

DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON  
ALEACIONES CON MEMORIA DE FORMA PARA LA MEJORA DEL COMPORTAMIENTO ANTE  
IMPACTO

JAVIER ZURBITU GONZÁLEZ

Director de Tesis:  
Jon Aurrekoetxea Narbarte



Tesis dirigida a la obtención del título de  
Doctor por Mondragon Unibertsitatea

Departamento de Mecánica y Producción Industrial  
Mondragon Unibertsitatea  
Enero 2010



# **DECLARACIÓN DE ORIGINALIDAD**

Declaro a través de este documento que esta tesis, y el trabajo presentado en ella con sus resultados fueron hechos totalmente por mí, en el Departamento de Mecánica y Producción Industrial de la Escuela Politécnica Superior de Mondragon Unibertsitatea.



# AGRADECIMIENTOS

Me gustaría dar las gracias, a través de estas líneas, a todas aquellas personas e instituciones que han colaborado, de forma directa o indirecta, en la realización de esta tesis doctoral. Sé que son todos los que menciono, pero también que no menciono a todos los que son. A todos ellos, gracias. A mi director de tesis, Dr. Jon Aurrekoetxea, por su excelente dirección y por el gran apoyo que me ha ofrecido durante el desarrollo de la tesis tanto en el plano técnico como en el anímico. A Mondragon Goi Eskola Politeknikoa en general, y al departamento de Mecánica y Producción Industrial en particular por brindarme la oportunidad de realizar esta tesis, así como a todas las personas de la universidad que de una u otra forma me han ayudado o apoyado. Al Dr. Eduard Cesari y los compañeros del Departament de Física de la Universitat de les Illes Balears por el magnífico trato dispensado y la continua ayuda prestada durante mi estancia con ellos. Al Dr. Antoni Martínez y al Centre Català del Plàstic por la valiosa colaboración prestada y el excelente trato recibido durante mi breve estancia en Terrassa. Al Dr. Heinz-Guenter Brokmeier y a los compañeros del Institute of Materials Research del GKSS Research Center que operan en el Deutsches Elektronen-Synchrotron de Hamburgo, por su desinteresada e inestimable ayuda con las medidas de difracción. A mis amigos y a los compañeros de tesis que han compartido conmigo los buenos y malos momentos durante la tesis en el día a día. Y en especial a mis padres, a mi hermano Eduardo, y a Amaia, por su apoyo y cariño incondicionales, a quienes me gustaría dedicar esta tesis porque sin ellos no hubiera podido llevar a cabo este trabajo.



# RESUMEN

En la presente tesis se ha investigado la eficacia del empleo de aleaciones con memoria de forma para la mejora del comportamiento de materiales compuestos ante cargas de impacto. Esta tarea ha sido abordada en dos frentes, la profundización en el conocimiento del comportamiento termomecánico a impacto del NiTi, y el empleo de este conocimiento para la fabricación de un nuevo material compuesto pCBT/FC/NiTi, en el que el refuerzo de NiTi es capaz de aumentar la capacidad de absorber energía ante impacto y mejorar la tolerancia al daño del compuesto. Para ello ha sido necesario el desarrollo de una metodología de caracterización específica para impacto, capaz de obtener propiedades fundamentales de los materiales a velocidades entre los 1 y  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , con una precisión mayor que en el ensayo de impacto-tracción convencional; así como un modelo de carácter fenomenológico que permite predecir el comportamiento mecánico del NiTi a impacto.



# LABURPENA

Ondorengo tesian, material konposatuen talkarekiko portaera hobetzeko, “forma memoriadun aleazioen” erabileraren eraginkortasuna aztertu da. Hau burutzeko, alde batetik NiTi-ren portaera termomekanikoaren ezagutzan sakondu da eta bestalde, ezagutza hau erabiliz, pCBT/FC/NiTi material konposatu berria fabrikatu da. Material honetan, NiTi-ren errefortzuak, talka aurrean energia xurgatzeko gaitasuna haunditzen du eta konposatuaren kaltearekiko tolerantzia hobetzen du. Honetarako, beharrezkoa izan da  $1$  eta  $10^3 \text{ s}^{-1}$  abiadura bitarteetan materialen funtsezko propietateak eskuratzeko gai den talka karakterizazio metodologi espezifiko baten garapena, honen zehaztasuna, ohizko talka-trakzio saiakuntza baino haundiagoa delarik. Beharrezkoa izan da ere, talka aurrean NiTi-ren portaera mekanikoa iragartzeko gai den izaera fenomenologikodun eredu baten garapena.



# ABSTRACT

In this thesis it has been investigated the effectiveness of using shape memory alloys to improve the performance of composite materials under impact loads. This task has been carried out on two fronts, the understanding of the thermomechanical behavior of NiTi at impact strain rates, and the using of this knowledge to manufacture a composite material pCBT/FC/NiTi, in which the reinforcement of NiTi increases the energy absorption at impact and improves the damage tolerance of the composite. To reach this goal, it has been necessary the development of a specific characterization methodology for impact strain rates, which is able to obtain fundamental properties of materials at strain rates between 1 and  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , with higher accuracy than employing the conventional tensile-impact test; and the development of a phenomenological model that can predict the mechanical behavior of NiTi at impact.



