

ESTABILIZACIÓN Y EFECTO DOBLE MEMORIA DE FORMA EN POLICRISTALES DE Cu-Zn-Al

P. Arneodo Larochette *, E. Cingolani y M. Ahlers

Centro Atómico Bariloche - Instituto Balseiro
Av. Bustillo 9800 - 8400 S. C. de Bariloche (RN) - Argentina
e-mail: arneodo@cab.cnea.gov.ar

Se presenta un resumen de resultados obtenidos con policristales de Cu-Zn-Al fabricados en el laboratorio con metales de alta pureza y de tipo comercial. Luego de un proceso de estabilización, la eficiencia del efecto doble memoria de forma (TWME) es medida en función de parámetros del ciclado térmico, la tensión de estabilización y el tratamiento térmico.

A summary of the measurements in Cu-Zn-Al polycrystals prepared in our laboratory with pure and commercial metals is presented. The efficiency of the two way memory effect (TWME) after a stabilization process has been evaluated as a function of the thermal cycling parameters, the stabilization stress and the heat treatment.

I. INTRODUCCIÓN

Generalmente el efecto doble memoria de forma (TWME) se obtiene por un proceso de entrenamiento que consiste en un ciclado térmico a través de las temperaturas de transformación a una tensión fija, o un ciclado mecánico a través de las tensiones de transformación a una temperatura fija, o combinación de ambos [1].

En monocristales de algunas aleaciones en base Cu también se puede inducir el TWME mediante estabilización de alguna variante martensítica (la que produce el cambio de forma deseado). Este proceso ha sido utilizado con éxito en Cu-Zn-Al [2], Cu-Al-Ni [3] y Cu-Al-Be [4].

Desde un punto de vista tecnológico y también para una comprensión básica del efecto, es de interés evaluar hasta qué punto es posible inducir el TWME en policristales siguiendo el mismo tratamiento. En este trabajo se presenta un resumen de resultados obtenidos con policristales de Cu-Zn-Al, en tres condiciones distintas: un alambre de tipo comercial y dos aleaciones fabricadas a partir de materiales puros con la transformación martensítica en dos rangos de temperatura diferentes, de forma que en uno haya difusión y en el otro no.

II. MÉTODO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

En la tabla 1 se indican las composiciones, concentraciones electrónicas y temperaturas de transformación de las muestras utilizadas. Las primeras (tipo I) fueron obtenidas a partir de un alambre comercial producido por AMT de Bélgica. Las otras (tipos II y III) fueron fundidas en el laboratorio utilizando materiales de alta pureza y luego torneadas. El tamaño de grano medio es de 240 μm para las muestras I y II (como se ve en la

figura 1, el tamaño es más homogéneo en las II), y de 300 μm en las tipo III. En algunos casos es necesario agregar un cuarto elemento como refinador de grano.

A continuación se presenta el esquema típico seguido en los experimentos. Una descripción detallada de los mismos puede encontrarse en las referencias 5 y 6.

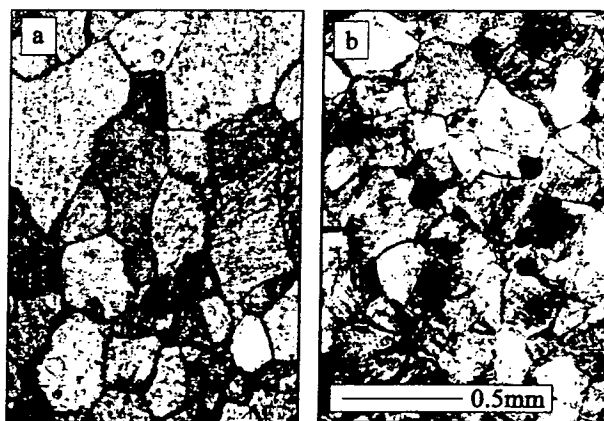


Figura 1. Fotografías de los policristales. a) Alambre comercial (tipo I) y b) muestra fabricada a partir de materiales puros (tipo II). La escala es la misma en las dos fotografías.

