMA SIMPLE.....	41
1.8.2	DOBLE EFFECTO DE MEMORIA DE FORMA.....	43
1.8.3	EFFECTO SUPERELÁSTICO.	45
1.9	ALEACIÓN Cu-Al-Be.....	47
1.9.1	CLASIFICACIÓN DE LAS ALEACIONES DE MEMORIA DE FORMA BASE COBRE.	47
1.9.2	SISTEMA TERNARIO CU-AL-BE.....	49
1.9.3	FASES DE EQUILIBRIO.....	51
1.9.4	FASES MARTENSITICAS.	54
1.9.5	LAS MARTENSITAS β' , β_1	56
1.9.6	TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA ALEACIONES BASE COBRE.	57
1.9.7	DIAGRAMA TIEMPO-TEMPERATURA-TRANSFORMACIÓN (TTT).	60
1.9.8	HISTÉRESIS.	61
CAPITULO II. "TÉCNICAS EXPERIMENTALES"		64
2.1	TRATAMIENTOS TÉRMICOS.	65
2.2	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	65
2.3	RESISTIVIDAD ELECTRICA DE CUATRO PUNTAS.	67
2.4	ANÁLISIS QUÍMICO.	68
CAPITULO III. "DESARROLLO EXPERIMENTAL"		71
3.1	PARÁMETROS DE LAS MUESTRAS FABRICADAS POR SOLIDIFICACIÓN RAPIDA.....	72
3.2	CLASIFICACIÓN DE MUESTRAS.....	73
3.3	TRATAMIENTOS TÉRMICOS.	73
3.4	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	74
3.5	RESISTIVIDAD ELECTRICA DE CUATRO PUNTAS.	75
3.6	ANÁLISIS QUÍMICO.	77
CAPITULO IV. "RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN"		78
4.1	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	79
4.2	TRATAMIENTOS TÉRMICOS	79
4.2.1	MUESTRAS TRATADAS EN ATMÓSFERA.....	79
4.2.2	MUESTRAS TRATADAS EN VACÍO.....	81
4.2.3	MUESTRAS TRATADAS EN NITRÓGENO.....	85
4.3	RESISTIVIDAD ELÉCTRICA DE CUATRO PUNTAS.	89
4.4	ANÁLISIS QUÍMICO.	97



INDICE.

DISCUSIÓN. 99

CONCLUSIONES. 103

PERSPECTIVAS. 105

BIBLIOGRAFÍA. 106

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



INTRODUCCIÓN.

Las aleaciones con memoria de forma son metales relativamente nuevos y considerados como materiales inteligentes, siendo la de Ni-Ti la más comercial para aplicaciones en áreas de medicina, odontología, electrónica, robótica, ingeniería, entre otras, ya que presentan excelentes propiedades de memoria de forma, pero son de un valor económicamente alto, es por esto que se hacen estudios con otro tipo de aleaciones; como por ejemplo: Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Sn y Cu-Al-Be, que presenten este tipo de características y que no tengan un valor tan elevado.

En la presente investigación se pretende hacer una contribución a estudios realizados sobre aleaciones con memoria de forma del tipo Cu-Al-Be, fabricada por solidificación rápida. Nuestros estudios consisten en realizar tratamientos térmicos a este tipo de aleación, en vacío y atmósfera de nitrógeno, siendo la causa la perspectiva de un trabajo de tesis anterior en donde no se pudo realizar este tipo de experimentación por no contar con un equipo que contara con estas características.

Este trabajo de tesis fue dividido en cuatro capítulos:

El primer capítulo "ASPECTOS TEÓRICOS", se proporciona toda la información y conceptos teóricos; sobre tratamientos térmicos en vacío y atmósferas controladas así como información de aleaciones con memoria de forma, previos para comprender el contenido de la investigación.

En el segundo capítulo "TÉCNICAS EXPERIMENTALES", se describe brevemente el principio de todas las técnicas utilizadas durante la investigación, incluyendo esquemas de los equipos para comprender mejor la obtención de los resultados.

Capítulo tres "DESARROLLO EXPERIMENTAL", en este capítulo se mencionan los parámetros de las muestras utilizadas en la experimentación y una clasificación de acuerdo a las condiciones de fabricación. Además de una breve descripción y preparación de las muestras para la experimentación bajo las técnicas descritas en el capítulo dos.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



INTRODUCCIÓN.

El capítulo cuatro "RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN", se muestran todos los resultados obtenidos durante la experimentación, proporcionando micrografías, gráficas y tablas.

En la parte final de este trabajo se hace una discusión de los resultados obtenidos y las conclusiones a las que se llegaron.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



OBJETIVOS.

OBJETIVOS.

1. Comprobar el buen funcionamiento del horno de vacío, después de haberle dado mantenimiento correctivo y preventivo.
2. Realizar tratamientos térmicos en vacío y atmósfera de nitrógeno a la aleación con memoria de forma Cu-Al-Be, para las muestras CF40 y CF50 fabricadas por solidificación rápida [1].
3. Comparar la aparición de la fase martensítica durante los diferentes tiempos de tratamiento térmico en atmósfera ambiente, vacío y atmósfera de nitrógeno en las muestras con memoria de forma Cu-Al-Be CF40 y CF50.
4. Estudiar algunos cambios en las temperaturas de transformación de las muestras con memoria de forma Cu-Al-Be CF50 después de los tratamientos térmicos en vacío y atmósfera de nitrógeno, por medio de la técnica de resistividad eléctrica.
5. Comprobar si hay pérdidas de aluminio en la muestra con memoria de forma Cu-Al-Be CF50 tratada térmicamente en vacío y atmósfera de nitrógeno, por medio de la técnica de absorción atómica.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



CAPÍTULO I ASPECTOS TEÓRICOS

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.

Un tratamiento térmico es: "Una combinación de operaciones de calentamiento y enfriamiento, de tiempos determinados y aplicadas a un metal o aleación en estado sólido en una forma tal que producirá propiedades deseadas"^A. Los procesos más comunes para tratamiento térmico son:

- ✓ Endurecimiento.
- ✓ Temple.
- ✓ Revenido o relevado de esfuerzos.
- ✓ Recocido.
- ✓ Nitruración.
- ✓ Carburación.

1.1.1 ENDURECIMIENTO Y TEMPLADO.

Muchos metales, en especial el acero, se pueden someter a tratamiento térmico para mejorar su dureza y resistencia. En su forma más sencilla, se calienta el objeto que se va a endurecer hasta una temperatura especificada y después se deja enfriar o se le da un templado por inmersión. Aunque este proceso parece ser sencillo, se vuelve de creciente complejidad porque hay factores como la temperatura máxima, rapidez de enfriamiento, medio para enfriamiento, como temperatura para enfriamiento por inmersión, agitación del medio enfriador y la geometría de la pieza que contribuyen al resultado final.

El templado es un proceso de tratamiento térmico que se aplica después de endurecer los aceros para reducirles la dureza y la fragilidad, o sea aumentarles la ductilidad. El proceso de endurecimiento produce poca variación en la dureza final y esto, a menudo, da por resultado propiedades mecánicas inaceptables. El templado permite obtener diversos valores más bajos de dureza. En algunos casos, el templado puede mejorar la ductilidad sin alterar la dureza.

^A Definición dada en el Metals Handbook.



ASPECTOS TEÓRICOS.

Para el templado, se calienta la pieza de trabajo a una temperatura más baja que la del recocido y se enfría por inmersión u otra forma. El efecto de un tiempo más largo es similar al uso de una temperatura más alta y en gran parte, se puede intercambiar para obtener propiedades mecánicas específicas.

1.1.2 REVENIDO.

Este tratamiento disminuye la dureza y aumenta la tenacidad del metal conseguidas después del tratamiento térmico, con una serie de calentamientos y enfriamientos lentos para aliviar las tensiones conseguidas durante el tratamiento.

El revenido disminuye la resistencia a la tracción, la estricción y la resiliencia, este comportamiento es debido a la variación de la microestructura.

1.1.3 RECOCIDO.

El recocido es un proceso de tratamiento térmico que le da mas ductilidad y suavidad a ciertos metales y aleaciones. El recocido minimiza los defectos internos en la estructura atómica del material y elimina posibles tensiones internas provocadas en las etapas anteriores de su conformado.

En el recocido, se calienta el material a una temperatura alta, manteniéndolo durante cierto tiempo con un posterior enfriado. El calentamiento inicial no puede ser muy rápido porque ocurriría deformación por las dilataciones disperejas. Es importante el tiempo durante el cual se mantenga el material a la temperatura seleccionada; debe ser lo bastante grande como para permitir la recristalización necesaria y para que disuelva ciertos elementos y componentes. Pero, cuando se mantiene el material a la temperatura de recocido, también se promueve el crecimiento en el tamaño de grano, lo cual suele ser perjudicial para un trabajo posterior en frío, junto con una disminución de las propiedades mecánicas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.1.4 NITRURACIÓN.

En el proceso metalúrgico llamado nitruración, que sirve para endurecer la superficie de los aceros, se calienta el acero en presencia de amoníaco. El acero ha de ser una aleación que contenga un elemento, normalmente aluminio, que forme un nitruro. El acero tratado de este modo posee una mayor resistencia al desgaste y a la formación de grietas. La nitruración se logra a temperaturas de alrededor de lo 600° C y tiempos muy largos de 36 horas en adelante.

1.1.5 CARBURACIÓN.

El acero puede carburizarse rodeándolo de brasas de carbón vegetal, del que absorbe el carbono. Para ello se emplean hornos con una temperatura de 800 a 900 °C, donde el acero permanece durante periodos que van desde varias horas hasta algunos días. A continuación el acero se sumerge con rapidez en agua fría. En otro proceso, las piezas se cementan calentándolas al rojo vivo rodeadas de cianuro de potasio pulverizado, que se descompone y libera carbono. Éste suele disolverse en el acero hasta una profundidad de entre 0,3 y 3 milímetros, según la duración del tratamiento [2].

1.2 HORNOS DE INDUCCIÓN.

En los hornos de inducción el calentamiento se da por el cambio de la corriente eléctrica que circula por un alambre en donde se produce un cambio en las condiciones magnéticas que rodean el alambre. El cambio de magnetismo puede ser usado para producir una corriente eléctrica en un objeto colocado adecuadamente y que se calienta por dicha corriente. El equipo usual para el calentamiento por inducción consiste en una bobina de hilo conductor por el que circula corriente alterna. La bobina conductora rodea el objeto que se quiere calentar, que debe tener una sección circular o rectangular. La distribución de la temperatura en el cuerpo calentado es profundamente afectada por la frecuencia de las alternancias (ciclos por segundo).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

Con frecuencias elevadas casi todo el calor se genera en la superficie de la pieza. La cantidad disminuye rápidamente hacia el centro. Si la frecuencia es baja, la generación de calor es también mayor en la superficie y disminuye exponencialmente hacia el centro, pero más gradualmente que con altas frecuencias (el calor penetra más profundamente).

La alta frecuencia se emplea para el calentamiento superficial de barras de acero de cualquier sección.

En la figura 1.1 se ilustra un método de aislamiento. Un refractario como la sillimanita se apisona o se prensa desde el interior contra la bobina. El refractario se introduce entre las vueltas de la bobina y las mantiene separadas. El aislamiento debe ser suficiente grueso para reducir las pérdidas de calor [3].

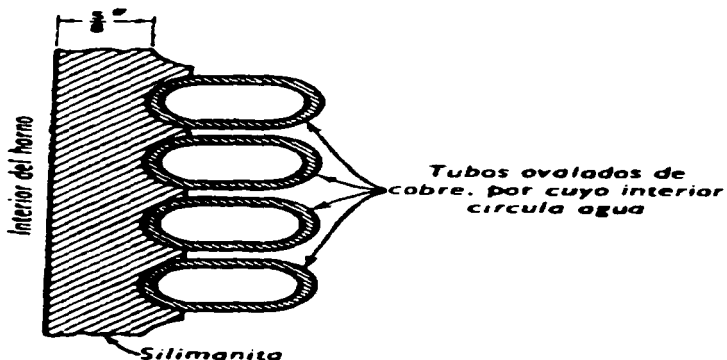


Figura: 1.1. Revestimiento refractario de la bobina de inducción [3].

Un refractario grueso reduce el factor de potencia y el rendimiento. El aislamiento tiene normalmente un espesor de 12.7 mm



ASPECTOS TEÓRICOS.

Los tipos de hornos de inducción son:

- ✓ Hornos de baja frecuencia de núcleo magnético y cuba única o doble. Los últimos se utilizan, sobre todo, para las aleaciones ligeras (figura 1.2.):

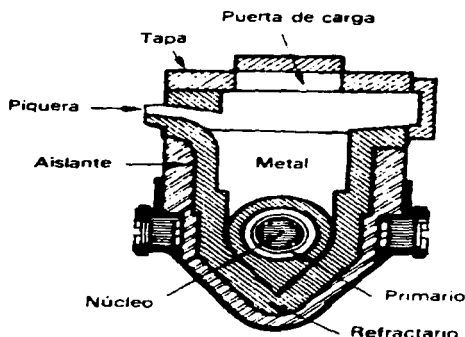


Figura 1.2. Horno de inducción de baja frecuencia [4].

- ✓ Hornos de alta frecuencia sin núcleo magnético (figura 1.3.):

Alimentados por un alternador.

La alimentación se realiza por medio de un oscilador de lámpara. Los hornos de alta frecuencia funcionan sin circuito magnético, la carga está en el interior de la bobina por donde pasa la corriente de alta frecuencia, y, por tanto, las variaciones de flujo son débiles, pero como la frecuencia es muy elevada, las fuerzas electromotrices inducidas, y, como consecuencia, los potenciales, son equivalentes a los del tipo de baja frecuencia.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

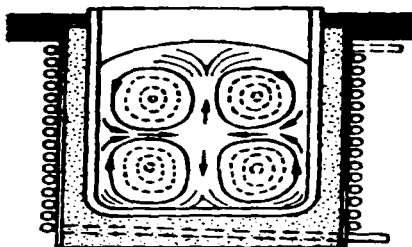


Figura 1.3. Horno de inducción de alta frecuencia [4].

Para la fusión de aleaciones base cobre y aluminio se emplean principalmente los hornos de inducción, los cuales ofrecen ciertas ventajas:

El calor se produce en el mismo seno de la masa que se calienta, y como se refrigera con agua, se pierde por radiación muy poco calor.

Las intensidades de las corrientes creadas por inducción pueden ser elevadas porque no salen de la masa metálica; así, de esta manera se puede obtener la mejor utilización de la energía eléctrica aplicada a problemas térmicos, disminuyendo, de modo uniforme, en la masa que se ha de calentar.

El metal fundido en un horno de inducción está sometido a una intensa agitación de origen electromagnético, lo cual hace que se consiga, en el mismo tiempo, un producto homogéneo cuando a la carga fundida se le adicionan elementos de aleación. [4, 5].

1.3 ATMOSFERAS CONTROLADAS.

La causa principal por la cual se utilizan atmósferas controladas es con el fin de regular la composición del metal que esta siendo calentado o fundido. Estas atmósferas se dividen en dos categorías:

1. Atmósferas en las cuales no se desea cambiar la composición del metal.



ASPECTOS TEÓRICOS.

2. Atmosferas en las que tienen por objetivo cambiar la composición del metal.

La razón por la cual se manejan este tipo de atmosferas, es por que cuando se trabaja con metales a temperaturas moderadas o elevadas, el aire empieza a reaccionar con el metal produciendo una oxidación en la superficie.

Por ello, se prefiere usar una protección de una atmosfera de gas inerte o neutra que no reaccione con el metal en el que se esta trabajando. Otra forma de proteger el metal es con un sistema de vacío, que retire la mayor cantidad de aire posible que se encuentra en la cámara del horno.

1.3.1 ATMÓSFERAS INERTES.

Los gases más comerciales y utilizados para este fin son el hidrógeno, nitrógeno, argón y helio. De los cuales los dos últimos son inertes a todos los metales, el hidrógeno y nitrógeno no reaccionan con muchos metales, por lo que son utilizados además de ser mucho más económicos.

El hidrógeno es inerte solamente con metales que estén perfectamente limpios y que no formen hidruros, como el hierro, cobre, molibdeno, wolframio, níquel y cobalto. Para este tipo de aplicaciones es recomendable usar hidrógeno bajo en oxígeno y en vapor de agua, todo esto para evitar la oxidación del metal.

El hidrógeno puro se utiliza para recocer aceros inoxidables que contienen silicio y sirve además para reducir a los óxidos, pero no siempre está exento de vapor de agua, que a temperaturas bajas actúa como oxidante y descarburiza al acero para formar CO_2 .

El nitrógeno tiene aplicaciones limitadas como una atmosfera para metales que no formen nitruros o disuelvan nitrógeno. Una atmosfera de nitrógeno es adecuada para el tratamiento térmico del cobre y sus aleaciones y también puede utilizarse en aceros y ciertas aleaciones de hierro.

El nitrógeno puede reaccionar lentamente con algunos metales como el hierro, tantalio, niobio, titanio, zirconio, vanadio, calcio, aluminio, cromo, litio, torio y uranio.



ASPECTOS TEÓRICOS.

El argón y helio son gases inertes 100%, el helio es más ligero que el argón por esto se recomienda almacenarlo en un sistema perfectamente hermético para evitar las fugas, además de ser más caro que el argón. El helio tiene diez veces más la conductividad térmica del argón, esto es una ventaja ya que este gas puede transmitir la temperatura más fácilmente a los lugares de menor temperatura del horno, evitando así los posibles gradientes de temperatura. Estos tipos de gases son perfectos para ventilar y enfriar rápidamente un horno de vacío a altas temperaturas y que podría reaccionar con algún otro tipo ventilación [6].

1.3.2 ATMÓSFERAS PARA CAMBIAR LA COMPOSICIÓN DE LOS METALES.

Estas atmósferas tienen la función de adicionar un elemento a la superficie del metal que se este tratando térmicamente o fundiendo, como por ejemplo en la carburización o en la nitruración.

En la carburización se añade carbono a la superficie del metal, generalmente, hierro por medio de una atmósfera gaseosa que contiene hidrocarburos como el metano.

La nitruración en metales se efectúa mediante una reacción directa con nitrógeno gaseoso purificado a temperaturas altas del metal y por tiempos muy largos dentro del horno.

Tanto en la nitruración como en la carburización las adiciones hechas forman un recubrimiento superficial que en la mayoría de los casos difunde hacia el interior de la muestra durante un tratamiento térmico posterior. [7].

1.4 SISTEMAS DE VACÍO.

Un sistema de vacío es aquel en el cual no se tiene una atmósfera o cualquier otro gas dentro de un espacio, esto tiene grandes ventajas en el tratamiento de metales ya que se puede prevenir posibles reacciones con la atmósfera como por ejemplo una oxidación que pueda modificar las propiedades de la muestra o material a estudiar.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

Otra ventaja es que en las operaciones a altas temperaturas, como por ejemplo la fusión a más de 1000°C , la única pérdida de calor apreciable es por radiación, eliminando las pérdidas por conducción y convección. Esto significa que se obtendrá una eficiencia térmica mucho mayor y que para un mismo gasto de potencia, se pueden alcanzar temperaturas mucho más elevadas [7].

1.4.1 FUNCIONAMIENTO DE LOS SISTEMAS DE VACÍO.

Un sistema práctico de vacío suele componerse de tres partes: la cámara de trabajo, las bombas de vacío y los equipos accesorios como el control eléctrico o las tuberías. Un sistema de vacío sencillo se muestra en la figura 1.4.

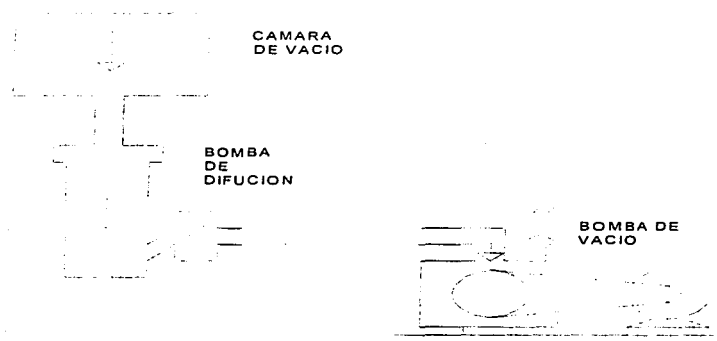


Figura 1.4. Sistema de vacío simple.

La cámara de trabajo es un recipiente hermético. En el sistema de la figura 1.4, la presión de la cámara de trabajo se reduce desde la presión atmosférica hasta unos 750 militorr con una bomba mecánica. Después, se reduce aún más con una bomba de difusión. Los accesorios incluyen manómetros de vacío, sistemas eléctricos de control y tubos.



ASPECTOS TEÓRICOS.

Se pueden lograr presiones de tan sólo 750×10^{-10} Torr. Para medir presiones tan bajas son necesarias técnicas especiales, que serán descritas más adelante (Capítulo. 1.4.2.4).

Para que el equipo funcione adecuadamente, la cámara de trabajo, debe estar unida de forma hermética al extremo de la bomba con su manómetro de vacío.

Cuando se cierran las válvulas de alto vacío se abre la válvula y arranca la bomba mecánica y posteriormente la de difusión. Cuando comienza a funcionar la bomba de difusión, se aísla del resto del sistema cerrando la válvula de presión inicial. A continuación se vacía la cámara de trabajo, sólo mediante la bomba mecánica. La presión en la cámara de trabajo se reduce hasta aproximadamente 750 torr. A continuación, la cámara se comunica con la bomba de difusión cerrando la válvula. En ese momento, la cámara de trabajo está lista para ser sometida al alto vacío. Para operaciones sencillas se emplea frecuentemente como cámara de trabajo una campana de vidrio protegida por un armazón metálico o una campana de acero. La cámara está dotada de conexiones para accesorios como visores, dispositivos para realizar movimientos mecánicos en el vacío o terminales eléctricas.

Las bombas mecánicas actuales son de tipo rotativas selladas por aceite (figura 1.5). En la bomba rotativa, un cilindro excéntrico gira dentro de una carcasa cilíndrica hueca. Una paleta de movimiento alternativo montada en la carcasa y en contacto continuo con el rotor actúa como sello entre la entrada y la salida. Todo el interior está lleno de un aceite de sellado con baja presión de vapor.

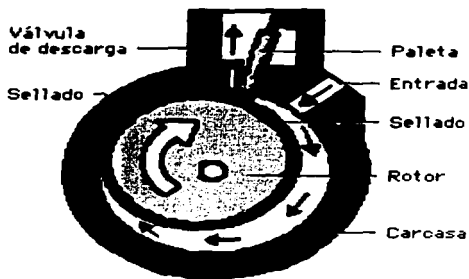


Figura 1.5. Esta bomba rotativa sellada por aceite se emplea para extraer el aire de un cámara de vacío. El aire penetra por la entrada, y un cilindro excéntrico llamado rotor expulsa el gas por la válvula de descarga. La paleta divide el espacio entre la entrada y la salida y reduce el volumen al girar el rotor para comprimir el aire antes de expulsarlo [8].