# INDICE DE CONTENIDOS

Lista de figuras .....	XVII
Lista de tablas .....	XXI
Abreviaturas .....	XXIII
Glosario .....	XXV
<b>1 Introducción .....</b>	<b>3</b>
1.1 Enmarque de la tesis .....	3
1.2 Estado del arte .....	5
1.2.1 Materiales compuestos reforzados con aleaciones con memoria de forma .....	5
1.2.2 Material de refuerzo: aleaciones con memoria de forma (AMF) .....	8
1.2.3 Obtención de propiedades mecánicas a velocidades de impacto .....	15
1.3 Análisis crítico del estado del arte .....	17
1.4 Objetivos .....	19
1.5 Organización de la memoria de tesis .....	20
<b>2 Materiales y técnicas experimentales .....</b>	<b>23</b>
2.1 Materiales .....	23
2.1.1 Material de refuerzo: aleación con memoria de forma de NiTi .....	23
2.1.2 Material de la matriz: termoplástico pCBT .....	25
2.2 Técnicas experimentales .....	29
2.2.1 Impacto-tracción instrumentado convencional .....	29
2.2.2 Ensayo instrumentado de flexión por tres puntos .....	30
2.2.3 Tracción a bajas velocidades .....	31
2.2.4 Termografía infrarroja .....	31
2.2.5 Difracción de alta energía .....	31

<b>3 Resultados y discusión</b>	<b>37</b>
3.1 Modificación de la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado convencional	37
3.1.1 Introducción	37
3.1.2 Propuesta de mejora de la técnica de impacto-tracción instrumentado convencional	38
3.1.3 Aportaciones de la propuesta de mejora	39
3.1.4 Evaluación de la propuesta de mejora	41
3.1.5 Evolución de la velocidad de deformación durante el impacto	44
3.1.6 Análisis de la reproducibilidad	46
3.2 Caracterización termomecánica del NiTi a impacto	47
3.2.1 Introducción	47
3.2.2 Coeficiente de emisividad del NiTi	48
3.2.3 Diagrama de fases tensión-temperatura	49
3.2.4 Comportamiento termomecánico del NiTi a impacto	51
3.3 Evolución de propiedades en función de la velocidad de deformación	59
3.3.1 Introducción	59
3.3.2 Evolución de las tensiones de transformación	60
3.3.3 Evolución de la energía disipada, de deformación y de recuperación	66
3.3.4 Efecto de la deformación máxima sobre la transformación reversa	68
3.3.5 Efecto de la velocidad de deformación sobre los mecanismos de deformación y fractura	70
3.4 Nucleación y evolución de los frentes de transformación durante la transformación	73
3.4.1 Introducción	73
3.4.2 Evolución de los frentes a velocidades de deformación de impacto	74
3.4.3 Evolución del número de frentes en función de la velocidad de deformación	78
3.5 Comportamiento a impacto-fatiga	83
3.5.1 Introducción	83
3.5.2 Deformación cíclica a impacto	85
3.5.3 Efecto de la fatiga a impacto sobre las tensiones de transformación	86
3.5.4 Efecto de la fatiga a impacto sobre la energía disipada	89
3.6 Modelo de material	91
3.6.1 Introducción	91
3.6.2 Descripción del modelo	92
3.6.3 Obtención de parámetros para el modelo	94
3.6.4 Fenómenos tenidos en cuenta por el modelo	96
3.6.5 Implementación numérica	101
3.6.6 Correlaciones teórico-experimentales	102
3.6.7 Validez del modelo para otros diámetros	104
3.6.8 Campo de aplicación	106

3.7	Resistencia de la intercara de unión entre el NiTi y la matriz termoplástica pCBT	109
3.7.1	Introducción	109
3.7.2	Probetas <i>Pull-out</i>	110
3.7.3	Efecto de la velocidad de deformación y acabado superficial	111
3.8	Material compuesto NiTi/pCBT	115
3.8.1	Introducción	115
3.8.2	Materiales y fabricación de las probetas	116
3.8.3	Efecto del refuerzo de NiTi	119
3.8.4	Absorción de energía	122
3.8.5	Índice de ductilidad	122
<b>4</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>127</b>
4.1	Conclusiones	127
4.2	Aportaciones	131
4.3	Líneas futuras	133
<b>5</b>	<b>Bibliografía</b>	<b>137</b>