Tratamiento térmico

La muestra es homogeneizada a 800 $^{\circ}\text{C}$ durante 30 minutos y luego enfriada en alguna de las tres maneras siguientes: al aire hasta temperatura ambiente (TT1), templada desde 800 $^{\circ}\text{C}$ en agua con hielo (TT2) o al aire hasta 300 $^{\circ}\text{C}$ y luego templada en agua con hielo (TT3). El propósito de estos tratamientos es obtener distintas concentraciones de vacancias y de esta forma modificar el grado de estabilización. En monocristales del mismo material la máxima concentración de vacancias se

* Autor a quien debe dirigirse la correspondencia.

obtiene con un templado desde 300 °C [7]. Mediciones realizadas con muestras tipo II indican que en policristales es más difícil estabilizar la martensita. Sin embargo, después de un tratamiento TT2 se obtiene una estabilización de unos 30 °C.

TABLA 1: LOS TIPOS DE MUESTRAS. COMPOSICIÓN, CONCENTRACIÓN ELECTRÓNICA Y TEMPERATURA DE TRANSFORMACIÓN.

Muestras	I	II	III
at% Cu	68.23	69.38	67.14
at% Zn	17.99	13.94	18.91
at% Al	13.78	16.67	13.95
Refinador	0.35 wt% B	0.4 wt% Co	—
c/a	1.456	1.48	1.48
M_s	28 - 30 °C	34 °C	-90 °C

Ensayo mecánico

Dado que el procedimiento es igual al seguido en la estabilización de martensita en monocristales, nos referimos a esta etapa como “proceso de estabilización” (sin que esto implique necesariamente la estabilización de martensita en el sentido usado tradicionalmente). Consecuentemente, los parámetros relativos a esta parte del experimento se denotan con el subíndice “est”.

Para estos ensayos se utiliza una máquina Instron en el caso de las muestras I y II, y una máquina MTS para las muestras III.

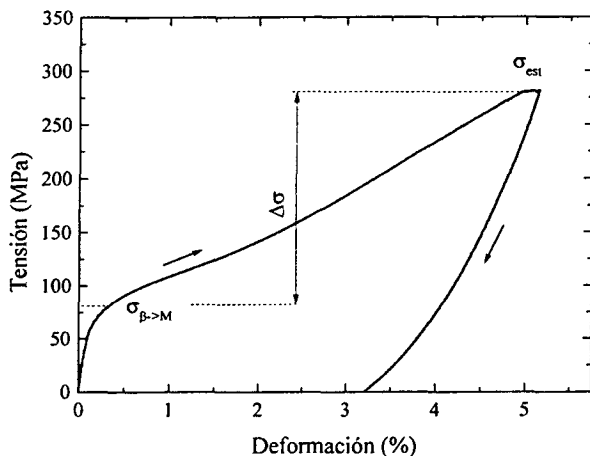


Figura 2. La martensita es inducida por tensión, mantenida en σ_{est} durante 90 min. y luego descargada; siempre a una temperatura mayor que A_f . Posteriormente la muestra es enfriada a una temperatura menor que M_s .

La muestra es llevada a una temperatura T_{est} entre 20 y 30 °C por encima de la temperatura de

transformación M_s , en la cual es mantenida un tiempo t_0 , antes de comenzar el ensayo. Cuanto más grande es t_0 , menor es el grado de estabilización (t_0 fue variado entre 10 y 250 min.).

En la figura 2 se muestra una curva típica de transformación: partiendo de la fase β , se induce la transformación martensítica por tensión, y una vez alcanzado un valor σ_{est} prefijado (por encima de la tensión de transformación $\sigma_{\beta \rightarrow M}$) se permite la estabilización durante un tiempo $t_{est} = 90$ min. Luego se descarga y se enfría a una temperatura menor que M_s .

Dado que las muestras tienen composiciones distintas y son sometidas a tratamientos también distintos, las comparaciones se realizan sobre la base de $\Delta\sigma$ similares.

Los ensayos fueron realizados en tracción con muestras de 70 mm de longitud y un diámetro entre 2.5 y 3 mm, a excepción de algunos efectuados en compresión con muestras II más cortas (10 mm). Siempre se aplicaron tensiones menores que la tensión de fluencia correspondiente a cada tipo de muestra.