La bomba de difusión funciona empleando el vapor de un líquido de muy baja presión de vapor, por ejemplo mercurio o fluidos orgánicos especialmente seleccionados, como aceites. El vapor se recicla condensándolo y volviendo a evaporar. Algunos otros tipos de bombas de vacío son los siguientes: las bombas iónicas (empleadas cuando son esenciales condiciones secas libres de vapor), que funcionan ionizando las moléculas de gas y atrapándolas en placas colectoras eléctricamente cargadas; las bombas químico-iónicas, que se basan en la reacción con el gas de los vapores de un metal como el titanio y su posterior condensación en las paredes de la carcasa de la bomba; las bombas de adsorción, que extraen los gases adsorbiéndolos mediante zeolita artificial, en el 'colador molecular'. El bombeo criogénico se logra condensando gases en superficies mantenidas a temperaturas extremadamente bajas.



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.4.2 SISTEMAS DE BOMBEO.

En un sistema de alto vacío para trabajar a presiones de 0.010 militorr o menores es necesario contar con una bomba mecánica y una difusora. La bomba mecánica se requiere para desalojar el aire de todo el sistema de vacío hasta alcanzar el intervalo en el cual pueda trabajar la bomba de difusión que en el caso de las de aceite, es de 0.01 militorr.

1.4.2.1 BOMBAS MECÁNICAS.

Una bomba mecánica cuenta con una leva excéntrica que comprime y expulsa el aire hacia el exterior en donde el volumen de aire expulsado tiene la forma de media luna en cada revolución del rotor.

En la figura 1.6 se ilustra un ejemplo de una bomba mecánica de dos etapas, en donde el aire es desplazado a través de la entrada I hacia la cámara en forma de media luna A, mientras en el otro lado del excéntrico R, el gas en B se extrae a través de la válvula D hacia la cámara C, de donde sale a la atmósfera por la válvula F. Sin embargo, cuando la presión en la cámara de succión C desciende muy por debajo de la presión atmosférica, el aire es succionado hacia la segunda etapa A', que trabaja excéntricamente de la misma manera. La bomba de la segunda etapa desplaza el aire de la cámara C actuando como una bomba delantera de la etapa principal, ya que la presión diferencial entre A y B es reducida por la acción de la segunda etapa. Esto a su vez, significa una tendencia menor para que cualquier cantidad de aire escape a través del sello de aceite en G, separando la primera etapa en dos secciones una de baja y otra de alta. Las aspas V y V' evitan que el aire comprimido recorra todo un camino alrededor del levador, ya que el aire es forzado a salir por las puertas de salida [7].

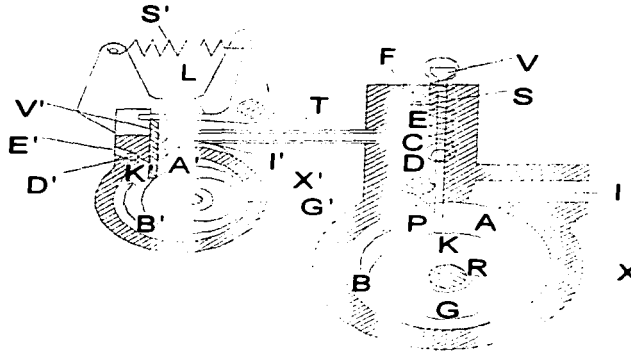


Figura 1.6. Esquema del principio de trabajo de las bombas mecánicas, I, I' entrada; E, E', escape; D, D', válvula de escape; C, inter etapa; F, válvula de escape de la inter etapa; V, V', aspa; S, S', resorte del aspa; L, nivelador del aspa; R, R', rotor; X, X', estator; A, A', entrada de la cámara; B, B', cámara de escape; P, lumbreira de escape; K, K', línea de contacto del aspa con el rotor; G, G', línea de contacto del rotor con el estator; T, tubo de conexión entre cámaras [8].

Además de desplazar el aire hacia fuera del sistema hasta que el nivel de presión en que comienza a trabajar la bomba de difusión, la bomba mecánica mantiene también la operación de la bomba de difusión conservando la presión en la sección de salida de la bomba de difusión por debajo de la presión crítica requerida para la operación. El tamaño de bomba mecánica debe cumplir dos condiciones:

1. Debe ser lo suficientemente grande para desplazar hacia el exterior el aire removido de todo el sistema con cierta rapidez para mantener la presión de arranque requerida en la bomba de difusión.
2. Tener bastante capacidad para evacuar la cámara desde la presión atmosférica hasta el nivel bajo requerido en un tiempo razonablemente largo, quizás 5 a 10 minutos.



ASPECTOS TEÓRICOS.

La eficiencia de las bombas mecánicas depende en mucho del acoplamiento de las diferentes partes, y en especial requiere un acoplamiento muy estrecho entre el impulsor y el recipiente que rodea a éste. Estas bombas requieren de un aceite lubricante que además sirve como sello. El aceite de una bomba después de un uso prolongado, se contamina, ya que disuelve aire y agua; ésta puede causar problemas, lo que requiere que se deseche el aceite viejo, o bien que se trate de alguna forma, para eliminar impurezas.

Para muchos sistemas de bombeo, en especial aquellos en que se emplean bombas de difusión con tolerancias de presión de arranque razonablemente altas, es apenas necesario el uso de bombas mecánicas de dos etapas. No existe la necesidad de utilizar una bomba mecánica en que se garantice un vacío máximo de 0.1 militorr, si se tiene una bomba de difusión con una presión adecuada de arranque de 75 militorr, para trabajar satisfactoriamente [7].

1.4.2.2 BOMBAS DE DIFUSIÓN.

Las primeras bombas de difusión que se fabricaron fueron de vidrio y utilizaban mercurio como medio de bombeo.

En una bomba de difusión que utiliza mercurio, éste está en el hervidor que se encuentra en el fondo de la bomba y se calienta hasta su punto de ebullición, mientras que la bomba es evacuada continuamente por la bomba mecánica conectada en el punto A, (figura 1.7).

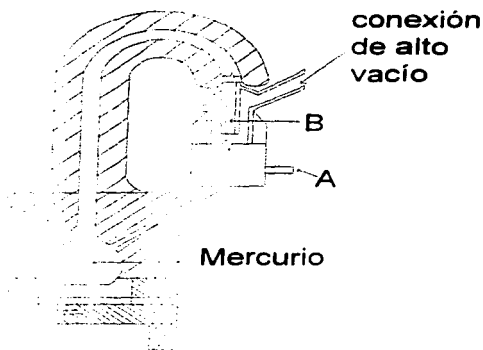


Figura 1.7. Bomba difusora de vidrio que utiliza mercurio.

El vapor de mercurio sube en el tubo vertical y es proyectado hacia abajo a través de la boquilla B, donde empieza a condensarse. Después de que pasa el área de la boquilla enfriada con agua, se condensa completamente el mercurio y regresa otra vez al hervidor. Las moléculas de aire que se encuentran en la región de la boquilla son arrastradas hacia abajo y eventualmente removidas a través de la apertura delantera que va hacia la bomba mecánica. La mayoría de las bombas difusoras de mercurio son pequeñas y tienen una velocidad de bombeo raramente mayor de 20 litros por segundo y son por lo general mucho más lentas. Se han construido bombas de difusión mayores, que utilizan mercurio, pero su única ventaja sobre las de aceite es que tienen mayor capacidad para operar con presiones de arranque más altas [7].

1.4.2.3 BOMBA DIFUSORA DE VAPOR DE ACEITE.

En cualquier bomba de difusión ya sea de mercurio o de aceite existe cierta presión de arranque inicial que se debe alcanzar antes de que la bomba empiece a trabajar, esto se logra con la bomba mecánica.



ASPECTOS TEÓRICOS.

En sistemas que requieren una mayor presión de vacío se emplean bombas que funcionan con un compuesto orgánico, generalmente un aceite o un éster como uno de butil u octil-oftalato, pero existen otros tipos que utilizan hidrocarburos clorados.

En la figura 1.8 se observa un corte transversal de una bomba difusora metálica. El fluido de la bomba (en este tipo un aceite orgánico) se vaporiza en el hervidor que se encuentra en el fondo de la bomba y sube el vapor dentro del sistema de boquillas, choca contra las diferentes aspás y es enviado de nuevo hacia abajo en donde las moléculas de aire son atrapadas y enviadas al fondo de la bomba y removidas a través de la bomba mecánica [7].

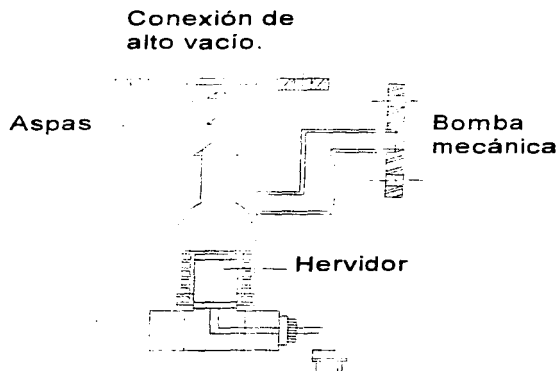


Figura 1.8. Bomba difusora metálica de aceite [8].

1.4.2.4 MEDIDORES DE VACÍO.

En sistemas de alto vacío se utilizan medidores de vacío con una gran sensibilidad como por ejemplo; el medidor iónico.

El funcionamiento consiste en que el cátodo es calentado de tal manera que empieza a suministrar electrones y estos se empiezan a acelerar hacia la rejilla entre el filamento y el ánodo.



ASPECTOS TEÓRICOS.

Debido a la naturaleza del campo con la cercanía de la rejilla, los electrones se desvían hacia ésta, pero al pasar a ella ionizan el gas residual en el tubo iónico debido a los choques con los electrones.

Los iones formados entre la rejilla y la placa pasan hacia ésta creando una corriente iónica la cual puede medirse con un micro amperímetro. Lo que significa que a mayor cantidad de gas hay mayor ionización y por lo tanto mayor corriente iónica, (figura 1.9) [7].

pin colector.

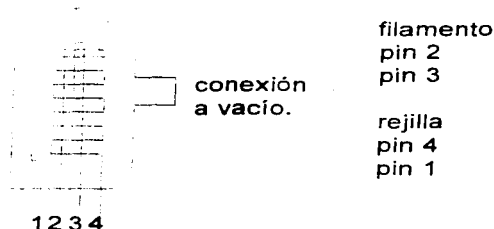


Figura 1.9. Medidor iónico de alto vacío [8].

1.4.2.5 SELLOS DE VACÍO.

La función principal de estos sellos, es tener un cierre hermético en cada unión del sistema y así poder evitar que el aire circundante penetre a nuestro equipo provocando alteraciones.

Existen varios tipos de sellos de vacío, siendo principalmente de caucho, este material es muy segura pero puede fallar, por lo que se recomienda revisarse periódicamente [7]. Los tipos de sellos que se utilizan frecuentemente son los de:

- Sección cuadrada.
- Sección cuadrada doble.
- De anillo.
- Película delgada.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



1.5 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.

Los métodos de solidificación rápida son empleados para producir aleaciones y obtener fácilmente polvos, hilos y cintas metálicas, estos métodos de fabricación nos permiten obtener tamaños de grano muy pequeños [9], estos métodos también son llamados "Melt Spinnig" (MS).

1.5.1 MÉTODOS DE SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA "MS".

El "MS" es un método utilizado para producir cintas metálicas largas y continuas, el nombre Melt Spinning" proviene de hilar el metal fundido sobre un camino. Este proceso es parecido al que se usa en la fabricación de finas fibras textiles sintéticas. Este proceso es tan extenso que es necesario dividirlo en dos diferentes categorías, dependiendo si el chorro de fundición es solidificado con refrigerante, o al chocar con una superficie fría.

La primera categoría se refiere al vuelo libre llamado "Free-Fligh Melt Spinning" (FSM) y la segunda enfrida por bloque "Chill Block Melt Spinning". (CBMS) [10].

1.5.1.1 VUELO LIBRE (FFSM).

Este proceso fue patentado en 1935 por Pond [11, 12]. Este proceso consiste en la fundición y solidificación de un hilo líquido de metal fundido e inyectado por chorro.

El chorro es estabilizado y creado por eyección; la solidificación se logra al paso a través de gases o líquidos templadores (figura 1.10).

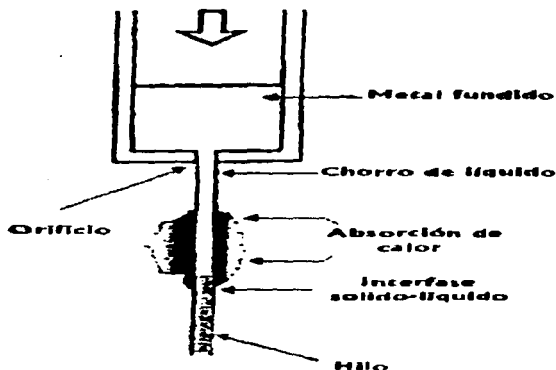


Figura 1.10. Esquema de método Melt-Spinning tipo vuelo libre "Free Flight" [9].

El diámetro es pequeño por donde sale el chorro gracias a la alta tensión superficial y a la baja viscosidad del metal líquido. Al ser liberado el metal líquido dentro de la cámara que contiene una atmósfera compatible con el material, previene la disgregación de la fundición antes de que solidifique totalmente, formando hilos continuos.

El diámetro del orificio en el crisol es alrededor de 50 a 125 micras y la presión requerida para la eyección depende del tamaño de dicho orificio [9].

1.5.1.2 ENFRIAMIENTO POR BLOQUE "CHILL BLOCK" (CBMS).

Este proceso fue utilizado desde 1908 [13] y retomado por Pond [14] en los años treintas.

Este método consiste en dirigir el chorro de metal fundido directamente hacia un disco de metal que se encuentra a temperatura ambiente, el cual elimina el exceso de calor lográndose la solidificación rápida.



ASPECTOS TEÓRICOS.

El chorro se impregna en el disco formando un hilo de espesor igual o el doble del chorro.

La solidificación comienza cuando el chorro es convertido en cinta y es expulsado de la superficie de la rueda (figura 1.11).

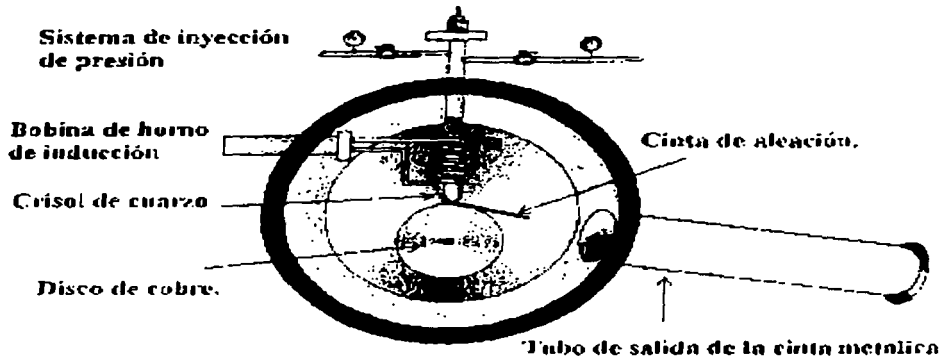


Figura 1.11. Esquema de solidificación rápida (chill Block) utilizado en la fabricación de cintas [1].

El diámetro del orificio puede ser muy pequeño y es posible enfriar el bloque durante el proceso. La distancia entre orificio del crisol y el disco puede ser relativamente grande con lo cual se disminuirá el diámetro del chorro.

1.5.2 REFINAMIENTO DE GRANO.

Morris y Morris [15] fabricaron cintas de cobre por CBMS y obtuvieron granos de tamaño de 3.6 a 4.8 micras.

En cuanto a la adición de aleantes estos disminuyen el tamaño de grano y el espesor de la cinta en condiciones idénticas a las ya descritas.



ASPECTOS TEÓRICOS.

Para algunas aleaciones de Cu-Ni y Cu-Fe la microestructura dependerá de la velocidad de giro de la rueda, para velocidades menores de 20 m/s la morfología del grano es equiaxial grande, a velocidades intermedias se observan tres tipos de grano figura 1.12, (a) que son pequeños granos en la zona fría de contacto de la rueda y el material, (b) una zona central de granos columnares, (c) una capa de granos equiaxiales cerca del área de contacto entre el material y el aire. En el caso de las velocidades de 40 m/s o mayores el resultado es una morfología de grano columnar extendido a través de la sección transversal de la cinta.

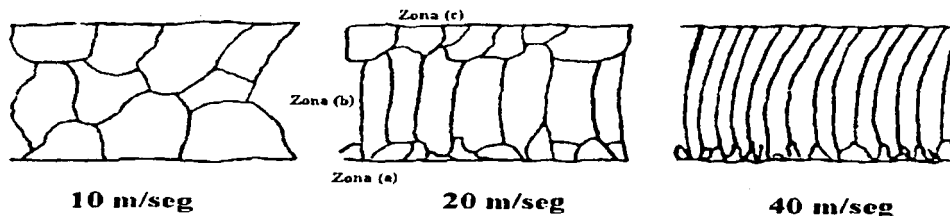


Figura 1.12. Influencia de la velocidad de la rueda (velocidad de extracción de calor) en la microestructura de la aleación Cu-Ni [16].

En aleaciones de cobre la dirección del frente de solidificación es determinante para la morfología del grano columnar. El frente de solidificación y el sobre enfriamiento determinan la forma e inclinación del grano. La inclinación del grano es formada por la interfase sólido-líquido durante la solidificación que depende a su vez del grado de sobreenfriamiento determinado por la velocidad de la rueda y velocidad del crecimiento dendrítico el cual se muestra en la figura 1.13 [16].

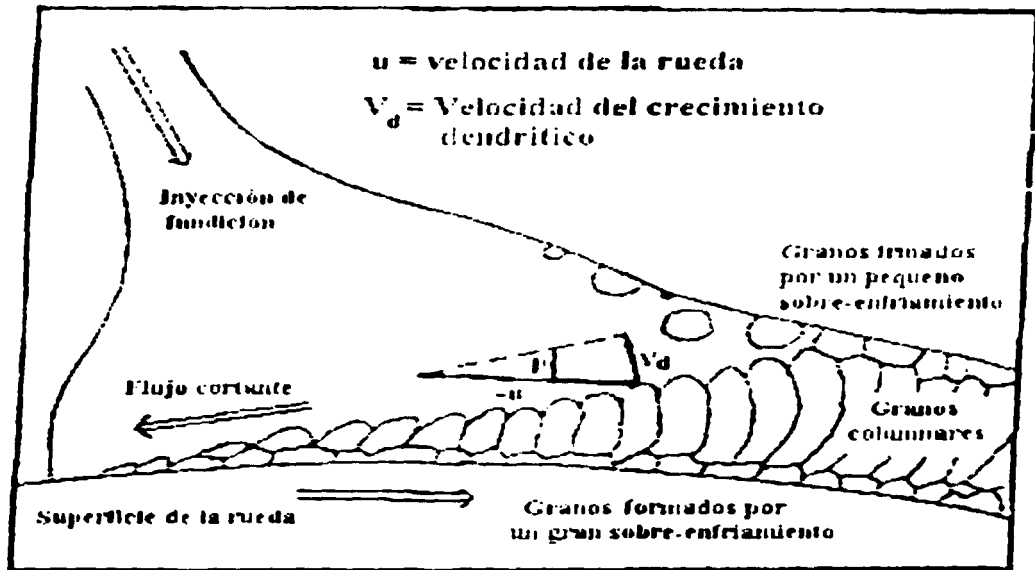


Figura 1.13. Esquema del proceso de cristalización durante la solidificación rápida "Chill Block" [16].

1.5.3 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA EN ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA BASE COBRE.

Para las aleaciones de memoria de forma, base cobre, se obtienen tamaños de grano pequeño sin el uso de refinadores de grano, simplemente produciéndolas por algún método de solidificación rápida.

Con la ayuda de la sinterización de polvos se puede obtener tamaños de grano de alrededor de 30 micras, por ejemplo es la aleación Cu-Zn-Al. La cual presenta mayor resistencia a la fatiga que las muestras producidas convencionalmente [17].



ASPECTOS TEÓRICOS.

Para la aleación Cu-Al-Ni producidas de esta forma el tamaño de grano llega a hacer de 20 micras la cual ayuda de manera significativa en sus propiedades de ductilidad de 5 a 7% en comparación con el 0.6 correspondiente a su producción por colada.

Para las técnicas de solidificación rápida, como la producción de cintas (Chill Block), es posible obtener granos de 1 a 20 micras [18] [19] y 30 a 50 micras [20].

En cuanto a las propiedades de memoria de forma, en aleaciones Cu-Zn-Al fabricadas por solidificación rápida son poco predecibles a comparación de la aleación Cu-Al-Ni producidas de la misma forma, esto se debe en gran medida a las pérdidas por oxidación de Zinc durante la fundición y fabricación de la cintas [18, 19].

1.6 ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA.

Las aleaciones con memoria de forma son materiales fascinantes caracterizados por transformar energía térmica a energía mecánica y viceversa, los efectos asociados tales como doble efecto de memoria de forma^A, y superelasticidad^B, que presentan algunos metales ordinarios y aleaciones. Esta conducta única se encontró por primera vez en la aleación Au 47.5%, Cd en 1951, y más tarde se publicó el descubrimiento de la aleación Ti-Ni en 1963.

La primera aplicación a gran escala de aleaciones con memoria de forma data de 1971, fue en un acoplamiento utilizado en el Avión Grumman F-14 esto resultó un ejemplo clásico de tecnología adaptada a una necesidad real del mercado. With Raychem comercializó un acoplamiento polimérico conocido como Thermofit®, después se crearon acoplamientos de Ni-Ti enfriados con nitrógeno líquido conocidos como Cryofit®. Las aleaciones con memoria de forma encontraban un uso comercial, sin embargo, se necesitaron 15 años para que esta tecnología entrara al mercado.

Raychem como líder de los fondos de tecnología de defensa de los Estados Unidos proporcionó conectores y seguros eléctricos que resultaron de alto valor económico.

^A Doble efecto de memoria de forma, detallado en el capítulo 2.9.2.

^B superelasticidad, detallado en el capítulo 2.9.3



ASPECTOS TEÓRICOS.