Dilatometría

Para evaluar la eficacia del proceso, después del ensayo mecánico se realizaron algunos ciclos térmicos midiendo las variaciones en longitud de las muestras. Para el caso de las muestras tipo I y II fue utilizado un dilatómetro construido en el Centro Atómico Bariloche, y para las tipo III las mediciones de dilatometría se realizaron dentro de la misma máquina de ensayos MTS (siguiendo el desplazamiento con el cabezal móvil de la misma).

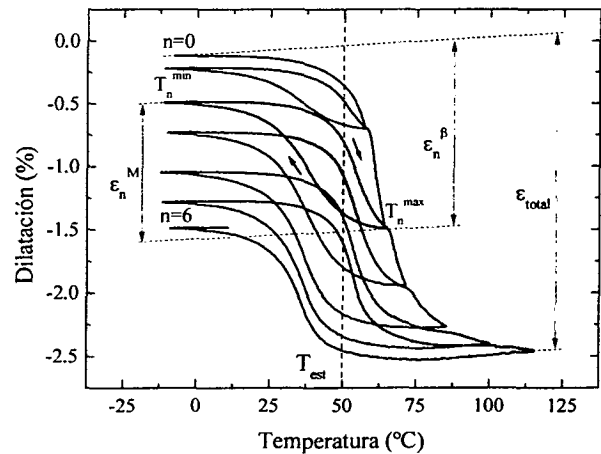


Figura 3. Ciclos térmicos sucesivos, partiendo con un calentamiento en $n=0$. Los valores relevantes están definidos en la figura sobre el ciclo sombreado. Las dilataciones están referidas a la longitud de la muestra. En este caso el ensayo mecánico previo había sido realizado en tracción, a una temperatura de 50 °C en una muestra tipo I.

En la figura 3 se muestra una curva dilatómetrica con ciclos térmicos de temperatura máxima creciente y algunos de los parámetros importantes, como la temperatura máxima alcanzada en cada ciclo y las dilataciones correspondientes a la transformación y

retransformación en el mismo ciclo. Se realizaron mediciones de este tipo variando la velocidad de calentamiento y el número de ciclos.

En la figura 4 se muestran resultados obtenidos con muestras tipo II sometidas a diferentes valores de tensión σ_{est} durante el ensayo mecánico (en compresión y a 60 °C). El tratamiento térmico es el mismo para los tres casos (a, b y c): un templado desde 800 °C en agua con hielo (TT2). Con el valor más bajo de $\Delta\sigma$ la mitad de la dilatación total se recupera a temperaturas por debajo de la temperatura de estabilización de 60 °C, mientras que al aumentar $\Delta\sigma$ se vuelve cada vez más difícil retransformar a la fase austenítica. Este comportamiento también se observa en experimentos realizados con muestras tipo I.

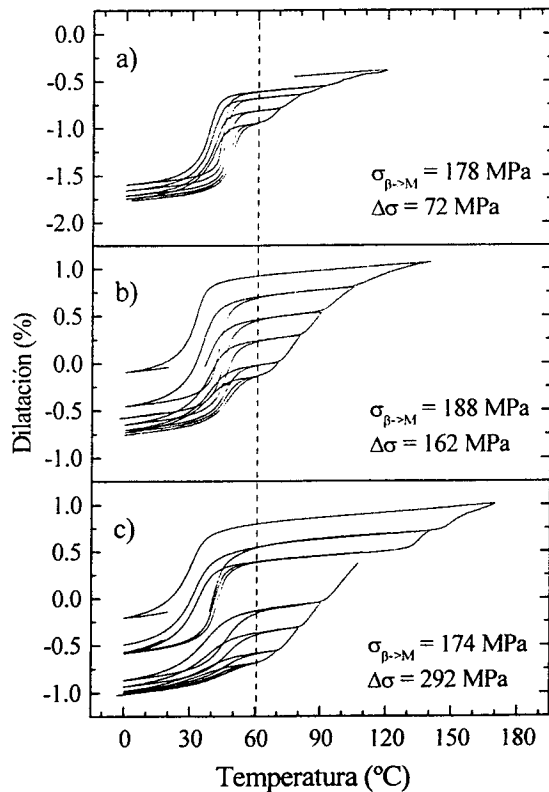


Figura 4. Curvas dilatométricas realizadas con muestras tipo II estabilizadas en compresión a distintas tensiones.

Con las muestras tipo III se realizan mediciones a baja temperatura. Es decir que todo el experimento fue llevado a cabo a temperaturas donde la difusión es despreciable, desde el ciclo mecánico ($T \approx -80$ °C) hasta la evaluación del resultado por métodos dilatométricos (T entre -120 y -60 °C). Como resultado se obtuvieron dilataciones asociadas al TWME cercanas al 1%, comparables a las medidas a más altas temperaturas.

Con los valores definidos en la figura 3 se calcula la eficiencia del efecto doble memoria de forma para cada ciclo:

$$\eta_n \equiv \varepsilon_n^M / \varepsilon_n^\beta \quad (1)$$

La eficiencia permite evaluar la degradación del TWME en función de los parámetros del ciclado térmico como la temperatura, la velocidad o el número de ciclos.

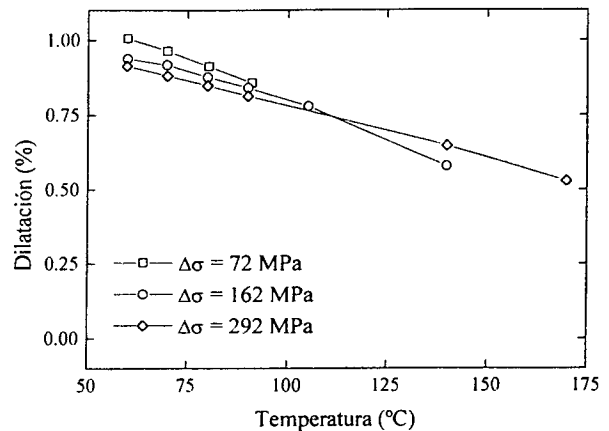


Figura 5. La eficiencia del TWME disminuye al aumentar la temperatura máxima en el ciclado térmico. No se observa en este caso (muestras tipo II) ninguna tendencia clara respecto de la tensión a la que se realiza el ensayo mecánico.

En los gráficos de las figuras 5 y 6 se presenta un resumen de los resultados obtenidos con muestras tipo I y tipo II. En general, la forma de las curvas es similar: para temperaturas cercanas a la temperatura de estabilización T_{est} la eficiencia es aproximadamente 1 y decrece al aumentar la temperatura máxima del ciclado. En el caso de las muestras tipo I el efecto se degrada más rápidamente cuando las tensiones de estabilización son mayores. Esto puede apreciarse en la figura 6, donde están graficadas las eficiencias finales (es decir, la eficiencia del TWME cuando toda la martensita fue retransformada: $\eta_{fin} = \varepsilon_{fin}^M / \varepsilon_{total}$) como función de la tensión de estabilización σ_{est} . Este comportamiento no se observa en muestras tipo II (figura 5).

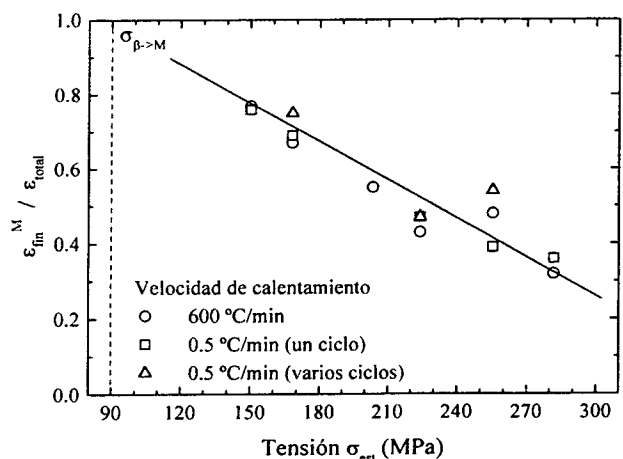


Figura 6. Eficiencia del ciclo completo (medida a 140 °C) como función de la tensión de estabilización σ_{est} , para muestras tipo I. Dentro de la dispersión experimental, la velocidad de calentamiento no influye en el resultado.