Cuando las compañías japonesas tuvieron éxito al aplicar la tecnología de memoria de forma en los años 80's, encontraron aplicaciones comerciales de sus productos como aberturas de aire acondicionado [21] y alambres de sostén [22]. El mercado libre y su amplio conocimiento de ingeniería en aleaciones de memoria de forma colocaron a Japón como principal proveedor de estos productos. Empezando a un nivel bajo en los años 80's en aplicaciones medicas y de ortodoncia.

En lo referente a las aplicaciones superelásticas su primer uso comercial fue como alambres ortodónticos para la corrección de dientes.

La siguiente aplicación médica es conocida como Mammelok® utilizado para cirugía. A partir de los años 80's las aplicaciones medicas han crecido, sin embargo, están limitadas por la temperatura del cuerpo.

El primer uso no medico de la superelasticidad fue como alambres de sostén y actuadores que compiten con bimetales en aplicaciones tecnológicas, otro ejemplo son los audífonos de SONY usados en MiniDisc Walkman® [69].

1.7 TRANSFORMACIÓN MARTENSÍTICA.

A fines del siglo XIX Martens logro identificar una nueva fase a partir del templeado del acero, relacionándola con el endurecimiento del material. En 1885 la nueva fase fue nombrada martensita en consideración a su investigador [23]. No obstante el término se ha generalizado en todas las fases obtenidas de igual forma en diferentes tipos de materiales; gases solidificados, superconductores, aleaciones metálicas, cerámicas, y polímeros [24].

La transformación martensítica en el caso particular del acero de medio y alto contenido de carbono, tiene lugar cuando la fase gama o austenita F.C.C. (cúbica centrada en las caras) es templada produciendo martensita B.C.T. (tetragonal centrada en el cuerpo). Normalmente la fase obtenida de esta forma tiene una dureza muy alta y una tenacidad baja. Cuando el enfriamiento desde la austenita es lento se producen fases en equilibrio, las cuales son ferrita α y cementita (Fe_3C). Cuando la rapidez es grande, el carbono no tiene tiempo suficiente para separarse en forma de carburo, por lo que la austenita se transforma en una estructura con grandes esfuerzos internos, sobresaturada de carbono llamada martensita [25].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.7.1 DEFINICIÓN.

Las transformaciones martensíticas son de dos tipos, difusional y por desplazamientos (o displaciva). Las primeras forman una nueva fase a través del movimiento aleatorio de los átomos en distancias mayores al parámetro de red, por lo que, la difusión va acompañada de un cambio en la composición química.

Al contrario la transformación displaciva, no requiere de estos movimientos, los átomos se mueven cooperativamente para formar la nueva fase, los desplazamientos son menores a las distancias existentes en el parámetro de red. De esta forma los átomos se agrupan en una estructura cristalina más estable sin el cambio en la estructura química de la matriz como la transformación difusional.

Al no existir migración atómica, la transformación por desplazamientos es reversible y generalmente avanza independiente del tiempo, con un movimiento de la interfase que es limitado sólo por la velocidad del sonido en el material [26]. Por lo general, las transformaciones martensíticas son del segundo tipo o displaciva y se forman por enfriamiento rápido de la fase de alta temperatura llamada austenita o fase madre; es decir, al efectuarse la transformación la martensítica conserva el ordenamiento de la austenita.

Partiendo de la definición de mayor aceptación para la transformación martensítica la publicada por M. Cohen, G.B. Olson, P.C. Clapp: "Es una transformación "no difusiva", de primer orden, con una deformación homogénea de red constituida principalmente por una deformación cortante" [27].

Durante la transformación el cambio en la estructura cristalina se debe principalmente a una deformación de corte homogénea, de red en la fase madre. La deformación es visible microscópicamente ya que puede ser visible a través de un microscopio óptico; la martensita tiene estructura cristalográfica diferente a la austenita y es muy fácil diferenciar estas dos fases.

En austenita se observa claramente los granos del material en una forma muy homogénea y de tamaño promedio figura 1.14, en la figura 1.15, se observa la martensita como estructuras en forma de pequeñas agujas en el interior de cada grano ordenadas en forma diferente dentro de la malla [40].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Figura 1.14. Fase austenita se observan claramente los granos.

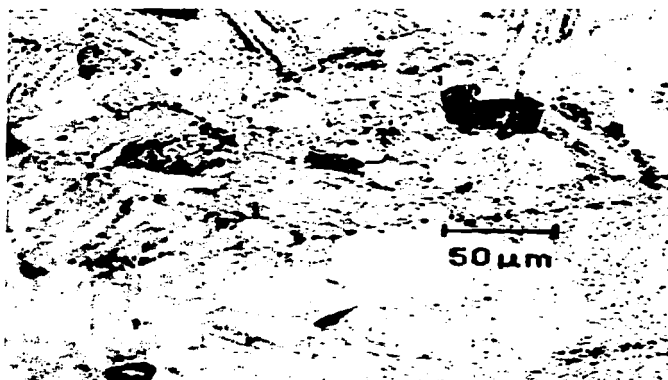


Figura 1.15. Se observa la formación de la fase martensita en forma de agujas dentro de los granos de austenita.



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.7.2 TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN.

Todas las transformaciones martensíticas presentan diferentes temperaturas características, del inicio y el fin de estas.

Las temperaturas M_s y M_f definen el principio y el fin de la transformación directa: de austenita a martensita. De la misma forma, las temperaturas A_s y A_f indican el inicio y el final de la transformación inversa: de martensita a austenita [28].

En las aleaciones metálicas, estos cuatro puntos de transformación dependen esencialmente de la composición química, además de la historia térmica a la que haya sido sometida la aleación.

Observando la figura 1.16 se puede apreciar la histéresis que está definida como la diferencia entre estas dos temperaturas. La histéresis de la transformación depende principalmente del tipo de aleación y las estructuras de las fases involucradas.

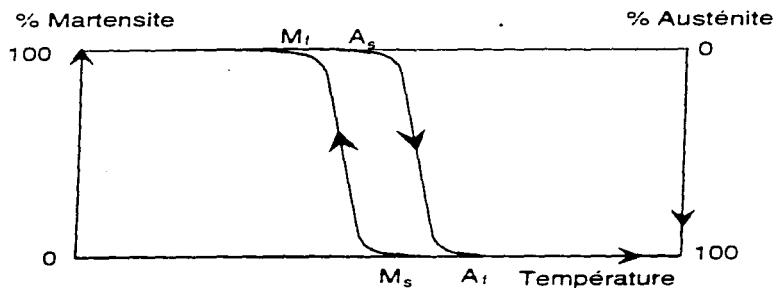


Figura 1.16. Ciclo de transformación martensita.



ASPECTOS TEÓRICOS.

En cuanto al porcentaje de fase transformada, representada en el eje "y", éste se obtendrá integrando el pico de la entalpía de transformación (para DSC, calorimetría diferencial de barrido), teniendo en cuenta que la fracción de fase transformada es proporcional al calor generado durante la transformación de fase.

Otras formas de saber este porcentaje, es utilizando los valores generados por el cambio en algunas de las propiedades físicas durante la transformación. Algunos ejemplos pueden ser la medición de la resistividad eléctrica o bien el cambio en la conductividad térmica a través del material. Determinándose a la vez, las temperaturas de transformación.

Esta fase es metaestable a temperatura ambiente, ya que se obtiene templando desde una temperatura en la cual es estable y sufre la transformación martensítica a una temperatura dependiente de la composición química de la aleación.

Esta dependencia ha sido medida para algunos de los diferentes sistemas ternarios, Cu-Zn-Al y Cu-Al-Ni. Como primera aproximación, podemos señalar que las temperaturas de transformación siguen una relación lineal con el contenido de sus aleantes. Algunas de las relaciones obtenidas por diferentes investigadores se indican a continuación.

Para:

Cu-Zn-Al [29, 30, 31]

$$A_s (\text{°C}) = 2117 - 58.79(\text{wt\%Zn}) - 149.64(\text{wt\%Al})$$

$$M_s (\text{°C}) = 2212 - 66.9(1.355(\text{at\%Al}) + (\text{at\%Zn}))$$

Cu-Al-Ni

$$M_s (\text{°C}) = 2020 - 45(\text{wt\%Ni}) - 134(\text{wt\%Al})$$

Aunque estas relaciones se aproximan notablemente a las temperaturas de transformación, es sabido que estas dependen en gran medida de la historia térmica del material [32].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



1.7.3 CARACTERÍSTICAS CRISTALOGRÁFICAS.

En la escala microscópica (microscopio óptico) la interfase austenita-martensita es un plano invariante llamado "plano de hábito". En primera aproximación la transformación se puede explicar como una deformación de corte paralela al plano de hábito. La figura 1.17 muestra esquemáticamente la aparición de una plaqueta única en un monocristal [33, 34].

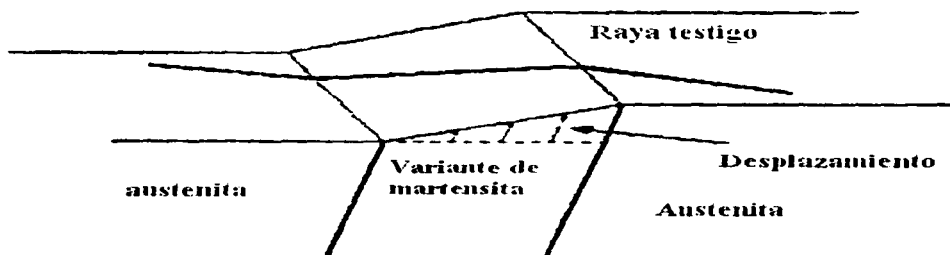


Figura 1.17. Efecto de una raya del relieve de la superficie debido al surgimiento de una plaqueta de martensita [33].

A partir de un monocristal de austenita se pueden formar 24 diferentes variantes de martensita. Estas variantes se diferencian entre sí por la orientación de su plano de hábito y por la dirección de la deformación de corte [35]. En la figura 1.18 se muestra un esquema de cómo se obtienen las diferentes variantes de martensita a partir de un cristal cúbico de austenita. Las 24 variantes se obtienen considerando los 6 planos de un cristal cúbico y cuatro direcciones por cada uno de ellos [36, 37].



ASPECTOS TEÓRICOS.

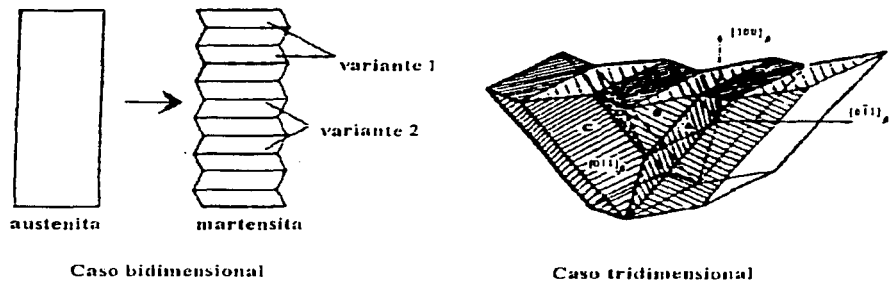


Figura 1.18. Esquema de las variaciones autoacomodantes en 2 y 3 dimensiones [36] [37].

1.7.4 TERMODINÁMICA DE LA TRANSFORMACIÓN.

Debido a que la transformación martensítica no genera un cambio en la composición química del material, ésta puede ser considerada desde el punto de vista termodinámico como un sistema de un solo componente. La fase en equilibrio es aquella donde la energía libre de Gibbs es la más baja.

Partiendo de la figura 1.19 se muestra esquemáticamente la variación de la energía de la fase austenítica (G_A) y la martensita (G_M). La temperatura de equilibrio (T_0) entre las dos fases y ΔG^{P-M} constituyen la fuerza motriz $\Delta M_S = G^M - G^A$ necesaria para la nucleación de la martensita [38]. Lo mismo se aplica para el regreso de la transformación. El cambio en la energía libre del sistema para la transformación martensítica puede resumirse como:

$$\Delta G = \Delta G_C + \Delta G_S + \Delta G_e = \Delta G_C + \Delta G_{nc}$$

en donde:

ΔG_C , es un término de energía química que origina un cambio estructural de la fase austenita a la fase martensita.

ΔG_S , es un término de energía superficial entre la austenita y la martensita.



ASPECTOS TEÓRICOS.

ΔG_{e_r} , es un término de energía elástica de la martensita.

Por lo tanto:

$\Delta G_{nc} = \Delta G_s + \Delta G_{e_r}$, resulta ser un término de energía no química.

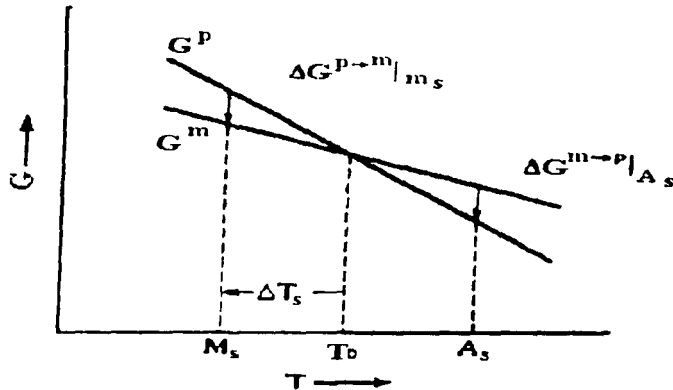


Figura 1.19. Representación de las curvas de energía libre para las fases austenítica y martensita, y la relación entre las temperaturas M_s y A_s ; ΔT_s es el enfriamiento requerido para la transformación [69].

Durante la transformación martensítica ΔG_{nc} es tan grande como ΔG_c , por lo que es necesario un sobre-enfriamiento (ΔT_s) para la nucleación de la martensita así como un sobre-calentamiento para el regreso de la transformación.

En general la transformación no comienza, sino hasta que la temperatura es alcanzada $M_s < T_0$, ya que el sistema debe suministrar una energía suplementaria: $\Delta G_{(p-m)}$ para vencer las barreras energéticas de otro tipo: la nucleación de la martensita, la interacción entre variantes de martensita y las deformaciones elásticas y/o plásticas creadas por la martensita dentro de la austenita.

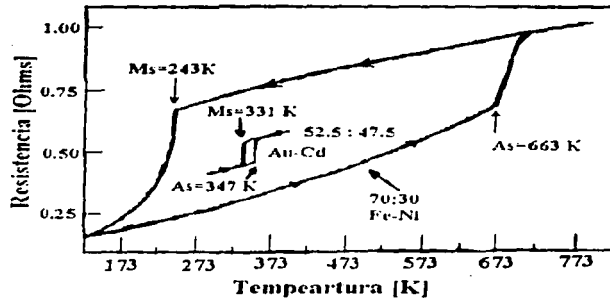


Figura 1.20. Grafica típica de prueba de resistividad durante el enfriamiento y calentamiento en Fe-Ni y Au-C [38].

En el caso de las transformaciones martensíticas, estas pueden ser clasificadas como termoelásticas y no termoelásticas; observando la figura 1.20 podemos señalar, para el caso de la aleación Au 52.5%-Cd 47.5% presenta una histéresis pequeña sólo de 15K, esto indica, que las fuerzas motrices para la transformación son muy pequeñas en la interfase entre la fase madre y la martensita, esto confiere una gran movilidad en enfriamiento y calentamiento por lo que cristalográficamente la transformación puede ser reversible en el sentido de la orientación original de la fase madre. Este tipo de transformación es termoelástica y sus resultados son aplicables dentro del tipo de aleaciones de memoria de forma como en la superelásticidad [39].

Retomando la figura 1.20, en el caso de la aleación Fe30%-Ni70%, observamos una gran histéresis de cerca de 400K, esto nos indica que las fuerzas motrices son muy grandes, por lo tanto, la interfase entre la fase madre y la martensita son inmóviles, esto hace que la martensita crezca de forma crítica, y el regreso de la transformación sólo ocurre con la renucleación de la fase madre, por lo tanto, no es reversible la transformación.

En resumen, en el caso de las transformaciones no termoelásticas o de tipo "Burst", esta barrera energética es muy grande, entre otros por el hecho del intenso cambio en el volumen entre las dos fases, lo que implica una gran histéresis [39].



ASPECTOS TEÓRICOS.

1.8 EFECTO DE MEMORIA DE FORMA.

Existen aleaciones que presentan la capacidad de recuperar su forma original, después de ser sometidas a una deformación elástica permanente a baja temperatura recuperando su forma inicial mediante un simple calentamiento. Esta cualidad es llamada "efecto de memoria de forma" (EMF).

El efecto de memoria de forma, se presenta en algunas aleaciones no ferrosas, como por ejemplo: Ni-Ti, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, y la de Cu-Al-Be.

Este fenómeno depende mucho de las temperaturas de transformación, es decir, temperaturas a las cuales ocurre el cambio de fase ^A y por lo tanto el cambio de forma del material.

Una forma esquemática de ver el fenómeno, es mediante la figura 1.21 (a), donde se tiene una pequeña barra de material con memoria de forma, que se encuentra a temperatura ambiente y tiene una temperatura crítica de 60° C en la cual ocurre el EMF.

Supóngase que la barra es deformada como en la figura 1.21 (b), con la ayuda de un esfuerzo σ hasta que alcance cierta curvatura como se ve en la figura 1.21 (c), dejando de aplicar el esfuerzo entonces la barra tiene una deformación, y al aplicarle energía en forma de calor hasta alcanzar su temperatura crítica de 60° C, la barra regresa a la forma que tenía antes de aplicarle el esfuerzo figura 1.21 (d). Aquí se puede ver como la energía en forma de calor que se aplica se transformó en energía mecánica para que la barra sin la necesidad de un esfuerzo regresara a su forma original [40].

^A Cambio que va de austenita a martensita o martensita a austenita.

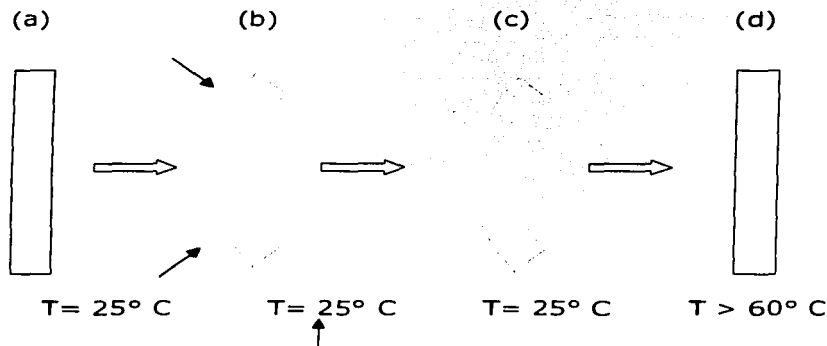


Figura 1.21. Representación esquemática del efecto de memoria de forma en un barra con una temperatura de transición mayor de 60°C [40].

1.8.1 EFECTO DE MEMORIA DE FORMA SIMPLE.

Ya se ha descrito en forma general lo que es el efecto de memoria de forma pero es necesario conocerlo desde el punto de vista de sus variantes de martensita. En lo que concierne al efecto de memoria de forma simple se partirá del análisis del diagrama Temperatura-Esfuerzo-Deformación ($T-\sigma-\epsilon$), figura 1.22.

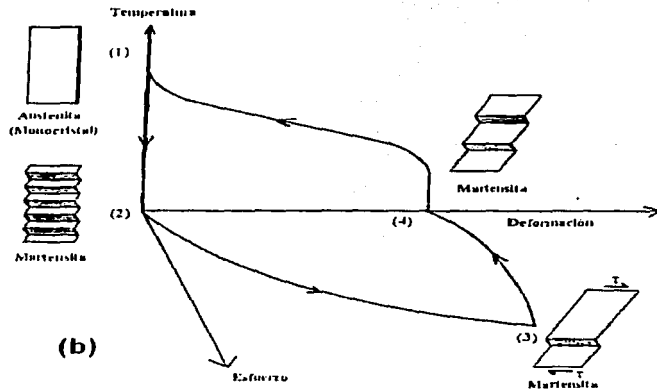


Figura 1.22. Efecto de memoria de forma simple desde el punto de vista de las variantes de martensita.

En un inicio se tiene una muestra en estado austenítico ($T > A_f$), punto (1), y se enfría por debajo de la temperatura M_f , entonces la muestra se transforma a martensita, punto (2), en este punto las variantes están distribuidas al azar. Al aplicarse un esfuerzo en la fase martensítica provoca una reorientación de ciertas variantes, produciendo una deformación macroscópica, punto (3), al retirar el esfuerzo no todas las variantes regresan a su orientación original; subsiste entonces una deformación, punto (4). las variantes, aunque repartidas de forma diferente, son de cualquier manera producidas por el mismo monocristal de austenita original en donde esta se retransforma por calentamiento, recuperando su forma original, punto (1).



1.8.2 DOBLE EFECTO DE MEMORIA DE FORMA.

El efecto de memoria simple descrito con anterioridad consiste en que solo es recordada la fase madre o austenita ^A. Sin embargo, estos materiales pueden llegar a recordar la fase martensítica. Para lograr este fenómeno es necesario someter a la muestra de aleación a un tratamiento termomecánico ^B particular.

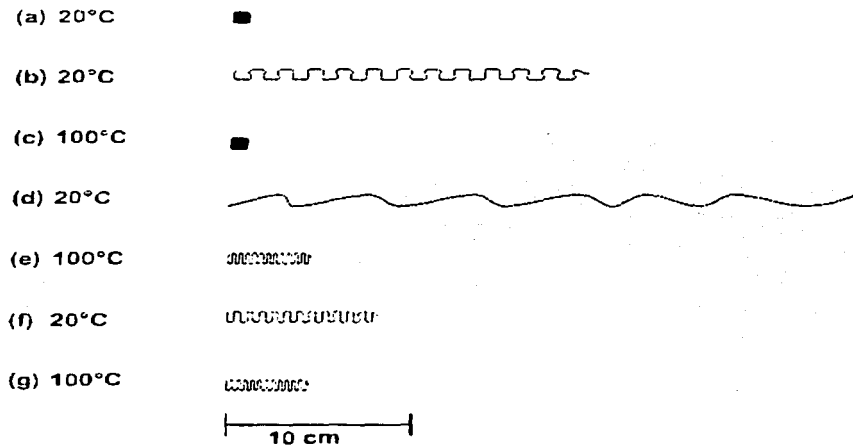


Figura 1.23. (a-c) esquema del efecto de memoria simple, (d-g) esquema del doble efecto de memoria de forma.

^A Fase físicamente homogénea de alta temperatura con estructura cúbica centrada en las caras

^B Este tratamiento se conoce como educación, puede llevarse a cabo de varias maneras, una de ellas consiste en efectuar ciclos de transformación (del orden de 20) en cada uno de los cuales el material es deformado a temperaturas inferiores a la temperatura crítica, para darle la forma deseada en estado martensítico. Después de esos veinte ciclos, el material adquirirá la forma deseada al ser enfriado. Entonces el material será capaz de recuperar dos formas diferentes; una cuando es calentado por encima de la temperatura crítica y otra cuando es enfriado por debajo de ella [40].



ASPECTOS TEÓRICOS.

En la figura 1.23 (a-c) se ejemplifica el efecto de memoria simple; cuando el esfuerzo aplicado es pequeño, la muestra regresa a su estado original tras un calentamiento.

Cuando el esfuerzo es mayor figura 1.23 (d), no recupera su forma original aun después de calentar por encima de la temperatura. As figura 1.23 (c) y 1.23 (e), en el siguiente ciclos termomecánicos, la muestra recupera parte de su forma automáticamente, 1.23 (f); entonces, si se enfría y calienta repetidamente, la muestra cambiara su forma entre 1.23 (g) y 1.23 (f). Por lo tanto, la muestra recuerda el estado martensítico 1.23 (f) y esto es llamado "doble efecto de memoria de forma" (DEMF) [40].

Este fenómeno se atribuye a la deformación del material en estado martensítico que provoca el engrosamiento de algunas de las plaquetas de martensita, de cierta orientación cristalográfica particular a expensas de otras menos propicias. La forma externa del material a baja temperatura corresponde a una distribución muy particular en tipo y número de plaquetas. Al efectuarse los ciclos térmicos de calentamiento-enfriamiento y el deformar la muestra en estado martensítico se logra la formación de defectos internos como dislocaciones en la red cristalina.

Cabe señalar que estos defectos han sido estudiados y caracterizados [40] lo que permite suponer que el tipo de defectos creados durante el proceso de educación depende de la deformación particular o de la forma externa impuesta al material durante este proceso. Además, la formación espontánea de una distribución particular de plaquetas de martensitas esta relacionada directamente con el tipo de defectos generados durante el proceso de educación.

Al irse incrementando el número de ciclos termomecánicos el número de defectos se incrementan y terminan por impedir el crecimiento de las plaquetas de martensita que no son compatibles con ellos. Por lo que, una vez terminado el proceso de educación, las plaquetas que logran formarse de manera espontánea al enfriarse la muestra son la que mantienen una compatibilidad con el tipo de defectos existentes; y son estas plaquetas las que componen la forma externa (deformada) de la muestra sometida en ese proceso.



1.8.3 EFECTO SUPERELÁSTICO.

Se ha establecido que la transformación martensítica se produce por el enfriamiento de la muestra por debajo de la temperatura M_s , pero también puede ser inducida al aplicarse un esfuerzo a temperaturas por encima de A_f , éste provoca un corte macroscópico, el cual favorece la aparición de una variante única de martensita.

De forma alterna, si un esfuerzo es aplicado ($\sigma > \sigma_c$) aumentará la temperatura de transformación de las variantes cuya deformación se produce en la misma dirección del esfuerzo aplicado. A este comportamiento se le llama "efecto superelástico" [41, 42, 43, 44, 45, 46] o pseudoelasticidad y corresponde a una elasticidad no lineal (figura 1.24).

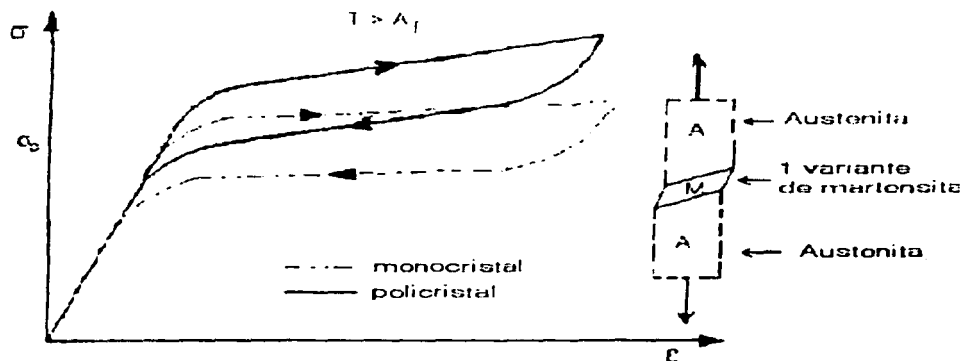


Figura 1.24. Efecto superelástico para un monocristal y un policristal.

Al aplicarse un esfuerzo superior al esfuerzo crítico se inducen variantes de martensitas orientadas que aumentan la deformación, la cual es reversible al retirarse el esfuerzo aplicado por lo que, la martensita retransforma a austenita. El esfuerzo al cual retransforma es menor debido a la presencia de una histéresis de transformación.



ASPECTOS TEÓRICOS.

El fenómeno es descrito por la ley de Clausius-Clapeyron:

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

en donde:

σ : es el esfuerzo aplicado.

M_s^σ : es la temperatura de inicio de la transformación modificada por el esfuerzo aplicado.

ΔH : es el calor latente de transformación.

ϵ_0 : es la deformación de la transformación en la dirección de aplicación de la carga.

T : es la temperatura.

Para el diagrama esfuerzo-temperatura, se pueden observar las zonas de estabilidad tanto de la fase martensítica como austenítica, figura 1.25. Para la trayectoria (1) correspondiente al efecto superelástico, se parte de una muestra en estado austenítico y se transforma en martensita cuando el esfuerzo sobrepasa el valor del esfuerzo crítico σ^C .

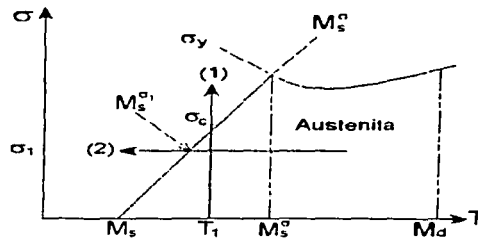


Figura 1.25. Dominio de estabilidad de las fases martensita y austenita en un diagrama σ - T .



1.9 ALEACIÓN Cu-Al-Be.

Existen diferentes tipos de aleaciones que presentan propiedades de memoria de forma, los sistemas más comerciales en la actualidad son: Ni-Ti y las de base de cobre como: Cu-Zn-Al y Cu-Al-Ni. De las cuales las más utilizadas son las del sistema Ni-Ti; ya que éstas presentan mejores propiedades de memoria de forma y de resistencia a la corrosión que las aleaciones de cobre. Sin embargo, su producción y su conformado requiere de equipos y procedimientos de altos costos, por lo que resulta una buena opción el uso y desarrollo de los sistema a base de cobre, que son una alternativa más económica.

Uno de los principales problemas que se tenía con el uso de aleaciones de cobre eran los relacionados con las fallas intergranulares procedentes del crecimiento de grano. El crecimiento es consecuencia de los tratamientos térmicos, los cuales son indispensables para que la aleación adquiera sus propiedades de memoria de forma. Es necesario aclarar que un tamaño de grano grande, genera fragilidad en las fronteras del grano.

El problema que supone el tamaño de grano ha sido resuelto atacando el crecimiento durante el tratamiento, usando aleantes refinadores y técnicas avanzadas de fabricación; esto ha colocado a las aleaciones de cobre en situación competitiva ante los sistemas Ni-Ti, sobre todo cuando son empleadas como actuadores termomecánicos en los cuales se utilizaban preferentemente bimetales, termostatos, etc.

1.9.1 CLASIFICACIÓN DE LAS ALEACIONES DE MEMORIA DE FORMA BASE COBRE.

Las aleaciones de memoria de forma, base cobre se derivan de tres sistemas de aleaciones binarias: Cu-Zn, Cu-Al y Cu-Sn (Figura 1.26) [47].

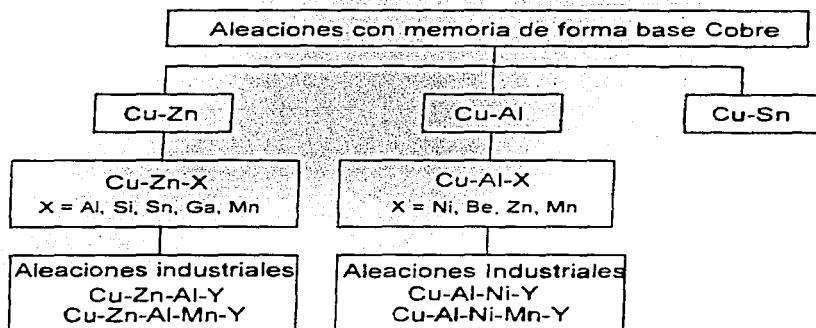


Figura 1.26. sistemas de aleaciones base cobre con memoria de forma [47].

Como se ha mencionado, las propiedades de memoria de forma de las aleaciones de cobre son muy sensibles al contenido de los elementos aleantes. El propósito de agregar un tercer elemento es el modificar las temperaturas de transformación martensíticas, para mejorar la estabilidad térmica y también sus propiedades mecánicas

El caso de las aleaciones de Cu-Sn tiene poco interés comercial, debido en gran parte a la poca estabilidad a temperaturas no muy altas respecto al ambiente. Por ello su estudio ha sido limitado a la investigación dentro del laboratorio [47].

Para los sistemas binarios Cu-Zn y Cu-Al se ha explotado sus propiedades gracias al desarrollo de aleaciones ternarias. Las aleaciones ternarias Cu-Zn-X contienen como tercer aleante los siguientes elementos: Al, Si, Sn, Ga o Mn. Las aleaciones ternaria Cu-Al-X, por otra parte, tienen como elementos aleantes al Ni, Be, Zn o Mn. Además de los sistemas ternarios, también se han desarrollado sistemas cuaternarios como: Cu-Zn-Al-Ni [48], Cu-Zn-Al-Mn [49] y Cu-Al-Ni-Mn [50].

Las aleaciones de cobre con memoria de forma, más comerciales son: Cu-Zn-Al y Cu-Al-Ni, en su forma ternaria o cuaternaria (con el Mn, Ni y otros como el cuarto aleante).



ASPECTOS TEÓRICOS.

Estas aleaciones son a menudo alteradas con la adición de afinadores de grano (γ) tales como B, Ce, Co, Fe, Ti, V y Zr [51, 52, 53, 54, 55].

Las principales ventajas de la aleación Cu-Zn-Al son su maquinabilidad en frío y su temperatura de transformación M_s que puede ser de -200°C hasta la temperatura ambiente; su principal inconveniente radica en su poca estabilidad a temperaturas ligeramente superiores al ambiente (150°C). Por otro lado las aleaciones Cu-Al-Ni son estables a altas temperaturas, y pueden ser utilizadas con temperaturas M_s mayores al ambiente hasta 100°C ; sin embargo, al adicionársele el níquel para bajar la temperatura M_s , un exceso de este puede provocar la formación de martensitas menos termoelásticas como la $\gamma_1'^A$ [56].

1.9.2 SISTEMA TERNARIO Cu-Al-Be

Los estudios del sistema ternario de memoria de forma Cu-Al-Be exhiben una buena estabilidad térmica a temperaturas relativamente altas de entre 200 a 300°C . Además de temperaturas de transformación tan bajas como -200°C . En general se puede decir que la aleación puede tener una temperatura de transformación M_s baja y por otro lado presentar una buena estabilidad térmica a altas temperaturas [57].

Belkahla realizó estudios en el sistema ternario Cu-Al-Be (figura 1.27) [60] en la parte rica en cobre y propone un diagrama pseudo-binario; que es casi idéntico en cuanto a la forma, al de Cu-Al, para este caso la adición de 0.5% en peso de Berilio, provocó que la isoterma eutectoide fuese desplazada cerca de -50°C en la escala de temperaturas, además de la disminución de la isoterma peritectoide [58, 59].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

[^] Los tipos de fases martensíticas se verán en el capítulo 1.9.4.

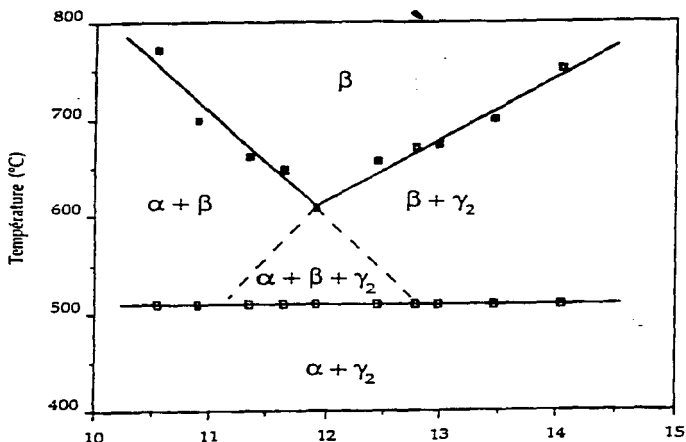


Figura 1.27. Diagrama de fases del sistema Cu-Al-Be [57,60].

Para el sistema Cu-Al-Be, la composición estequiométrica en el punto eutectoide conserva el tipo DO_3 la cual ayuda cristalográficamente, a la transformación martensítica del tipo $DO_3 \rightarrow 18R$. Esta transformación se debe al hecho de que las cantidades de Berilio que se utilizan son pequeñas y por lo tanto el ordenamiento atómico de este aleante se posiciona en la red como átomos sustitucionales a los átomos de aluminio.

Como parte de sus estudios, Belkahia y colaboradores [61] propusieron a partir de la influencia de los aleantes en las temperaturas de transformación, una ecuación para el inicio de la transformación martensítica M_s en función de su composición:

$$M_s(^{\circ}C) = 1245 - 71\%Al - 893\%Be$$

La figura 1.28, muestra la influencia de la composición de aluminio y berilio sobre la temperatura M_s .



ASPECTOS TEÓRICOS.

Comparando la ecuación con la de Cu-Al-Ni es evidente que, es posible obtener temperaturas de transformación relativamente bajas, con sólo pequeñas cantidades de Berilio adicionadas a la aleación en comparación con el caso de la adición de Níquel en el otro sistema [61].

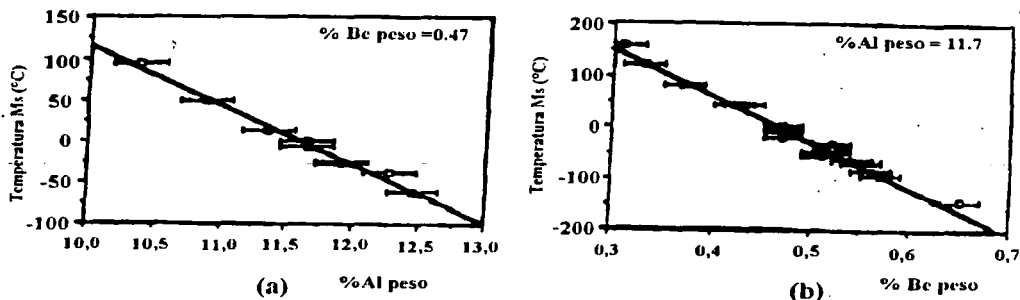


Figura 1.28. Influencia de la composición en aluminio y berilio sobre la temperatura M_s , a) Para la composición en Al., b) Para la composición de Be [60][61].

1.9.3 FASES EN EQUILIBRIO.

En el diagrama de fases Cu-Al (Figura 1.28), existen cinco zonas que se derivan del contenido de aluminio, identificándose fases en equilibrio y fases metaestables [62,63].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

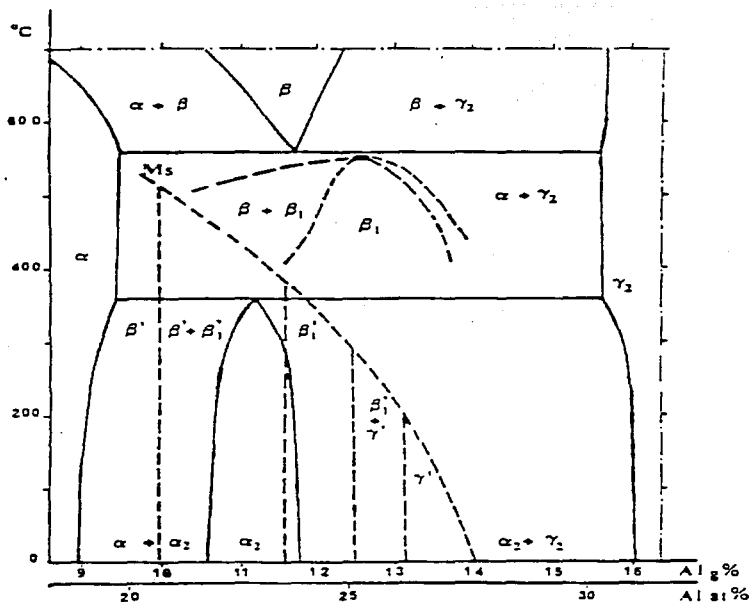


Figura 1.29. Diagrama binario Cu-Al, en la parte rica en cobre [64].

De las fases beta metaestables, se pueden derivar diferentes tipos de martensitas. Estas estructuras martensíticas ordenadas o desordenadas dependen de la composición química y el ordenamiento de la fase madre β de la cual se origina. En la figura 1.28 se describen las fases en equilibrio presentes (α , α_2 , β , γ_2).

La fase α es de estructura (F.C.C) y tiene un parámetro de red comprendido entre 0.361 y 0.366 nm para un contenido de aluminio de 0 a 9% en peso. Esta fase es muy maleable y su dureza crece con el contenido de aluminio.



ASPECTOS TEÓRICOS.

La fase β se puede encontrar para diferentes ordenamientos atómicos, tales como: B_2 (tipo Cs -Cl), DO_3 (tipo Fe_3 -Al) o $L2_1$ (tipo Cu_2 -Al -Mn). La fase β de alta temperatura es desordenada, donde los átomos se encuentran en una estructura B.C.C.

La fase β de estructura A2 (B.C.C) después de un enfriamiento sufre una transición de orden hacia el tipo B2 con parámetro de red de 0.291 nm; un nuevo enfriamiento producirá un orden del tipo $L2_1$. La figura 1.30 muestra los cuatro tipos posibles de la estructura en la fase β . [65, 66, 67]

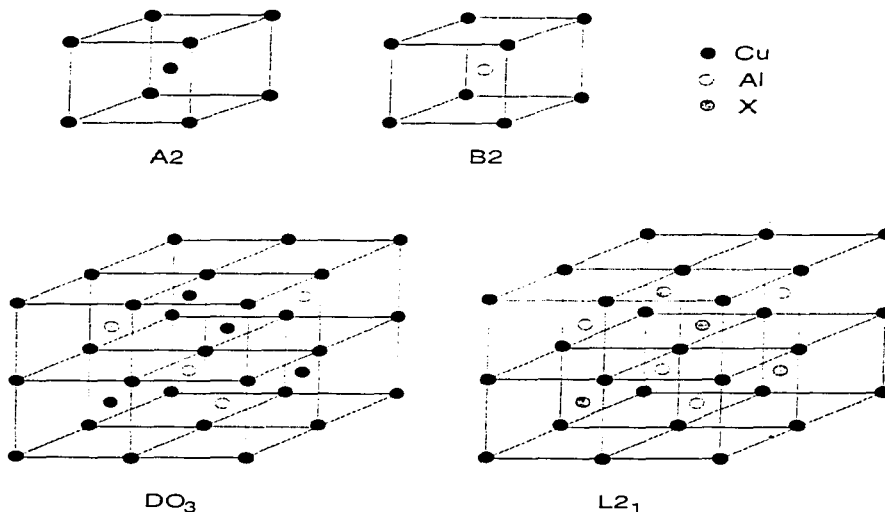


Figura 1.30. Diferentes tipos de estructura que se presentan en la fase β (metaestable) de las aleaciones Cu-Al con memoria de forma .

El orden DO_3 sólo es válido para las composiciones estequiométricas Cu_3 -Al y para algunos casos de aleaciones ternarias $(CuX)_3$ Al. El orden $L2_1$ es válido para la estequiometría $(CuX)_2$ Al.



ASPECTOS TEÓRICOS.

La fase α_2 es estable para contenidos de aluminio entre 10.7 y 12.4 % en peso y temperaturas inferiores a 350 °C. Esta fase presenta una subestructura de tipo F.C.C. [65, 66]

La fase γ_2 tiene una composición estequiométrica Cu_3Al_4 , tiene una estructura cúbica compleja de parámetro de red de 0.0877 nm; tres veces superior a la fase β , se trata de un súper cubo formado por 27 celdas unitarias de β . Su estabilidad se encuentra entre 16 y 20% en peso de aluminio.

1.9.4 FASES MARTENSITICAS.

En la figura 1.31 se muestra algunas de las estructuras de los diferentes tipos de martensita obtenidas del diagrama de fases Cu-Al según el contenido de Aluminio.

1. β' martensita desordenada (9R) es producto de β : entre 9 y 10% de peso de aluminio (entre 18.9 y 20.7% en peso atómico).
2. $\beta'+\beta'_1$, martensita que proviene de β y de β_1 (DO_3): entre 10 y 11.6% de peso de aluminio (entre 20.7 y 23.6% en peso atómico).
3. β'_1 martensita ordenada (18R) producto de β_1 : entre 11.6 y 12.5% de peso de aluminio (entre 23.6 y 25.2% en peso atómico).
4. $\beta'_1+\gamma'_1$ martensita ordenada (18R y 2H) producto de β_1 : entre 12.5 y 13.2% de peso de aluminio (entre 25.2 y 26.4% de peso atómico).
5. γ'_1 martensita ordenada (2H) producto de β_1 : entre 13.2 y 14% de peso de aluminio (entre 26.4 y 27.7% de peso atómico) [58].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



DIRECCIÓN DE LA APLICACIÓN
DEL ESFUERZO.