En todos los casos si se repite un ciclo térmico sin aumentar la temperatura máxima la eficiencia se mantiene en el mismo valor.

Contrariamente a lo que sucede con monocristales, en los policristales estudiados (tipos I y II) no se encuentra ninguna dependencia de la eficiencia del TWME con la velocidad de calentamiento en los ciclos térmicos. Para el caso de las muestras tipo I esto se puede ver en la figura 6 (la eficiencia está graficada para diferentes velocidades de calentamiento).

Mediciones realizadas con muestras tipo II en compresión revelan que en lo relativo al tratamiento térmico el comportamiento tampoco concuerda totalmente con el observado en monocristales. Después de un templado en agua con hielo desde 800 °C (TT2) se observa una curva dilatométrica más extendida en temperatura que la correspondiente al enfriado en aire (TT1), que podría interpretarse como mayor estabilización. Sin embargo, al realizar un templado desde 300 °C (TT3, con el que se obtiene la mayor concentración de vacancias en monocristales) el resultado es similar al correspondiente al TT1, y no una estabilización mayor a los dos casos anteriores.

III. DISCUSIÓN Y CONCLUSIÓN

Comparando los experimentos realizados con muestras tipo II y tipo III, es decir, con o sin difusión, se puede concluir que la estabilización por este medio no es determinante en la inducción del efecto doble memoria de forma en policristales de Cu-Zn-Al. Aparentemente la interacción de los bordes de grano con las placas martensíticas en avance durante la transformación genera complejas configuraciones que posteriormente sirven como núcleos para el TWME. Por otra parte estos núcleos encuentran como obstáculos para su crecimiento a los bordes de grano, reduciéndose así la dilatación asociada al TWME.

Los resultados obtenidos después de tratamientos térmicos distintos tampoco concuerdan con el modelo basado en estabilización de martensita que se deduce de los estudios en monocristales. El hecho de introducir una mayor concentración de vacancias no influye en la forma esperada en el TWME resultante, ni en el comportamiento observado durante el ciclado térmico. Las diferencias encontradas pueden explicarse en términos de los defectos introducidos durante el templado.

De todas maneras, no se descarta algún efecto debido a la estabilización de martensita. En policristales tipo I existen diferencias entre experimentos realizados a tensiones distintas. Teniendo en cuenta que en este material se encuentran granos considerablemente más grandes que en los tipo II (debido a la inhomogeneidad), podría pensarse en dos contribuciones en el TWME: una originada en la estructura policristalina y otra debida a la estabilización.

Es importante destacar que el TWME que se obtiene en policristales es siempre inferior al que resulta de tratamientos similares en monocristales, y además es comparable al reportado con policristales del mismo tipo entrenados por otros métodos.

IV AGRADECIMIENTOS

Al Ing. A. Yawny, a R. Stuke y a P. Riquelme por la ayuda brindada en el manejo de la máquina MTS y en aspectos técnicos en general, a C. Gómez por la preparación de las muestras, y a M. Carrizo por el apoyo logístico. Este trabajo fue subsidiado en parte por el CONICET.

V. REFERENCIAS

- 1 - R. Stalmans, J. Van Humbeeck y L. Delaey. *Acta metall. mater.*, **40**, 501, 2921 (1992).
- 2 - E. Cingolani, M. Ahlers y M. Sade. *Acta metall. mater.*, **43**, 2451 (1995).
- 3 - E. Cingolani, J. Van Humbeeck y M. Ahlers. Aceptado para publicación en *Metall. Mater. Trans.*
- 4 - E. Cingolani, R. Stalmans, J. Van Humbeeck y M. Ahlers. Enviado para publicación en *Mater. Sci. Eng.*
- 5 - P. Arneodo Larochette, E. Cingolani, A. Yawny y M. Ahlers. *J. de Physique IV*, **7**, C5-495 (1997).
- 6 - P. Arneodo Larochette, E. Cingolani y M. Ahlers. Enviado para publicación en *Mater. Sci. Eng.*
- 7 - R. Romero, W. Salgueiro y A. Somoza. *Mat. Science Forum*, **175-178**, 497 (1995).