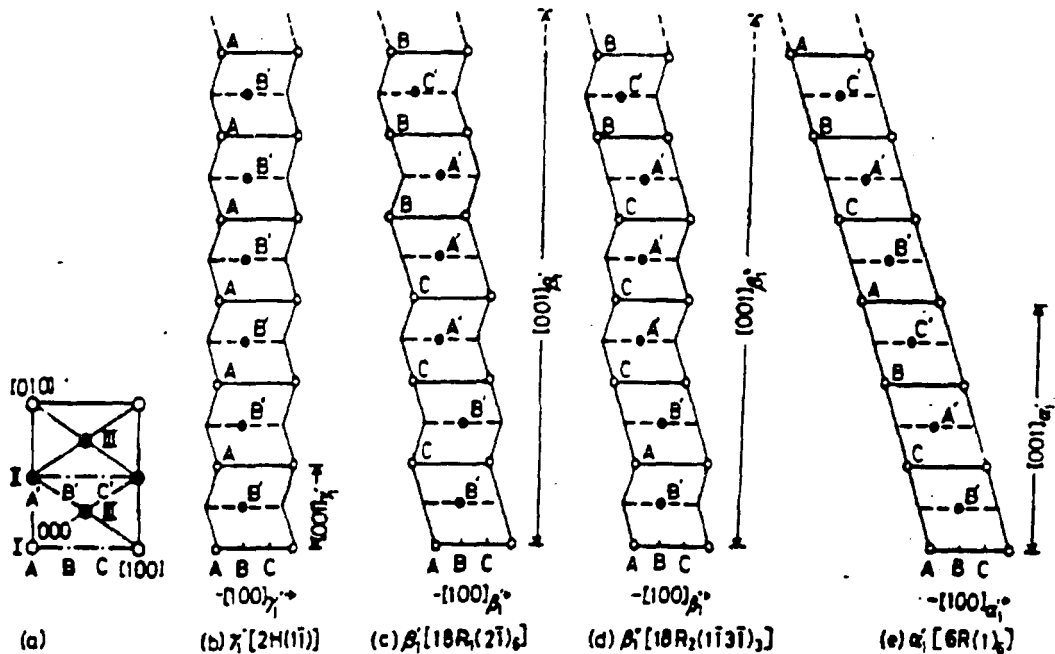


Figura 1.31. Diferentes tipos de martensitas obtenidas por esfuerzo.

La austenita β se transforma al enfriarse en β' y para el caso de la austenita ordenada β_1 se produce β'_1 .

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

Cabe señalar, que para que existan buenas propiedades de memoria de forma, es necesario que el tipo de transformación martensítica sea lo más termoelástica posible. En el caso de la martensita γ' la transformación es poco termoelástica al contrario de las martensitas β' y β_1 que son más termoelásticas. Esto manifiesta que la composición química de la aleación puede controlarse y, evitar las transformaciones poco termoelásticas, que como se indico influyen en las propiedades de memoria de forma que se requieran [68].

1.9.5 LAS MARTENSITAS β' , β_1 .

En la transformación martensítica el cambio de estructura se produce por el movimiento cooperativo de todos los átomos, dicho de otra forma cada átomo se mueve por el mismo vector con relación al vecino, por lo que la martensita adquiere el ordenamiento de la fase madre.

En el caso de las martensitas β' , β_1 se debe tomar en cuenta la naturaleza de los átomos desde el punto de vista geométrico, la posición de estos, ya que podrían ser idénticas. A estas martensitas les corresponden un apilamiento de planos de tipo compacto siguiendo una secuencia de tipo: ABCBCACAB, A, B y C (ver figura 1.31) designado de manera clásica las tres posibles posiciones de los planos compactos; a este tipo de estructura se le conoce como 9R. Para la estructura 18R seis tipos de planos compactos AA'BB'CC', A y A', se diferencian únicamente en la distribución de los átomos en la misma posición. La secuencia esta dada por AB'CB'CA'CA'BA'BC'AC'AB' de donde se obtiene la estructura 18R. La figura 1.32, muestra la red 9R la cual tiene 18 átomos, los valores típicos de los parámetros son:

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

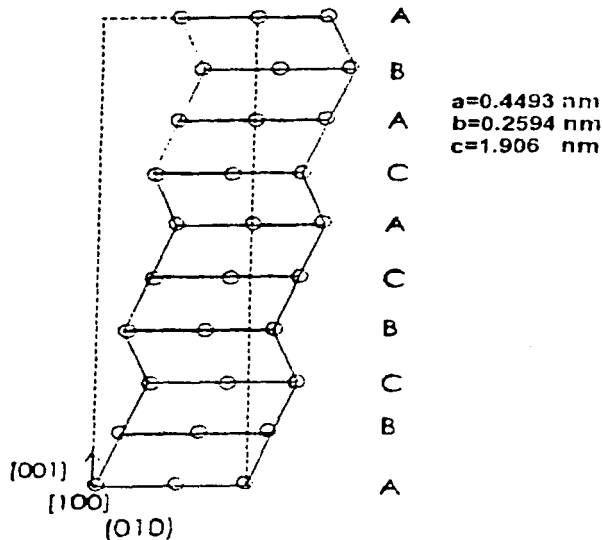


Figura 1.32. Martensita 9R donde las líneas punteadas muestran la malla ortorrómbica.

1.9.6 TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA ALEACIONES BASE COBRE.

Para la obtención de las propiedades de memoria de forma en las aleaciones de cobre es necesario someterlas a un tratamiento térmico específico. A este tratamiento se le ha llamado betatizado para después someter la aleación a un enfriamiento rápido, muy parecido al templado [58].

El nombre de betatizado parte del hecho de que se somete la muestra a una temperatura dentro de la zona de la fase β del diagrama ternario Cu-Al-Be (Figura 1.27) en la cual la fase es estable. El enfriamiento rápido posterior es utilizado para retener esta fase a temperatura ambiente.



ASPECTOS TEÓRICOS.

Es común que durante el enfriamiento se incluyan enfriamientos intermedios los cuales tienen por objeto estabilizar la fase y las temperaturas de transformación; así como, la eliminación de vacancias [58].

Durante la transición de orden-desorden cuando las estructuras se acomodan en sitios cristalinos preferentes. Ocurre un fenómeno llamado difusión de vacancias o sitios vacantes, que es favorecida por la alta concentración de estos sitios después del enfriamiento rápido.

En publicaciones recientes sobre la transformación martensítica es objeto de estudio la difusión de sitios vacantes llamado también estabilización, en cuanto a la fase β después de la estabilización presenta un orden B2 y la fase β_1 está representada por la estructura DO_3 [56].

Una particularidad durante el enfriamiento, es que, afecta sensiblemente las temperaturas de transformación. Por ejemplo, en la fase β de la aleación Cu-Zn-Al, se muestra una inestabilidad inicial de sus temperaturas de transformación. Esta misma aleación al ser enfriada hasta la obtención de la fase martensítica arrojó como resultado una fase más estable con temperaturas de transformación relativamente altas a comparación con las nominales. Esto se explica del hecho de que, ocurre un ordenamiento de la martensita, activado por una difusión alta de un gran número de vacancias.

Como ya se había señalado, durante en enfriamiento se atrapan estas vacancias, las cuales difunden lentamente a temperatura ambiente modificando las fases β (B2) y β_1 (DO_3).

Por ejemplo, de la aleación Cu-Zn-Al presenta una evolución de Ms medida justo después del templado (enfriamiento rápido) respecto a una medición realizada una semana después. Sin embargo, se pueden obtener temperaturas de transformación estables mediante "post-templados" o bien realizando un "templado escalonado" [69].

Otro fenómeno parte de la naturaleza metaestable de la fase austenita β y de la fase martensítica α en este tipo de aleaciones, al ser expuestas a altas temperaturas y tiempos prolongados fuera de las zonas establecidas, puede favorecer la formación de fases en equilibrio^A o precipitación^B como se

^A Condición de balance dinámico, donde las composiciones de energía libre son mas bajas. Cada fase esta completamente saturada con todas las otras fases que están presentes, pero nunca sobresaturadas .

^B la precipitación ocurre cuando la aleación se enfría en las temperaturas donde las dos fases coexisten. es nucleada hacia los limites grano y otras imperfecciones del material.



muestra en el diagrama de transformación de la aleación Cu-Zn-Al, figura 1.33 [70].

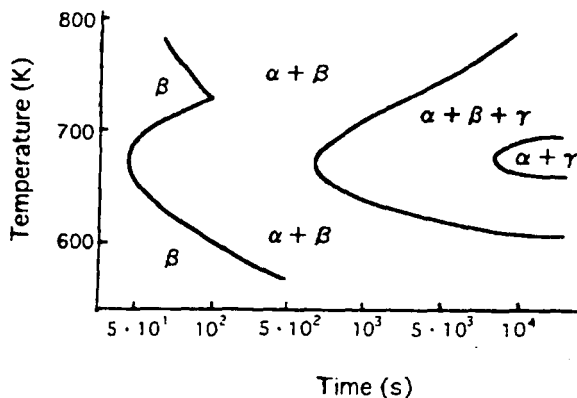


Figura 1.33. Diagrama TTT de la aleación Cu-20Zn-5Al [70].

Este tratamiento térmico recibe el nombre de envejecimiento y evidentemente afecta las propiedades de memoria de forma en las aleaciones. figura 1.34.

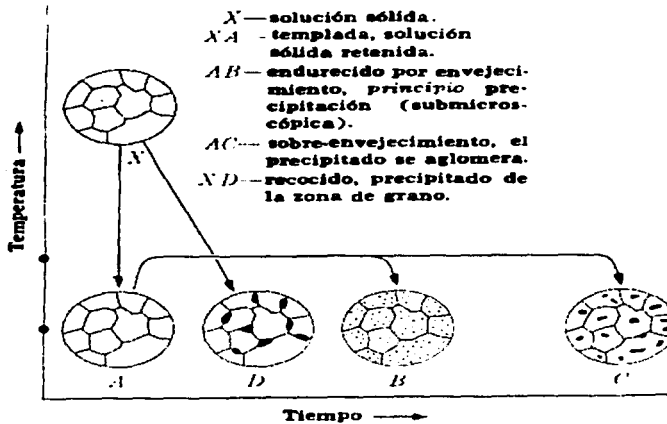


Figura. 1.34. Precipitación microscópica inducida por envejecimiento [71].

Durante la primera etapa del envejecimiento las temperaturas de transformación (M_s , M_f , A_s y A_f) cambian, ya que al comenzar a formarse los precipitados, se empobrece la fase beta en alguno de los elementos; por lo que, al final sólo hay fases de equilibrio, es decir, ya no puede haber transformación martensítica.

1.9.7 DIAGRAMA TIEMPO-TEMPERATURA-TRANSFORMACIÓN (TTT).

Como resultado de los estudios que realizó Flores sobre la estabilidad térmica de la fase beta del Cu-Al-Be, presentó el diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) que se muestra en la figura 1.35. En el diagrama la línea que separa la zona de estabilidad de la fase beta con las fases de equilibrio, corresponde al inicio de la precipitación (medida por análisis térmico diferencial).



ASPECTOS TEÓRICOS.

En el diagrama TTT se ve como a temperaturas ligeramente mayores que 100°C la fase beta (metaestable) se mantiene "estable" durante más de 1000 hrs., mientras que a temperaturas intermedias (cercanas a los 275°C) puede tener una fase beta estable hasta por más de 100 hrs.

Para temperaturas inferiores a 275°C y tiempos de mas de 100 hrs de tratamiento la primera fase precipitada es α_2 (Figura 1.35), mientras que para temperaturas superiores, corresponde la fase γ_2 [58].

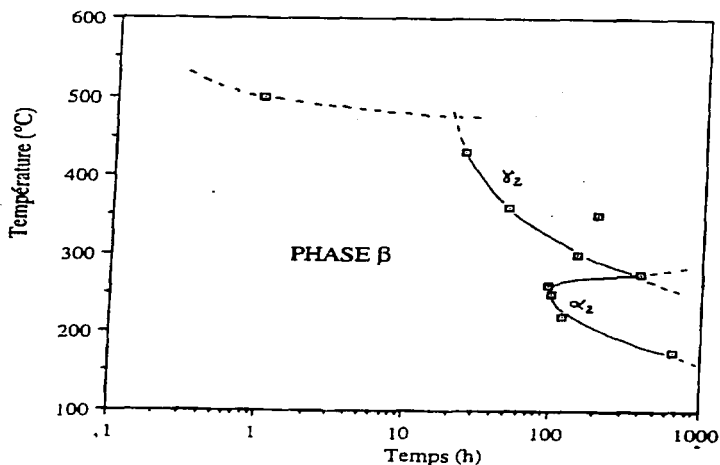


Figura 1.35. Diagrama TTT (Tiempo Temperatura Transformación). [58].

1.9.8 HISTÉRESIS.

Durante el aumento de los tiempos de tratamiento, Flores observó que existe un incremento de la histéresis en la transformación. Esta es mayor durante el tiempo considerado como de precipitación (observado en curvas de calorimetría y en las curvas Ms).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



ASPECTOS TEÓRICOS.

Para estos casos se debe considerar la formación de precipitados durante la transformación, este movimiento en las interfaces produce una fuerte histéresis. Esta evolución se observa en la figura 1.36 donde se muestra el aumento de la histéresis de transformación para diferentes tiempos de tratamiento. [58]

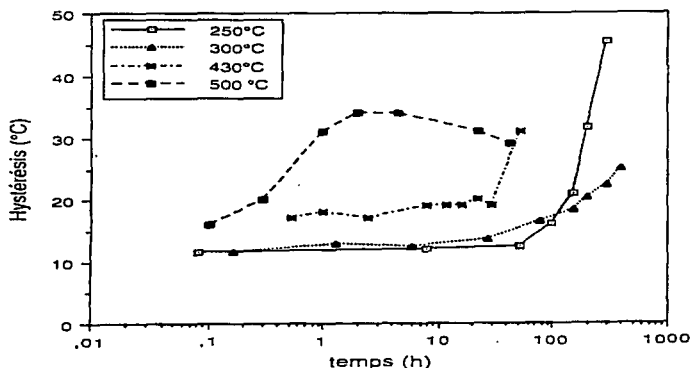


Figura 1.36. Evolución de la histéresis de transformación para diferentes temperaturas. [58]

En estudios realizados, Lovey [72] supuso que este aumento de la histéresis se debe a que durante el envejecimiento hay formación de limitaciones cristalinas. Estas limitaciones se crean durante la distorsión plástica producida por la transformación martensítica frenado por la presencia del precipitado en la matriz. Esta distorsión es más importante cuando el tamaño del precipitado es mayor.

Para tiempos más largos de tratamiento donde la evolución de la transformación es importante, la fluctuación sobre la magnitud aumenta. El crecimiento rápido antes de la transición, observado para temperaturas bajas, no resulta ser significativo. La evolución de la magnitud medida es mostrada en la figura 1.37 de ésta se observa su influencia en las bajas temperaturas, la medida aumenta; mientras para las altas temperaturas estas disminuyen. Estos son los picos examinados en la transformación.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

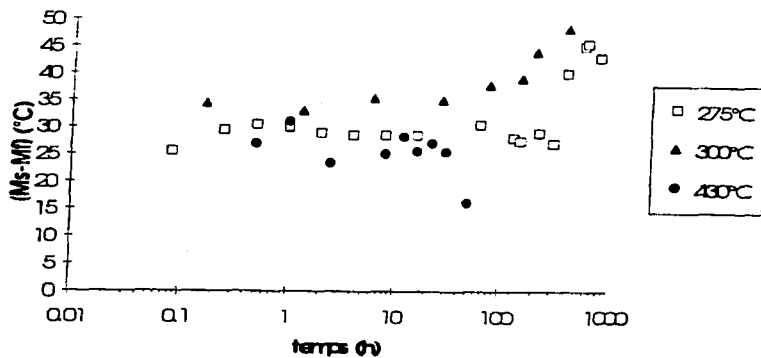


Figura 1.37. Las diferencias de las temperaturas de transformación en función de los tiempos de tratamiento. [58]

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



CAPÍTULO II

TÉCNICAS EXPERIMENTALES



2.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.

Como se menciona anteriormente, para que la aleaciones de cobre con memoria de forma, para que estas puedan adquirir sus propiedades es necesario someterlas a un tratamiento térmico específico. Esto se debe a que las aleaciones de cobre presentan la fase austenita β estable a altas temperaturas (Figura 1.27).

La fase austenítica es metaestable a temperatura ambiente ya que es obtenida por templado desde una temperatura a la que es estable y sufre la transformación martensítica que depende de su composición química. Para el caso de las aleaciones de cobre el tratamiento recibe el nombre de betatizado que es parecido al temple, ya que se realiza desde una temperatura donde la fase beta es estable. El enfriamiento rápido sólo sirve para retener a temperatura ambiente dicha fase [56].

2.2 MICROSCOPIA ÓPTICA.

Esta técnica se sirve de la luz visible para crear una imagen aumentada del objeto.

Algunos microscopios ópticos pueden aumentar un objeto por encima de las 2,000 veces su tamaño original.

El microscopio óptico consiste en dos sistemas de lentes, el objetivo y el ocular, montados en extremos opuestos de un tubo cerrado figura 2.1. El objetivo está compuesto de varias lentes que crean una imagen real aumentada del objeto examinado. Las lentes de los microscopios están dispuestas de forma tal que el objetivo se encuentre en el punto focal del ocular. Cuando se mira a través del ocular se ve una imagen virtual aumentada de la imagen real. El aumento total del microscopio depende de las distancias focales de los dos sistemas de lentes.

El equipamiento de un microscopio óptico consta de un armazón con un soporte que sostiene el material examinado y de un mecanismo que permite acercar y alejar el tubo para enfocar la muestra.

La fotomicrografía, que consiste en fotografiar objetos a través de un microscopio, utiliza una cámara montada por encima del ocular del microscopio. La cámara suele carecer de objetivo, ya que el microscopio actúa como tal.



TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El término microfotografía, utilizado a veces en lugar de fotomicrografía, se refiere a una técnica de duplicación y reducción de fotografías y documentos a un tamaño minúsculo para guardarlos en un archivo.

Los microscopios que se utilizan en entornos científicos cuentan con varias mejoras que permiten un estudio integral de la muestra. Dado que la imagen de la muestra está ampliada muchas veces e invertida, es difícil moverla de forma manual. Por ello los soportes de los microscopios ópticos de alta potencia están montados en una plataforma que se puede mover con tornillos micrométricos. Algunos microscopios cuentan con soportes giratorios. Todos los microscopios de investigación cuentan con tres o más objetivos montados en un cabezal móvil que permite variar la potencia de aumento.

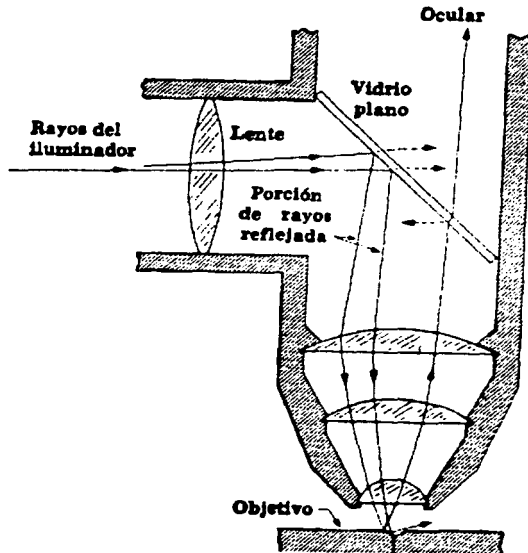


Figura 2.1. Diagrama de un microscopio óptico [73].



TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Dos lentes convexas bastan para construir un microscopio. Cada lente hace converger los rayos luminosos que la atraviesan. Una de ellas, llamada objetivo, se sitúa cerca del objeto que se quiere estudiar. El objetivo forma una imagen real aumentada e invertida. Se dice que la imagen es real porque los rayos luminosos pasan realmente por el lugar de la imagen.

La imagen es observada por la segunda lente, llamada ocular, que actúa como una lupa. El ocular está situado de modo que no forma una segunda imagen real, sino que hace divergir los rayos luminosos, que al entrar en el ojo del observador parecen proceder de una gran imagen invertida situada más allá del objetivo. Como los rayos luminosos no pasan realmente por ese lugar, se dice que la imagen es virtual.

2.3 RESISTIVIDAD ELECTRICA DE CUATRO PUNTAS.

La resistividad eléctrica de un material tiene su origen a nivel microscópico cuando los electrones que pasan a través de él chocan con sus átomos, esto se provoca cuando a un material se le aplica cierta diferencia de potencial d.d.p y una pequeña corriente determinada. La resistividad cambia con la variación de la temperatura en el material, ya que cuando se tiene una temperatura baja el choque de los electrones es menor, esto es causado porque los átomos del material permanecen quietos por la baja temperatura. Lo contrario sucede con temperaturas altas, los átomos tienen más movimiento impidiendo el paso de los electrones [74].

La técnica que se utilizó para medir la resistividad eléctrica en las muestras y poder aproximar las temperaturas de transformación fue por el método de cuatro puntas.

La resistividad eléctrica en un metal esta definida por dos componentes, una de temperatura y la otra residual.

$$\rho_{\text{Total}} = \rho_T + \rho_r$$

ρ_T = Componente de temperatura.

ρ_r = Componente residual.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



El coeficiente residual ρ_r es casi independiente de la temperatura y se hace significativo solamente a bajas temperaturas. Para la mayoría de los metales a temperaturas por encima de -200°C , la resistividad eléctrica varía linealmente con la temperatura, así la resistividad eléctrica de muchos metales puede ser determinada por la ecuación: [75]

$$\rho_T = \rho_{0^\circ\text{C}} (1 + \alpha_T T).$$

en donde:

$\rho_{0^\circ\text{C}}$ = Conductividad eléctrica a 0°C .

α_T = Coeficiente térmico de resistividad $^\circ\text{C}^{-1}$

T = Temperatura del material.

2.4 ANÁLISIS QUÍMICO.

Un análisis químico es un conjunto de técnicas y procedimientos empleados para identificar y cuantificar la composición química de una sustancia. En un análisis cualitativo se pretende identificar las sustancias de una muestra. En el análisis cuantitativo lo que se busca es determinar la cantidad o concentración en que se encuentra una sustancia específica en una muestra. Por ejemplo, averiguar si una muestra de acero al carbono contiene el elemento carbono sería un análisis cualitativo, y medir el porcentaje en masa de carbono de esa muestra constituiría un análisis cuantitativo.

Un análisis efectivo de una muestra suele basarse en una reacción química del componente, que produce una cualidad fácilmente identificable, como color, calor o insolubilidad. Los análisis gravimétricos basados en la medición de la masa de precipitados del componente, y los análisis volumétricos, que dependen de la medición de volúmenes de disoluciones que reaccionan con el componente, se conocen como métodos por vía húmeda, y resultan más laboriosos y menos versátiles que los métodos más modernos.

Los métodos instrumentales de análisis basados en instrumentos electrónicos cobraron gran importancia en la década de 1950, y hoy la mayoría de las técnicas analíticas se apoyan en estos equipos.



TÉCNICAS EXPERIMENTALES

La determinación de la composición química de una sustancia es fundamental en el comercio, en las legislaciones y en muchos campos de la ciencia. Por ello, el análisis químico se diversifica en numerosas formas especializadas. Frecuentemente la tarea de los químicos consiste en analizar materiales tan diversos como acero inoxidable, cerveza, uñas, pétalos de rosa, humo, medicamentos o papel. Para determinar la identidad o cantidad de un elemento de estos materiales, se procede en primer lugar a la toma de la muestra, lo que implica la selección de una cantidad y grado de uniformidad de material requeridos para el análisis (además de homogénea, la muestra debe ser representativa).

A continuación se separan de la muestra los componentes deseados o aquellos que puedan interferir en el estudio. El método de separación idóneo dependerá de la naturaleza del componente a analizar y de la muestra en sí. La separación se basa en la posibilidad de utilizar las diferencias existentes en la propiedades físicas y químicas de los componentes. Así, en una mezcla simple de sal y arena es fácil extraer la sal, pues ésta es soluble en agua, mientras que la arena no lo es. En el caso de una mezcla de arena y partículas de hierro, ninguna de las dos partes es soluble en agua, pero el hierro tiene propiedades magnéticas y la arena no [76].

La cromatografía es el método de separación más usual y tiene varias modalidades dependiendo de la naturaleza de la columna cromatográfica y de la interacción de los componentes de la muestra. Las dos formas más importantes son la cromatografía por filtración, en la que grandes moléculas se separan según su tamaño, por intercambio iónico, separándose los componentes iónicos. En la cromatografía en fase gaseosa son los componentes volátiles los que se separan de la muestra, y en la cromatografía en fase líquida, las pequeñas moléculas neutras de una disolución.

El objeto de la separación es obtener el componente deseado en forma pura, o parcialmente pura, para su determinación analítica, o eliminar otros componentes cuya presencia obstaculizaría la medición, o ambas cosas a la vez. En general, la separación es innecesaria cuando el método de análisis resulta específico o selectivo y responde al componente deseado, ignorando los demás. Por ejemplo, para medir el PH de la sangre con un electrodo de vidrio, no es necesario un proceso previo de separación.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Otro proceso previo para el análisis cualitativo y cuantitativo es la calibración. La respuesta del método analítico y la sensibilidad del equipo mecánico y electrónico empleado respecto al componente deseado debe calibrarse usando un componente puro o una muestra que contenga una cantidad conocida de ese componente.

La espectroscopía, o estudio de las interacciones de la radiación electromagnética con la materia, es el mayor y más exacto de los métodos instrumentales utilizados en los análisis químicos y en toda la ciencia química. El espectro electromagnético se divide en la siguiente gama de longitudes de onda: rayos gamma, rayos X, ultravioletas, visibles, infrarrojos, microondas y ondas radioeléctricas.

Las interacciones electromagnéticas con la materia provocan la absorción o emisión de energía a través de la transición de los electrones entre niveles cuánticos o discretos de energía, vibraciones de enlaces, rotaciones moleculares y transición de electrones entre orbitales de átomos y moléculas. Todas estas interacciones tienen lugar en instrumentos denominados espectrómetros, espectrofotómetros o espectroscopios. Los espectros generados en esos equipos se graban gráfica o fotográficamente en espectrogramas o espectrógrafos, que permiten el estudio de la longitud de onda y la intensidad de la radiación absorbida o emitida por la muestra analizada.

La absorción espectrofotométrica en las gamas visible y ultravioleta del espectro electromagnético es un método espectral cuantitativo común para sustancias orgánicas e inorgánicas. Con esta técnica se mide la transparencia relativa de una disolución, antes y después de hacerla reaccionar con un reactivo colorante. La disminución que se produce en la transparencia de la disolución es proporcional a la concentración del compuesto analizado.

La espectrofotometría de absorción de infrarrojos es adecuada para análisis orgánicos, pues los enlaces en alquenos, ésteres, alcoholes y otros grupos funcionales tienen fuerzas muy diferentes y absorben la radiación de infrarrojos en una gran variedad de frecuencias o energías. Esta absorción se refleja en el espectrógrafo en forma de picos [77] [78].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



3.1 PARÁMETROS DE LAS MUESTRAS FABRICADAS POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.

Las muestras de fundición utilizadas en la investigación fueron proporcionadas por la compañía Trifemetaux (Empresa francesa fabricante de aleaciones Cu-Al-Be) con las temperaturas de transformación nominales siguientes:

$$M_s = -60 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$M_f = -82 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$A_s = -68 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$A_f = -52 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Para la fabricación de las cintas por solidificación rápida se tomaron en cuenta los siguientes parámetros:

- ✓ La velocidad de la rueda de cobre.
- ✓ La presión requerida para el sistema de inyección.
- ✓ Diámetro de salida del crisol.
- ✓ Distancia entre el crisol y la rueda.
- ✓ Inclinación del crisol con respecto a la tangente de la rueda en el punto de contacto.

Las cintas obtenidas son de espesor de entre 30 y 50 micras con un ancho de entre 2 y 7 milímetros.

Las velocidades lineales se determinaron teniendo las rpm y el radio de la rueda de cobre (10 cm); para la muestra CF40 la velocidad fue de 36.1 m/s, y la muestra CF50 47.3 m/s.

El crisol utilizado fue de cuarzo con un orificio de 1mm de diámetro aproximadamente, esto favoreció a que la tensión superficial contuviera el vaciado cuando la aleación estuviese completamente fundida, y el vaciado se realizara solamente en el momento de inyectar gas argón por la parte posterior del crisol con una presión de 3.5 Kg/cm^2 . La distancia entre la rueda de cobre y el orificio fue de 3mm, con una inclinación del crisol de 10° con respecto a la normal a la tangente de la rueda. El templado secundario se realizó al aire.



3.2 CLASIFICACIÓN DE MUESTRAS.

Las muestras se clasificaron de acuerdo a las condiciones de fabricación:

Muestra CF40: Fabricada por solidificación rápida a una velocidad 36.1 m/s y templado secundario en aire.

Muestra CF50: Fabricada por solidificación rápida a una velocidad de 47.3 m/s y templado secundario en aire [1].

3.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.

En la presente investigación se realizaron tratamientos térmicos en el horno de vacío y atmósferas controladas de modelo 15-3X4-W-Y-02S5-A-25 CENTORR. Estos tratamientos se realizaron en vacío y nitrógeno a la muestra CF 40 y CF50, a 700°C durante los siguientes tiempos:

Muestras tratadas en vacío y nitrógeno		Tiempo de tratamiento.
CF 40	CF50	32 min
CF 40	CF50	64 min.
CF 40	CF50	90 min.
CF 40	CF50	120 min.
CF40	CF50	10 hr.
CF 40	CF50	24 hr. .

Tabla 3.1. tiempos de tratamientos térmicos a las muestras CF40 y CF50.

Una vez terminado el tratamiento térmico, las muestras fueron sometidas a un baño de agua hirviendo a 96°C durante 15 minutos (betatizado)[58], tal como se puede observar en el diagrama de la figura 3.1 (a), con el fin de obtener una fase estable y eliminar vacancias.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

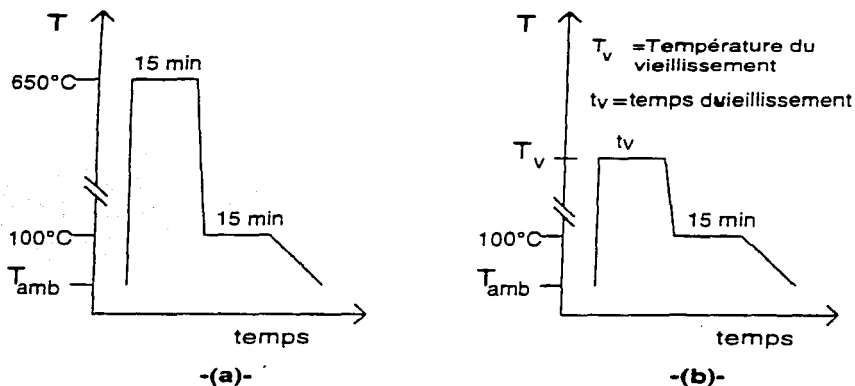


Figura 3.1. Esquemas de tratamientos térmicos. (a) Para obtener la fase Beta; (b) Para envejecimiento. [58].

3.4 MICROSCOPIA ÓPTICA.

Con las muestras CF40 y CF50 tratadas térmicamente en vacío y nitrógeno, se procedió a cortarlas dándoles una dimensión de 4 X 6 mm y posteriormente colocarlas en una probeta, para pulirlas con paño y una suspensión de alumina de las medidas 5 μ m, 1 μ m, 0.3 μ m, 0.05 μ m, posteriormente se observaron en el microscopio (marca Olympus, modelo AHTM-3) metalográfico y se tomaron microfotografías de la microestructura de las muestras en cinta.

Las muestras fueron atacadas con una solución química [58] de composición:

95 ml de etanol + 2 gr. De FeCl₃ + 2 ml de HCl.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



DESARROLLO EXPERIMENTAL

El ataque duro 10 segundos, después las muestras fueron limpiadas con acetona para detener la reacción e impedir que las muestras se sobreataquen.

3.5 RESISTIVIDAD ELECTRICA DE CUATRO PUNTAS.

Este método consiste en dos fases; primero hay que disminuir la temperatura de la muestra desde la ambiente hasta aproximadamente -200°C , y aplicando una corriente de 10 mA. Esto para ver como cambia la resistividad con respecto a la temperatura. Posteriormente tenemos que aumentar la temperatura hasta temperatura ambiente para ver el mismo comportamiento y poder tener una aproximación a las temperaturas de transición de la muestra [79].

La muestra CF50 fue sometida a la prueba del análisis por resistividad eléctrica, para lo cual se recortaron muestras con las siguientes dimensiones: 10mm X 4mm X 0.004 mm. Posteriormente fueron montadas en el porta muestras del equipo de resistividad eléctrica y se aseguro la conexión de las cuatro puntas con pintura de plata para garantizar el paso de la corriente (10 miliamperes) y voltaje, aplicado a la muestra, tal y como se muestra en la figura 3.2.

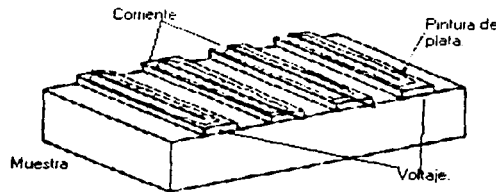


Figura 3.2. Se muestra la forma de hacer la conexión de las cuatro puntas sobre la superficie de la muestra, la corriente en la parte interna y el voltaje en los extremos [79].

El porta muestras que forma parte de una sonda es introducida por la parte superior del equipo, instalando la muestra en la parte inferior del sistema, figura 3.3.

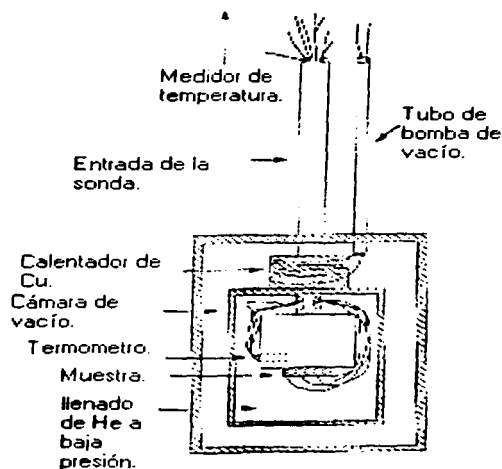


Figura 3.3. Sistema en el cual se lleva a cabo la prueba de resistividad eléctrica [79].

Después del montaje, se introduce la muestra al sistema y se realiza un pre-vacío con bomba mecánica y posteriormente se pone en marcha la bomba difusora que produce el alto vacío (10^{-5} Torr), posteriormente se procede a disminuir la temperatura con el sistema de refrigeración que funciona con helio, hasta alcanzar una temperatura de 150 K aproximadamente, inmediatamente después se enciende el calentador para alcanzar nuevamente la temperatura ambiente y poder sacar la muestra del sistema. El sistema cuenta con un sistema de adquisición de datos que monitoréa el cambio de resistencia eléctrica por cada grado Kelvin de temperatura.



3.6 ANÁLISIS QUÍMICO.

El análisis químico fue realizado en el Complejo industrial de Chihuahua del Centro de Investigaciones de Materiales Avanzados, S.C. La técnica aplicada fue la de absorción atómica, esta técnica se aplicó para estudiar la composición química de la muestra después de haberse realizado los tratamientos térmicos y verificar si existe alguna variación en la composición química.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



CAPÍTULO IV

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

A continuación se presentan los resultados obtenidos mediante esta técnica de análisis. Una vez preparadas las muestras se obtuvieron fotografías de las microestructuras y se procedió a examinar los resultados para estudiar los tiempos de duración de los tratamientos térmicos y la relación de éstos con la aparición de la fase martensita, y la influencia de las atmósferas utilizadas durante estos procesos.

4.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS

A continuación se presentan los resultados obtenidos después de haber practicado los tratamientos térmicos en diferentes atmósferas, dichos resultados fueron obtenidos a partir de la observación por microscopía óptica y de la microestructura que presentan las muestras después de los tratamientos térmicos.

4.2.1 MUESTRAS TRATADAS EN ATMÓSFERA.

En las muestras tratadas en atmósfera ambiente, la fase martensita comenzó a aparecer a los 90 y 120 minutos de tratamiento, como se muestra en la micrografía de la figura 4.1 (a), y a las 24 horas toda la muestra cambia de fase austenita a fase martensita, tal como se muestra en la micrografía 4.1 (b) [1].

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA



Figura 4.1 (a) Muestra tratada 90 minutos, CF50, 10X. (b), muestra tratada 24 horas, CF50, 20X [1].

Tiempo de tratamiento en atmósfera ambiente.	Tipo de fase observada. (Microscopía óptica)
32 (min.)	Austenita.
64 (min.)	Austenita.
90 (min)	Comienzan a aparecer pequeños granos con martensita.
120 (min)	Comienzan a aparecer pequeños granos con martensita.
24 (hr.)	Martensita.

Tabla 4.1 Resultados observados de las micrografías de las muestras CF50 tratadas en atmósfera ambiente.



4.2.2 MUESTRAS TRATADAS EN VACÍO.

La figura 4.2 y 4.3 presentan los resultados de los tratamientos térmicos en vacío. Para la micrografía (a) de la figura 4.2, la muestra tratada 120 minutos permanece en fase austenita, mientras que en la micrografía 4.2 (b), la martensita empieza a aparecer en algunos granos después de 10 horas de tratamiento. En la micrografía 4.3, de la muestra tratada 24 horas la muestra presenta fase martensita en todos los granos.

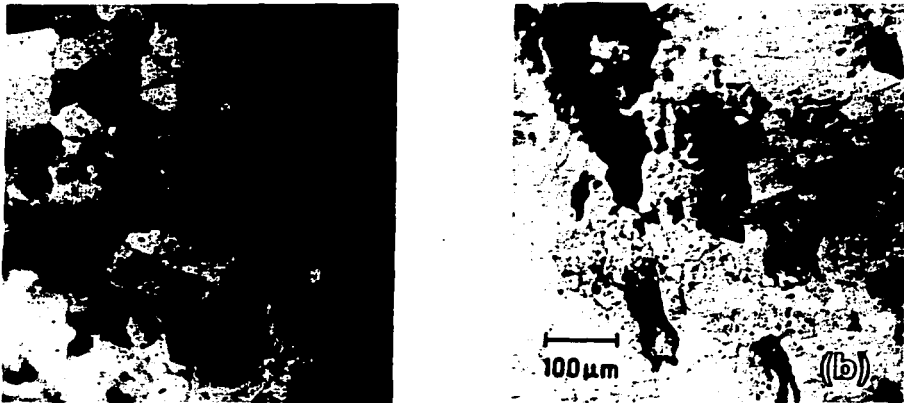


Figura 4.2. Micrografías de muestras tratadas en vacío; (a), CF50, 20X, tratada 120 minutos. (b), CF40, 10X, tratada 10 horas.



Figura 4.3. Micrografía de la muestra tratada en vacío 24 horas; CF50, 20X.

Tiempo de tratamiento en vacío.	Tipo de fase observada. (Microscopía óptica)
32 (min.)	Austenita.
64 (min.)	Austenita.
90 (min.)	Austenita.
120 (min.)	Austenita.
10 (hr.)	Aparece martensita en las esquinas de la muestra.
24 (hr.)	Martensita.

Tabla 4.2. Resultados observados de las micrográficas de las muestras CF40 y CF50 tratadas en vacío.

Las muestras tratadas durante 32, 64, 90 y 120 minutos no presentan fase martensita en sus granos, toda la muestra permanece en fase austenita, en las figura 4.4 (a), (b), (c), (d) se observa un crecimiento de grano no homogéneo. Con un tamaño de grano aproximado de 30 a 50 micras, en donde se observa la recrystalización de los granos en las muestras.

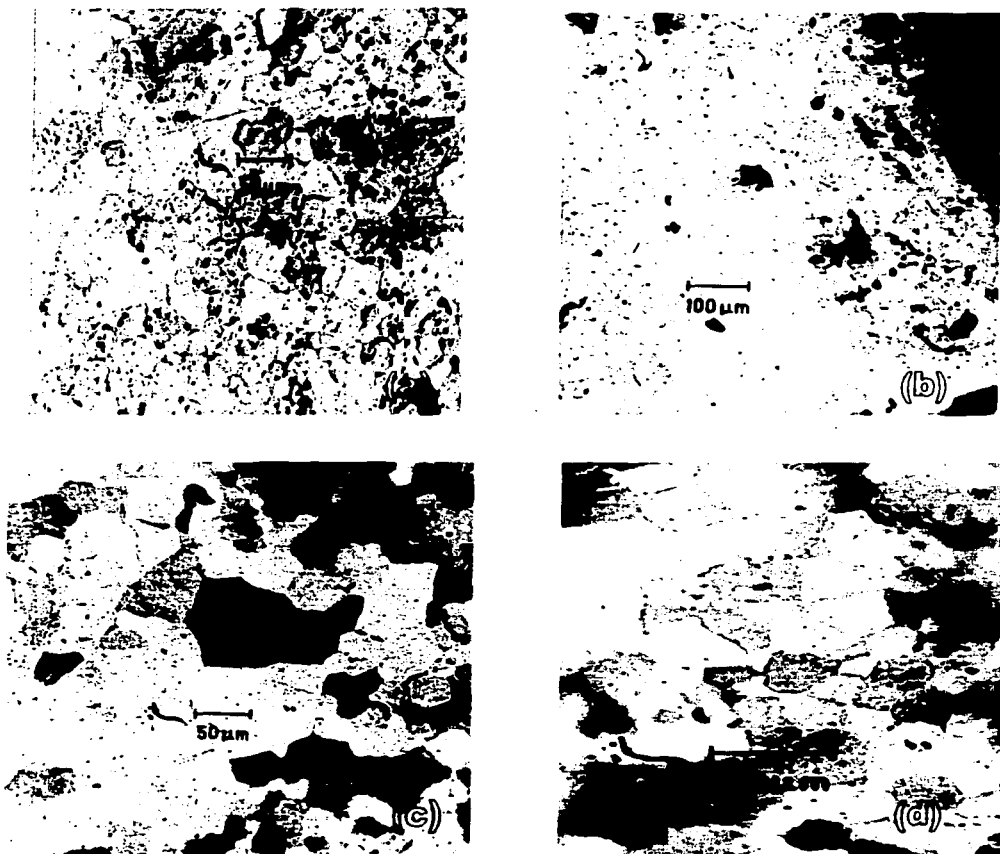


Figura 4.4 (a) CF40 tratada 32 min. 20X, (b) CF40 tratada 64 min. 10X, (c) CF40 tratada 90 min. 20X, (d) CF50 tratada 120 min. 20X.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

4.5

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

En la muestra CF40 tratada 10 horas, micrografía 4.5 (a) se puede observar como la microestructura martensítica crece en algunos granos, mientras que en la muestra CF 40 tratada 24 horas, micrografía 4.5 (b) y 4.6 (c), se nota claramente la microestructura martensítica en su totalidad.

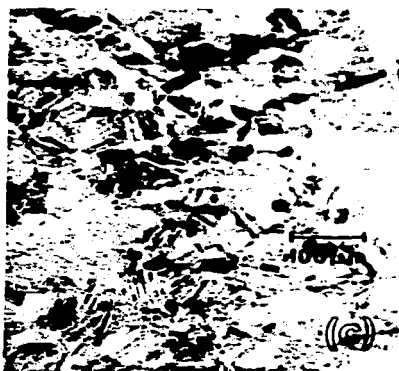


Figura 4.5 (a), Micrografía de la muestra CF40, tratada 10 horas en vacío, 10X, (b), muestra CF40, tratada 24 horas, 20X, (c), muestra CF40, tratada 24 horas, 10X.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

4.2.3 MUESTRAS TRATADAS EN NITRÓGENO.

Para las muestras tratadas en nitrógeno a 10 horas, no presentan fase martensita, como se observa en la micrografía 4.6 (a), mientras que para la muestra tratada 24 horas se observa el inicio del crecimiento de la fase martensita, como se puede observar en la micrografía 4.6 (b).

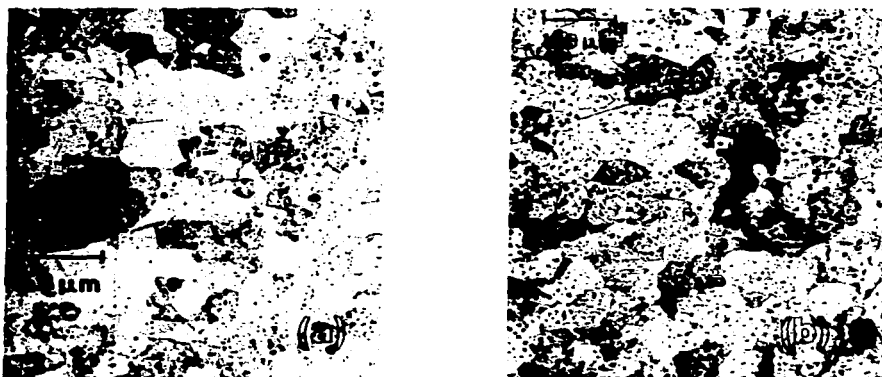


Figura 4.6 (a), Micrografía de la muestra CF40, 20X tratada 10 horas en nitrógeno. (b), micrografía de la muestra CF50, 10X tratada 24 horas en nitrógeno.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

Tiempo de tratamiento en nitrógeno.	Tipo de fase observada. (Microscopía óptica)
32 (min.)	Austenita.
64 (min.)	Austenita.
90 (min)	Austenita.
120 (min)	Austenita.
10 (hr.)	Austenita.
24 (hr.)	Aparecen pequeños granos con martensita.

Tabla 4.3 Resultados observados de las micrografías de las muestras tratadas en nitrógeno.

En las muestras tratadas en nitrógeno no se observó fase martensita durante los tiempos 32, 64, 90, 120 minutos y 10 horas, toda la muestra permanece en fase austenita.

En la figura 4.7 (a) de la muestra tratada con nitrógeno se observa la presencia de un grano mayor aproximado de 30 micras y a su alrededor se observan granos de 10 micras, lo cual indica un crecimiento no homogéneo de grano, en la micrografía 4.7 (b) se nota que existe un crecimiento homogéneo de grano, debido a que los granos en su mayoría son de 14 micras pero en las micrografías de la figura 4.8 (a), 4.8 (b) y 4.8 (c), el crecimiento de grano es no homogéneo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Fig 4.7

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

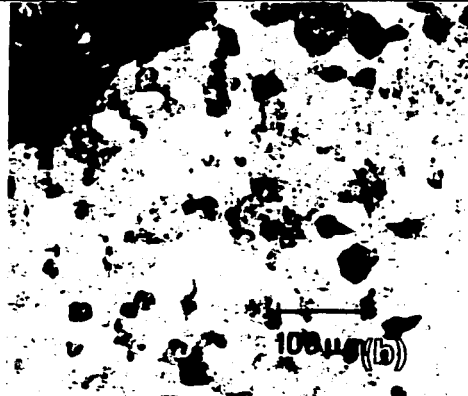


Figura 4.7 Micrografías; (a) CF40 tratada 32 min. 20X, (b) CF40 tratada 64 min. 10X.

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

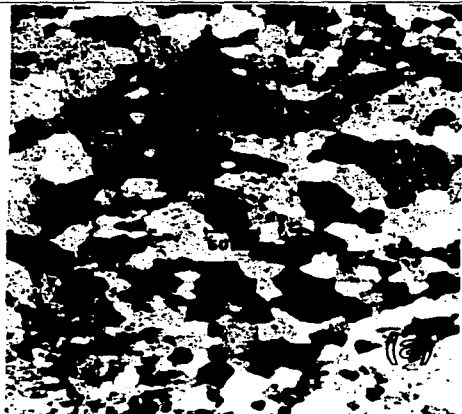


Figura 4.8. Micrografías; (a) CF 40 tratada 90 min. 20X, (b) CF 40 tratada 120 min. 20X, (c) CF 40 tratada 10 hr. 20X.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

Para la muestra CF50 tratada 24 horas, la micrografía 4.9, se observa el crecimiento de algunas agujas de martensita sobre los granos de fase austenita, y el crecimiento de grano sigue siendo de una manera no homogénea.

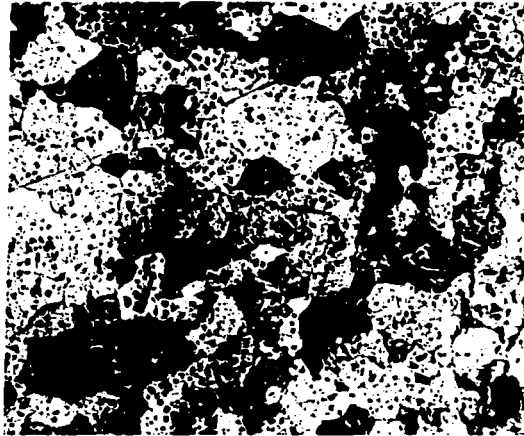


Figura 4.9. Micrografía de la muestra CF50 tratada 24 horas, 10X.

4.3 RESISTIVIDAD ELÉCTRICA DE CUATRO PUNTAS.

En las siguientes graficas se muestran algunos de los resultados que se obtuvieron al graficar la resistencia eléctrica con respecto a la temperatura en las muestras tratadas térmicamente.

Las curvas de resistividad eléctrica obtenidas, fueron utilizadas para caracterizar las temperaturas de transformación (Ms, Mf, As y Af) de las muestras tratadas. La medición aproximada de las temperaturas de transformación medidas para las muestras se presentan en las tablas 4.4, 4.5, 4.6.

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

ES

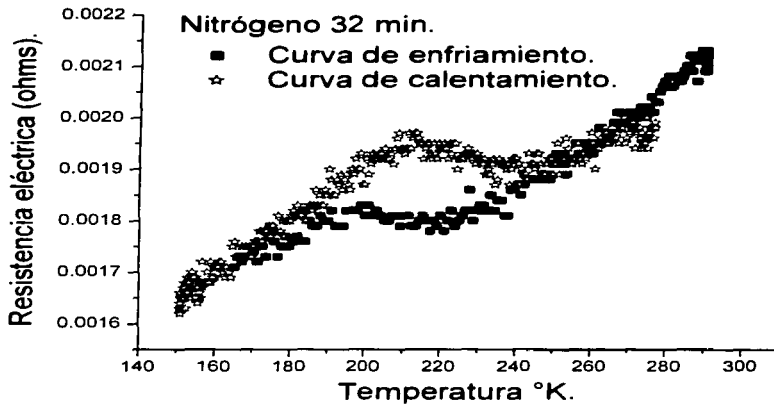


Figura 4.10. Muestra CF50 tratada 32 minutos en nitrógeno.

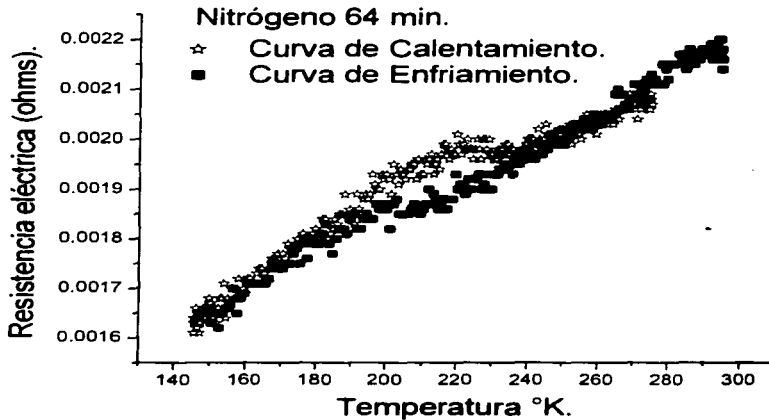


Figura 4.11. Muestra CF50 tratada 64 minutos en nitrógeno.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

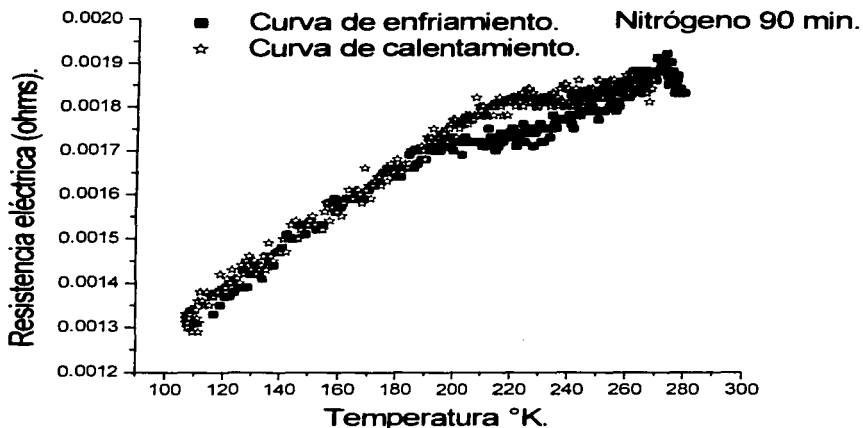


Figura 4.12. Muestra CF50 tratada 90 minutos en nitrógeno.

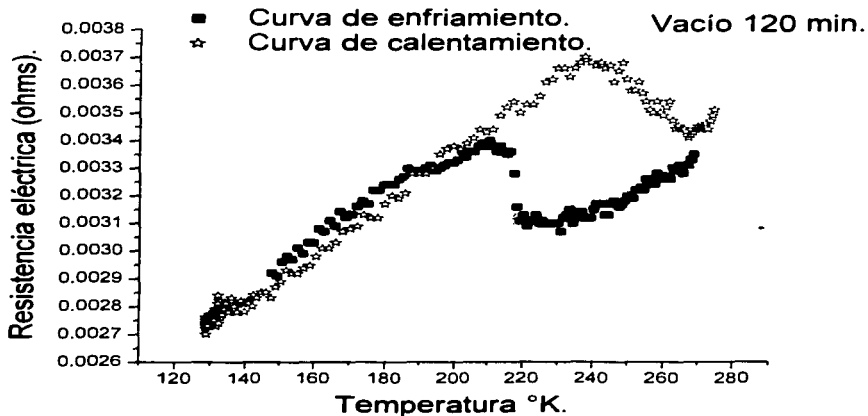


Figura 4.13. Muestra CF50 tratada 120 minutos en vacío.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

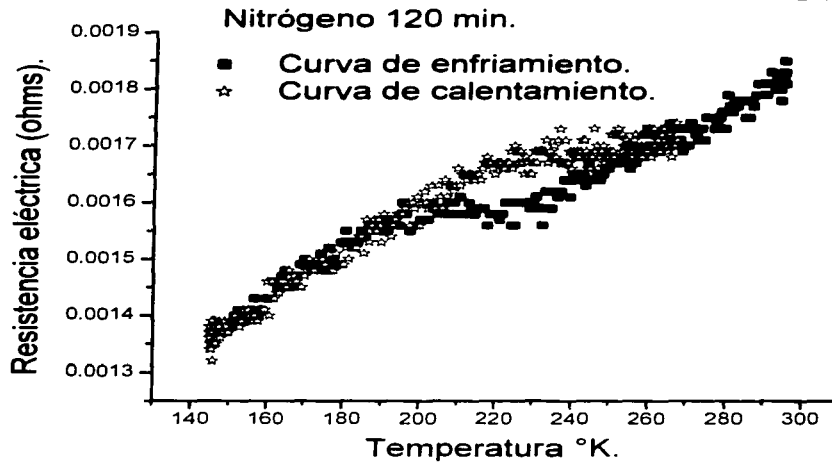


Figura 4.14. Muestra CF50 tratada 120 minutos en vacío.

En las siguientes tablas se muestran las diferentes temperaturas de transformación obtenidas por resistividad eléctrica de cuatro puntas para cada una de las muestras , permitiéndonos hacer una comparación entre ellas.

Tiempo de tratamiento (minutos).	Ms. (°C).	Mf. (°C).	As. (°C).	Af. (°C).	Ms-Af (°C).
32	-47.11	-69.23	-78.34	-54.68	7.57
64	-51.73	-72.96	-56.18	-37.54	14.19
90	-50.64	-71.42	-56.8	-36.51	14.13
120	-38.56	-69.71	-37.57	-3.16	35.4

Tabla 4.4. Temperaturas de transformación obtenidas en vacío.

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

Tiempo de tratamiento (minutos).	Ms. (°C).	Mf. (°C).	As. (°C).	Af. (°C).	Ms-Af (°C).
32	-41.09	-86.85	-67.08	-23.32	17.77
64	-40.06	-84.41	-63.54	-19.2	20.86
90	-30.18	-83.16	-57.58	-4.11	26.07
120	-28.42	-72.84	-50.21	-3.38	25.04

Tabla 4.5. Temperaturas de transformación obtenidas en nitrógeno.

Tiempo de tratamiento (minutos).	Ms. (°C).	Mf. (°C).	As. (°C).	Af. (°C):	Ms-Af (°C).
32	-46.3	-66.9	-49.68	-32.73	13.57
64	-50.73	-65.51	-62.98	-33.26	17.47
90	-43.14	-64.16	-53.65	-28.04	15.1
120	-36.95	-58	-41.28	-16.48	20.47

Tabla 4.6. Temperaturas de transformación obtenidas en atmósfera [1].

Para muestras tratadas en atmósfera ambiente el intervalo de temperaturas es de 13.57°C para el tiempo de 32 minutos y para el tiempo de 120 el ancho del intervalo es de 20.47°C.

Para la muestra tratada en atmósfera de nitrógeno la histéresis de temperatura es de 17.77°C a 32 minutos de tratamiento y 25.04°C para el tiempo de 120 minutos. La muestra tratada en vacío obtuvo los intervalos menores y mayores en la histéresis, siendo de 7°C a 32 minutos y 35.4°C a 120 minutos.

Los resultados obtenidos en las pruebas de resistividad eléctrica fueron graficados para observar las variaciones de temperaturas de transformación Ms, Mf, As y Af con respecto a el tiempo y la atmósfera de tratamiento térmico.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

En las graficas siguientes, se puede observar el comportamiento de la temperaturas de transformación (Ms, Mf, As, Af) en función del tiempo de tratamiento térmico. Las gráficas para los tratamientos en atmósfera de nitrógeno y vacío se superponen con las gráficas obtenidos para las misma temperatura de tratamiento en atmósfera ambiente, que fueron obtenidas por G .A . Lara [1].

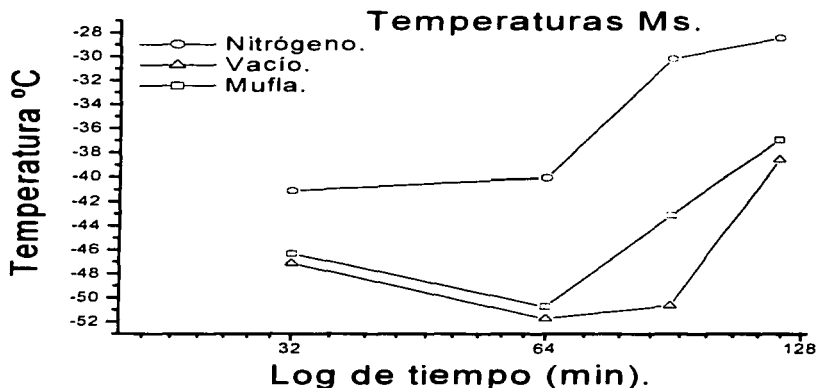


Fig.4.15. Gráficas de temperaturas Ms, temperatura contra log de tiempo de tratamiento térmico para la muestra CF50.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

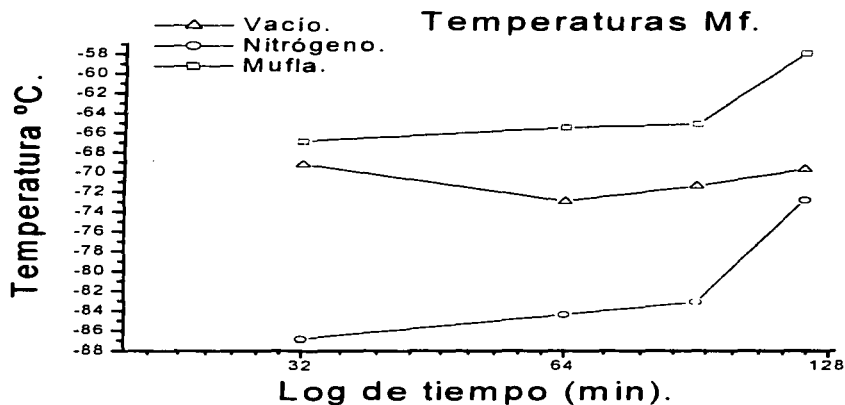


Fig.4.16. Gráficas de temperaturas Mf, temperatura contra log de tiempo de tratamiento térmico para la muestra CF50.

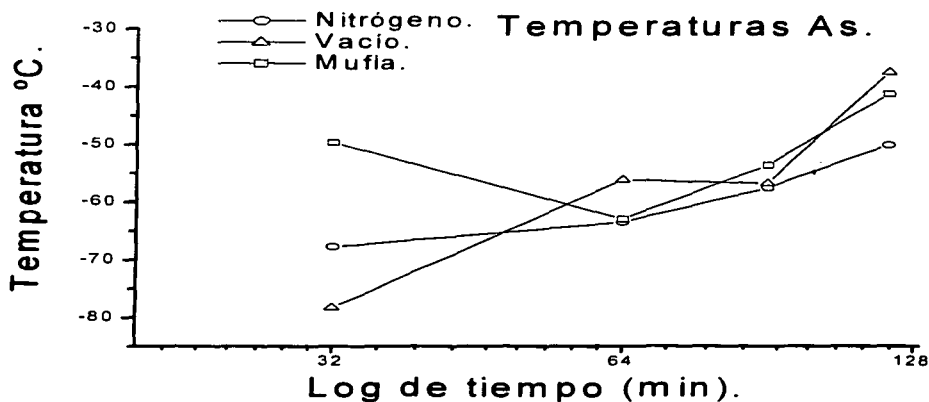


Fig.4.17. Gráficas de temperaturas As, temperatura contra log de tiempo de tratamiento térmico para la muestra CF50.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

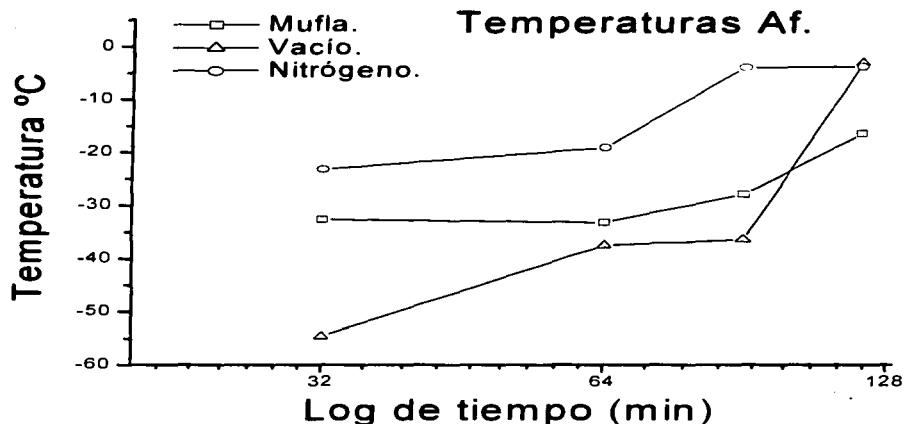


Fig.4.18. Gráficas de temperaturas Af, temperatura contra log de tiempo de tratamiento térmico para la muestra CF50.

Para el inicio de las temperaturas de transformación martensítica Ms, en las muestras tratadas en atmósfera ambiente y vacío, se observa una caída en la temperatura durante el intervalo de 32 a 64 minutos y para el intervalo de 64 a 120 minutos la temperatura aumenta con una pendiente mayor. En la muestra tratada en nitrógeno la temperatura Ms tiene un crecimiento hacia las altas temperaturas.

Las temperaturas Mf, de final de transformación martensítica, las muestras de nitrógeno observan un crecimiento mayor para el intervalo de 90 a 120 minutos; mientras que para las tratadas en vacío la curva permanece constante durante los tiempos 32 a 90 minutos, observándose un incremento para el tiempo de 120 minutos.

Los resultados para atmósfera ambiente se mantienen constantes hasta el tiempo de 90 minutos, donde se aprecia un crecimiento hasta los 120 minutos de tratamiento. Para esta temperatura no se observó una caída de temperatura.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

El comportamiento para la temperatura de inicio de la transformación austenítica A_s , en las muestras tratadas en nitrógeno y vacío, las curvas muestran un crecimiento constante en los diferentes tiempos de tratamiento. A diferencia de la muestra tratada en atmósfera ambiente en la que se observa una caída de temperatura en el intervalo de 32 a 64 minutos donde para el siguiente intervalo de tiempos muestra una pendiente creciente en la temperatura.

Para las temperaturas A_f , final de transformación austenítica, se observó que las muestras tratadas en atmósfera ambiente y nitrógeno, la temperatura A_f se incrementa alrededor de 20°C aproximadamente durante el intervalo de 32 a 120 minutos. Para la muestra tratada en vacío el incremento de temperaturas fue de 51°C para el mismo intervalo de tiempos de tratamiento térmico. Cabe mencionar que para las muestras no se observa una caída de temperaturas.

4.4 ANÁLISIS QUÍMICO.

Los resultados del análisis químico para las muestras CF50, tratadas térmicamente, se resumen en la siguiente tabla:

	Al%	Be%	Cu%
Muestra de fundición Trifemetaux.	11.828	0.4831	87.6889
Tratamiento en vacío.			
90 min.	10.9193	0.3461	88.7346
120 min.	11.6474	0.2835	88.0691
10 hr.	11.8486	0.3125	87.8389
24 hr.	11.2885	0.2639	88.4476
Tratamiento en nitrógeno.			
90 min.	10.4448	0.3571	89.1981
120 min.	11.4075	0.3562	88.2363
10 hr.	11.4256	0.3140	88.2604
24 hr.	11.2596	0.2734	88.4670

Tabla 4.7. Porcentajes de los elementos que componen la muestras CF50 después del tratamiento térmico[^].

[^] El cobre no fue analizado, se calculó siendo la diferencia del total de los otros elementos.



RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN

Tomando como referencia la composición química de la muestra en fundición de la aleación Cu-Al-Be, se puede observar en la tabla 4.7, para el tiempo de 90 minutos, existe una gran pérdida de Cobre y Berilio en los dos tipos de atmósferas con respecto a la muestra en fundición. Mientras que para el tiempo de 120 minutos, se incrementa la pérdida de Berilio para la atmósfera de vacío. Posteriormente para las muestras tratadas en las atmósferas de vacío y nitrógeno, en el intervalo de tiempo comprendido entre 10 y 24 horas, las muestras presentan una pérdida constante de berilio y cobre.



DISCUSIÓN.

Partiendo de los objetivos del presente trabajo de tesis, se discutirán los resultados según el orden de estos:

OBJETIVOS.

1. Puesta en marcha y operación para del horno de vacío CENTORR, después de haberle dado mantenimiento correctivo y preventivo, ubicado en el laboratorio de Comportamiento de Materiales del Centro Tecnológico Aragón.
2. Realizar tratamientos térmicos en vacío y atmósfera de nitrógeno a la aleación con memoria de forma Cu-Al-Be, para las muestras CF40 y CF50.
3. Comparar la aparición de la fase martensítica durante los diferentes tiempos de tratamiento térmico en atmósfera ambiente [1], vacío y atmósfera de nitrógeno en las muestras con memoria de forma Cu-Al-Be CF40 y CF50, fabricadas por solidificación rápida.
4. Estudiar los cambios en las temperaturas de transformación de la muestra con memoria de forma Cu-Al-Be CF50 fabricadas por solidificación rápida, después de los tratamientos térmicos en vacío y atmósfera de nitrógeno, y comparar los resultados con los obtenidos en atmósfera ambiente [1].
5. Comprobar si existen perdidas por oxidación de aluminio en la muestra con memoria de forma Cu-Al-Be CF50 fabricada por solidificación rápida, tratada térmicamente en vacío y .atmósfera de nitrógeno.

El primer objetivo se alcanzó en gran medida, ya que el funcionamiento del horno cumplió con las condiciones necesarias para la experimentación del presente trabajo de tesis (comprobación de vacío, inducción eléctrica de radio frecuencia, refrigeración y uso de atmósferas inertes). Estas condiciones de operación son las establecidas por el fabricantes, con esto se logro hacer el presente trabajo de tesis además de que puede seguir siendo utilizado en diversos estudios de metalurgia que requieran el uso de las ventajas de vacío y atmósferas controladas que presenta el horno a comparación de los de uso convencional.



DISCUSIÓN

En lo referente al segundo objetivo se realizaron tratamientos térmicos en aleaciones de memoria de forma CF40 y CF50, para el complemento del trabajo de maestría: ***Efecto de la solidificación rápida sobre la estructura y propiedades de memoria de forma en aleaciones de tipo Cu-Al-Be. G. A. Lara R. Instituto de Investigaciones en Materiales,*** el cual dejo en perspectiva la parte de tratamientos térmicos bajo las condiciones de vacío y atmósfera inerte.

Para la continuación de este estudio se utilizó el Horno de vacío (marca Centorr) para tratamientos térmicos el cual cumple con los requerimientos necesarios para realizar los experimentos planteados en el trabajo de tesis mencionado con anterioridad.

El tercer objetivo se comprobó a través de la comparación de resultados obtenidos en tratamientos térmicos en atmósfera ambiente, vacío y atmósfera de Nitrógeno (ver tablas, 4.1, 4.2 y 4.3), lo cual demostró que para este tipo de aleación es optimo realizar tratamientos térmicos en una atmósfera de Nitrógeno ya que como se observa en los resultados de las micrografías (figura 4.6, 4.7, 4.8 y 4.9) la aparición de la fase martensita se retrasa hasta 24 horas; gracias a esto, podemos manipular los tiempos de tratamiento sin que aparezca la fase martensita; lo cual indica una perdida de los elementos Cobre y Berilio (que se pudo comprobar en el presente trabajo) modificando así su composición y por ende sus temperaturas de transformación martensítica hacia las altas temperaturas, mejorando así, las propiedades de memoria de forma y controlando las perdidas de elementos en la composición química. Lo cual es de suma importancia debido a que en estas aleaciones cualquier variación en los elementos químicos que conforman la aleación provocan grandes cambios en sus propiedades de memoria de forma y en especifico en sus temperaturas de transformación. [57].

Para el cuarto objetivo se compararon los resultados de las graficas de la figura 4.15, 4.16, 4.17 y 4.18, resultando diferentes comportamientos para las tres atmósferas de tratamiento utilizadas, esto nos ayuda a manipular las temperaturas y los tiempos de tratamiento térmico de acuerdo a la aplicación tecnológica para este tipo de aleación. No se puede afirmar cual de las atmósferas o tiempos de tratamiento térmicos son los más adecuados para las muestras obtenidas por solidificación rápida. La determinación de estas variables dependerá directamente de los características deseadas para alguna aplicación o estudio posterior.



DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos muestran el comportamiento de las temperaturas de transformación y crecimiento de grano en las cintas obtenidas por solidificación rápida.

Otra observación de los resultados de resistividad eléctrica fue la de diferencia de temperaturas que existe entre el inicio y el final de cada transformación, siendo el doble para las muestras tratadas en nitrógeno con respecto a las de vacío y atmósfera ambiente. esto es un indicativo de las propiedades termoelásticas en la transformación martensítica, esto supone una movilidad cristalográfica más rápida en el sentido de la fase martensítica y en forma reversible hacia la fase madre [58].

Uno de los resultados obtenidos de la experimentación es referente a la histéresis de temperaturas (Ms-Af). Los resultados muestran un incremento en el ancho del intervalo en función del tiempo de tratamiento térmico, es decir, a mayor tiempo de tratamiento térmico es mayor la histéresis de temperaturas de las muestras. Lo cual afecta las propiedades de memoria de forma de esta aleación ya que retrasa la transformación martensítica y austenítica [58, 59].

Para el último objetivo es necesario citar el trabajo realizado por Lara [1], donde establece que la aparición de la fase martensita esta relacionada con la duración del tratamiento térmico, que se interpreta como un efecto de la posible pérdida de aluminio por oxidación.

Para contestar esta incógnita en el presente trabajo de tesis y en función de los resultados obtenidos por análisis químico (tabla 4.7), se determinó que existen pérdidas de Cobre y Berilio. Habiendo una relación directa entre los tiempos de tratamiento térmico y la atmósfera en la cual fue realizado el tratamiento.

La aparición de la fase martensita en las muestras para las diferentes atmósferas de tratamiento y para los tiempos más grandes de tratamiento es el resultado de la pérdida de Cobre y Berilio, lo cual para los experimentos realizados en el presente trabajo no sigue la relación establecida por Belkahala y colaboradores [57], en donde se afirma que la pérdida de pequeñas cantidades de Berilio (figura 1.28) modifican la temperatura de transformación martensítica Ms, hacia las altas temperaturas, (ver micrografías 4.6, 4.7, 4.8 y 4.9).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



DISCUSIÓN

Para las condiciones de fabricación por solidificación rápida, los materiales obtenidos presentan gran cantidad de vacancias y tamaños de grano pequeño [18,19]. El tamaño de grano para esta aleación no influye de manera significativa en las temperaturas de transformación [1]. Wood y colaboradores [18,19], reportaron que una gran concentración de vacancias influye de manera determinante en las temperaturas de transformación e incluso señala que esta dependencia es más fuerte que la que existe con el tamaño de grano, todo esto para el sistema Cu-Al-Ni.

Sin embargo, no se cuenta con estudios realizados al sistema Cu-Al-Be lo cual da pie para un estudio posterior sobre la influencia de la concentración de vacancia y dislocaciones sobre las propiedades de memoria de forma para la aleación Cu-Al-Be fabricadas por solidificación rápida. Para este trabajo no fueron realizados estudios sobre la dependencia de los defectos (vacancias y dislocaciones) en las propiedades de memoria de forma de las muestras tratadas térmicamente.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



CONCLUSIONES.

De la información obtenida y del análisis de la discusión podemos concluir lo siguiente:

1. El horno de inducción marca CENTORR se encuentra en optimas condiciones para realizar estudios que requieran de este tipo de tecnología.
2. Los tratamientos térmicos cumplieron con las expectativas esperadas; ya que las condiciones, son las requeridas para la contribución a una investigación que no pudo ser concluida por falta de infraestructura necesaria en el estudio de este tipo de aleaciones.
3. El tiempo y la atmósfera de tratamiento térmico es un factor determinante en la perdida de Cobre y Berilio modificando las temperaturas de transformación hacia las altas temperaturas. Concluyendo, la atmósfera de nitrógeno es la mejor para poder controlar o disminuir las perdidas por oxidación de algún elemento pudiendo trabajar tiempos de tratamiento hasta de 24 horas.
4. La variación en las temperaturas de transformación de la aleación Cu-Al-Be, son influidas de manera directa, por el cambio de la composición química, al ser sometida a tratamientos térmicos en atmósferas inertes, es posible efectuarlos en tiempos mayores disminuyendo las perdidas de elementos químicos y asimismo disminuyendo la variación en las temperaturas de transformación, como se ha reportado en la literatura [57, 60, 80, 81].
5. Existen perdidas de cobre atribuidas a la oxidación de este elemento. Sumado a esto las perdidas de berilio son las que afectan de manera determinante las temperaturas de transformación para esta aleación.
6. Debido a que la técnica de absorción atómica cuantifica la cantidad de aluminio y berilio (el cobre se obtuvo por la diferencia de los dos anteriores), se observó en los resultados obtenidos que existe una mayor perdida de Cobre y Berilio para todas las muestras estudiadas. Lo cual comprueba la teoría planteada en el trabajo de tesis de Lara, en el cual se propone una perdida de elementos químicos.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



CONCLUSIONES

El trabajo expone la pérdida de aluminio pero en el presente se puede concluir que las pérdidas para tratamientos térmicos de la aleaciones Cu-Al-Be, fabricadas por solidificación rápida son de los elementos Cobre y Berilio.

7. Se encontró que a mayor tiempo de tratamiento térmico, mayor es la histéresis de temperaturas de transformación.



PERSPECTIVAS.

1. Reemplazar uno de los termopares de la cámara, ya que esta limitado para el funcionamiento del horno; el cual no puede alcanzar su temperatura máxima de 2500° C. Fue reparado poniéndole una cubierta de acero inoxidable permitiendo alcanzar 1000° C como máximo.
2. Implementar un sistema de reciclaje del agua de enfriamiento del horno de vacío CENTORR, ya que esta se utiliza una sola vez antes de ir directamente al desagüe.
3. Actualizar los sistemas de medición de vacío, temperatura y consumo de energía eléctrica. Para su mejora continua.
4. Realizar tratamientos térmicos a la aleación con memoria de forma Cu-Al-Be con otro tipo de atmósfera inerte, para comparar resultados de temperaturas de transformación y pérdidas por oxidación. Utilizar por ejemplo atmósfera de argón.
5. Realizar estudios sobre la relación que existe entre la concentración de vacancias y dislocaciones, sobre las propiedades de memoria de forma para la aleación Cu-Al-Be fabricada por solidificación rápida.



BIBLIOGRAFÍA.

- [1]. G. A. Lara. Efecto de la solidificación rápida sobre la estructura y propiedades de memoria de forma en aleaciones de tipo Cu-Al-Be. Tesis de Maestría: Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM. México, 2000.
- [2]. Pere Molera Solá, Tratamientos Térmicos de los metales, Ed. Marcombo, 1991, pp. 376.
- [3]. W. Trinks, M. H. Mawhinney, Hornos industriales, Ed. Urmo, 1972, pp.376.
- [4]. F. R. Morral, E. Jimeno, P. Molera, Metalurgia general tomo 1, Ed. Reverte S. A, 1982, pp. 694.
- [5]. Lawrence E. Doyle y la colaboración de Carla A. Keyser, James L. Leach, George F. Schrader, Morse B. Singer. Procesos de Manufactura y Materiales para Ingenieros. Ed. Diana. México. 2ª impresión, Junio de 1986.
- [6]. Klaus Wanke, Klaus Scharmm, Temple de aceros, Manual para el tratamiento térmico de las aleaciones de hierro, Ed. Aguilar S. A., Madrid 1972.
- [7]. A.U. Seybolt, J. E. Burke, Técnicas de Metalurgia Experimental, Ed. Límusa Wiley, México 1969.
- [8]. Saul Dushman, Scientific Fundation of Vacuum Techniques, John Wiley and Sons, Nueva York, 1949.
- [9]. T.R. Anatharaman and C. Surynarayana. Rapidly Solidified Metals. A Technological Overview. Trans Tech Publicationjs 1987. Switzerland-Germany-UK-USA.
- [10]. Alberto Somoza and Ricardo Romero. Aging behavior in Cu-Al-Be shape momory alloy. Journal of Applied Physics. Vol. 85, No. 1, January 1999, pp. 130-133.
- [11]. Pond, (R.) (b.), U. S. Patent No. 2,879,566 (March 31, 1959).
- [12]. Pond, (R. B), U.S. Patent No. 2,976,590 (March 28,1961).

-
- [13]. Strange (E. A), and PIM (C. H), U.S. Patent No, 905, 758 (December 1, 1908).
- [14]. Pond, (R. B), U.S. Patent No. 2,825,108 (March 4, 1958).
- [15]. M.A. Morris and D:G Morris; Acta Metal.; 53 (1987), 2511-2522.
- [16]. Eds. O. N. Mohantty and C.S. Silvaramakrishnam. Rapid Solidification Processing and Technology ICM-89. pp 117-132.
- [17]. Janssen. J., Williems, F., Verels, B., Maertens, J., and Dealey, I., Proceedings, international Conference on Martensitic, Leuven Belgium, C4-809 (1982).
- [18]. J.V. Wood ando P.H. Shingu: Metall., 1984, vol 15 A, pp. 471-480.
- [19]. G. Scarsbrooh and W.M stobbs: Acta. Metall. Vol 35, (1987), 47-56.
- [20]. Dutkiewicz, L Morgiel. T. Czeppe and E. Cesari. Journal de physique. Volume 7, colloque No. 5 Suppl. JP III, No 1997.
- [21]. T.Todoroki and H. Tamura, Trans Japan Inst. Metals, 28 (2), 1987. pp 83.
- [22]. H. Horikawa, Symposium on SMA aplitions, tokio, Japan (July 3, 1992) pp. 23.
- [23]. Callister (W.D) Materials Scince and Engineering, An Introduction. 3ª edition Wiley Y Sons. 1994.
- [24]. Reed (R.P), Clark (A.F) Materials at low temperatures, Ed, American Society of Metals. USA. 1983.
- [25]. Lawrence H. Van Vlack. Materiales para ingeniería. Departamento de química y metalurgia. Universidad de Michigan. Compañía editorial continental, S. A. Diciembre de 1971.
- [26]. Askeland (D.R.) La ciencia e ingeniería de los materiales. University of Missouri-Roalla USA 1985.

-
- [27]. M. Olson, G. B. Cohen, P.C. Clapp. On the classification of displacive phase transformations. Proceedings of the international conference on martensitic transformation. ICOMAT 79, Cambridge-Massachussets, USA, 1979, pp. 1-11.L.falta
- [28]. <http://www.sma-inc.com/ttrmeas.html>.
- [29]. Andy, D. N., Memory Metals, Inc., Internal Report, (1985).
- [30]. Ahlers, M., Scripta Met., 8213 (1974).
- [31]. Wu. Cu-Based Shape Memory Alloys. Engeneerin Aspects of Shape Memory Alloys. London: Butterworth-Heinemann, pp 69-87. (1990).
- [32]. Sugimoto, K. Bulletin of Japan Inst of Metal. Pp. 24-45 (1985).
- [33]. Gunin (G.) Contribution a l'étude de la nucléation des transformaciones martensíticas thermoélastiques, cas de l'aleacion ternaire Cu-Zn-Al. These; Sci:Inst. Nat. Sc. Appl. (Lyon), 1979.
- [34]. Andrade (M.), Chandrasekaran (M.), Delaey (L.). the basal plane staking falts en 18R martensita de copper base alloys. Acta Metali. Vol.32, No, 10, (1984), pp 1809-1816.
- [35]. Wayman (C:M): introduction to the crystallography of martensitic transformations Mac Millan Co. New York (USA), 1964, pp. 157.
- [36]. Yang (J:H); Wayman(C:M): Self-accommodation and shape memory mechanism of martensite experimental observation Material Characterization, vol, 28, (1992), pp. 23-35.
- [37]. Yang (J.H), Wayman (C:M). Self-accommodationb and shape memory mechanism of martensite. Theoretical considerations. Materials Characterization, vol, 28, (1992), pp 37.
- [38]. L. Kaufman and M. Cohen, prog. Met. Phys., 7 (Pergamon Press, Oxford, 1957) 169.
- [39]. H. Kessler and W. Pitsch, Acta Metall., 15 (1967) 401.

-
- [40]. Ríos Jara D. Aleaciones con memoria de forma. Información científica y tecnológica. (CONACyT). Noviembre 1987, vol. 9, Num. 134. México. Pp 35-39.
- [41]. Tas (H.), Delay (L.), Deruyttere (A.), Stres-induced fase transformation and mechanical properties of β 1- copper alluminium martensita. I- Cristalografic observation. Z. Metalkunde, vol. 64, (1973), H. 12, pp. 855-861.
- [42]. Tas (H.), Delay (L.), Deruyttere (A.), Stres-induced fase transformation and mechanical properties of β 1- copper alluminium martensita. I- Cristalografic observación. Z. Metalkunde, vol. 64, (1973), H. 12, pp 862-866.
- [43]. Otsuka (K.), Shimizu (K). Stress induested martensitic transformation. Proccedings of the international conference an martensitic transformation, ICOMAT 1979. Cambridge Massachusetts (Ed.), (USA). Pp. 207-226.
- [44]. Otsuka (K.), Shimizu (K). Pseudoelastidity and shape memory effects in alloys. International Metals Reviews (1986), Vol. 31, No. 3. pp 607-618.
- [45]. Otsuka (K.), Shimizu (K). Pseudoelastidity and shape memory effects in alloys. International Metals Reviews (1986), Vol. 31, No. 3. pp 93-114.
- [46]. Sakamoto (H.), Shimizu (K.), a new mpartwensitic fase, 18 tipo β 2, and pseudoelastidity caused by γ 2 \Leftrightarrow β 2 transformations in Au-47.5 at% Cd alloys single cristals. Scripta matall., vol. 20, 1986, pp. 1349-1354.
- [47]. K. Otsuka and C.M. Wayman "Shape Memory Marterals" Cambridge University Press. 1998.
- [48]. N. Mwanda and L. Delaey. Proceeding, International Copnference on Martensitic Transformations, Leuven, Belgium C4-639 (1982).
- [49]. Brook, P. L., U. S. Patent, No. 4166739, Septiembre (1979).
- [50]. Sugimoto, K. Bulletin of Japan Inst. of Metal, 24, 45 (1985)
- [51]. ICAI, Y. Murakami, K. And Mishima, K., Proceedings, International Conference on Martensitic Transformations, Leuven, Belgium C4-785 (1982).
- [52]. Lee, J. S., and Wayman, C. M., Metallography, 19, 401 (1986).

-
- [53]. Elst, R., Van Humbeeck, J., Meeus, M., and Delaey, L., *Z. Metalle*, 77, 421 (1986).
- [54]. Sugimoto, K., Kamei, K., Matsunoto, H., Komatsu, S., Akamatsu, K. And Sugimoto, T., *Proceeding, International Conference on Martensitic Transformations, Leuven, Belgium C4-761* (1982):
- [55]. Sure G. N. And Brown, L. C., *Met Trans. A.*, 15°, 1613 (1984).
- [56]. J. Cortés Pérez. *Contribución al estudio de la pseudo-elasticidad en aleaciones con memoria de forma. Tesis de Maestría. Facultad de Ingeniería. UNAM. México 1998.*
- [57]. Belkahala (S), Guenin (G). *Martensitic Transformation and Metallurgical Study of low Temperature Ca-Al-Be. Ternary Alloy. European Symposium on Martensitic Transformation an shape Memory Properties. Aussuis , FRA: Edited by G. Guenin, J. De Phys. IV. Colloque C-4, 145-150, (1991).*
- [58]. H. Flores. *Satabilité Thermodynamique de la phase Beta et de L´ effet Momoire Doble sens d´ un alliage a Memoire de Forma du type Cu-Al-Be. Thèse de doctoral: Isnt. Nat. Sc. Appl., Lyon FRANCIA, (1993).*
- [59]. H. Flores Zúñoga, D. Rios-Jara, F.C. Lovey and G. Guénin. *Termal stability of Beta Phase in a Cu-Al-Be Shape Memory Alloy. Proceedings of the European symposium on Martensitic Transformations, BARCELONA, SPAIN: PLANES a, (ed), J. de Physique Colloque C-2, pp. 171. (1994). 36.*
- [60]. Belkala (S.), *Elaboration et caracterisation de nouveaux alliages a mémoire de forma basse température type Cu-Al-Be. Thèse de doctorat Inst. Nat. Sc. Appl., Lyon FRA.1990, pp. 132.*
- [61]. BelkahIa, H. Flores Zúñiga and G. Guenin: *Mater. Sct. Eng. A, 1993. A 116, 119-124.*
- [62]. Kuwano (P.), Doi (T.). *Period of intephase and tetragonalty in the $\alpha 2$ phase of Cu-Al alloys. Trans. Jap. Inst. Met.,. 1977. Vol. 18, pp 807-815.*
- [63]. Jewelett (R.P) Mark (D.J) *Furter investigation of Koper aluminium alloy machanism of martensite. Teorical considerations. Materials characterization, vol. 92, pp. 59-61.*

-
- [64]. Jewelett (R.P) Mack (D.J) Furter investigation of copper aluminum alloys in the temperature range below the $\beta \Leftrightarrow \alpha + \gamma^2$ eutectoid. Journal of the institute of metals, 1963-64, vol. 92, pp. 59-61.
- [65]. Kuwano (P.), Doi (T.). Period of intephase and retragonality in the α_2 phase of Cu-Al alloys. Trans. Jap. Inst. Met.,. 1977. Vol. 18, pp 807-815.
- [66]. Maletras (P.), Duval (P.) "Etat de transition" dans l' allige cuiever aluminium. J. Microsc. Spectrosc. Electron.,. 1979, Vol. 9, pp, 632-632.
- [67]. Gaudig (W.), Warlimont (H.) Direkte Beobachtunger des Nahordnungszuntands und einer stabilen uberrstrukturphase in a-kupfer-aluminium-legierungen. Z. Metallkde., 1969, Vol. 60, pp. 448-498.
- [68]. Tokonami M., Otzuka K., Shimizu K., Iwata Y., shibuya i., Neutron diffraction studies of crystal structures of stress-induced martensites in a Cu-Al-Ni alloy. Proceedings of the international Conference On Martensitic Transformations, ICOMAT-79. Cambridge Massachusetts (Ed.). pp. 639-644.
- [69]. K. Otsuka, C. M. Wayman, Shape Memory Materials, Cambridge, University Press 1988, United Kingdom.
- [70]. L. Delaey, A. Deruyttere, E. Aernoudt and J.R. Roos, INCRA Report 78R1, (1978).
- [71]. Van Vack Lawrence H., Materiales para Ingenieria, Compañia Editorial Continental, S.A., 1964. pp. 540.
- [72]. Dvorack (M. A), Kuwano (N.), Polat (S.), Chen (H.), Wayman (C. M), Decomposition of β_1 phase Cu-Al-Ni alloy at elevated temperature. Scripta Metall., 1983, Vol. 17, pp. 1333-1336.
- [73]. Bruce Roers. The Nature of Metals. Cleveland: American Society for Metals, (1951).
- [74]. Materalen Física Saila. Corriente y diferencia de potencial. Ley de ohm. Conductividad eléctrica. Universidad del País Vasco.
- [75]. William F. Smith Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales. Ed. Mc. Gras-Hill, segunda edición 1993.

[76]. Leicester F. Hamilton, S.B. Stephen G. Simpson, Ph. D, David W. Ellis Ph. D, Ed. Mc Graw Hill, pp. 295-312.

[77]. Brown Lemay Bursten. Química, la ciencia central. Ed. Pearson, Séptima edición.

[78]. Perry, Manual del Ingeniero químico, Ed. Mc. Graw-Hill, 1992. Tomo VII. pp 22-53.

[79]. Terrel A. Vanderah. Chemistry of Superconductor Materials Preparation, Chemistry, Characterization and theory. Ed., Noyes Publication Part Ridge, New Jersey, USA.

[80] Prawdzic (T.J), Zurey (F.T), Mack (D.J) An investigation of the mechanical properties and microestructures of heat treated aluminium. USA. Int. Copper Reseacch Association, University of Wisconsin, 1966, pp. 96.

[81] M. Chen, L.Z. He., T.M. Wang and Bat. Infuence of heat treatment on shape memory properties of a Cu-Al-Be alloy containig chromium. Mater . sci. tech. 1997. vol 13.