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Evolución del número de publicaciones relativas a la utilización de AMF como refuerzo en materiales compuestos. ....	5
Figura 1.2: Diagrama de fases esquemático tensión-temperatura de una AMF. (Modificado de [Lagoudas, 2008]). ....	9
Figura 1.3: Efecto superelástico, a) comportamiento esquemático sobre el diagrama de fases tensión-temperatura, b) diagrama esquemático tensión-deformación. (Tomada de [Lagoudas, 2008]). ....	11
Figura 1.4: Curvas tensión-deformación para un hilo superelástico de NiTi de 0,9 mm de diámetro sometido a tracción a diferentes velocidades de deformación [Schmidt, 2006]. ....	12
Figura 1.5: Diagrama tensión-deformación del NiTi, ensayado en configuración de tracción mediante SHPB ( <i>Split Hopkinson Pressure Bar</i> ) a una velocidad de 1500 s <sup>-1</sup> [Miller et al., 2000a]. ....	13
Figura 1.6: Respuesta tensión-deformación para diferentes materiales compuestos y metálicos. (Tomada de [Paine y Rogers, 1994b]). ....	14
Figura 1.7: Trabajos que estudian las propiedades de la transformación martensítica inducida por tensión en función de la velocidad de deformación. ....	16
Figura 1.8: Velocidad de deformación, métodos de caracterización y aplicaciones [Boyce y Crenshaw, 2005]. ....	16
Figura 2.1: Microestructura de la sección axial de un hilo de NiTi bajo luz polarizada. La dirección de trefilado coincide con la horizontal. (Ataque: inmersión durante 30s en solución acuosa de 5% en volumen de HCl y 10% en volumen de HNO <sub>3</sub> ). ....	24
Figura 2.2: Disposición de los precipitados de NiTi <sub>2</sub> en la matriz del hilo de NiTi. ....	24
Figura 2.3: Temperaturas de transformación del hilo de NiTi. ....	25
Figura 2.4: Polimerización por apertura de anillo del oligómero pCBT [Van Rijswijk y Bersee, 2007]. ....	26
Figura 2.5: Termogramas del CBT, del pCBT procesado por polimerización reactiva (en la figura ISP-PBT) y del PBT moldeado por inyección (en la figura IM-PBT). Velocidad de calentamiento 5 °C/min. [Ishak et al., 2007]. ....	26
Figura 2.6: a) Grado de conversión del CBT en función del tiempo para diferentes temperaturas, b) tiempo de impregnación y polimerización del CBT [Parton, 2006]. ....	27
Figura 2.7: a) Diferentes rutas de procesado para la polimerización reactiva del CBT, b) curvas tensión-deformación obtenidas en configuración de flexión por tres puntos para las diferentes rutas de procesado, [Parton, 2006]. (PBT-Q: PBT de grado inyección). ....	27
Figura 2.8: Ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado. ....	29
Figura 2.9: Ensayo de flexión por tres puntos instrumentado. ....	30
Figura 2.10: Diagrama esquemático de la línea de alta energía HARWI-W2 (DESY). ....	32
Figura 2.11: Representación esquemática de la ley de Bragg para una interferencia constructiva a), o destructiva b). ....	33
Figura 3.1: Detalle del amarre de un ensayo de impacto-tracción instrumentado con la nueva instrumentación. ....	38
Figura 3.2: Dispositivo empleado en el ensayo de impacto-tracción instrumentado con medición de la velocidad de la probeta mediante láser. ....	39
Figura 3.3: Velocidad de deformación del NiTi obtenida con y sin la nueva instrumentación en ensayos de impacto-tracción. ....	40
Figura 3.4: Deformación del NiTi obtenida con y sin captador láser en ensayos de impacto-tracción instrumentados. ....	40

Figura 3.5: Efecto del empleo de la nueva instrumentación sobre la obtención del diagrama tensión-deformación de aleaciones de NiTi en ensayos de impacto-tracción instrumentados. ....	41
Figura 3.6: Deformación permanente en función de la máxima alcanzada para un ciclo de carga y descarga en impacto.....	43
Figura 3.7: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo de impacto-tracción con carga y descarga.....	44
Figura 3.8: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo convencional de tracción con carga y descarga. ....	45
Figura 3.9: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo de impacto-tracción hasta la rotura. ....	45
Figura 3.10: Ensayos representativos de la reproducibilidad de nueva instrumentación propuesta para el ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado. ....	46
Figura 3.11: Sistema de medida empleado para la obtención de propiedades termomecánicas del NiTi a impacto. ....	47
Figura 3.12: Ajuste de la emisividad para el NiTi en forma de hilo (acabado superficial <i>sandblasted</i> ). ....	49
Figura 3.13: (a) Diagrama de fases tensión-temperatura del NiTi, (b) obtenido a partir de ensayos con transformación martensítica inducida por tensión completa a diferentes temperaturas. ....	50
Figura 3.14: Deformación elástica de la fase austenítica a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura.....	52
Figura 3.15: Transformación martensítica completa inducida por tensión y deformación elástica de la fase martensítica a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura. ....	53
Figura 3.16: Correlación entre tensiones de transformación y temperatura para diferentes velocidades de deformación. ....	54
Figura 3.17: Transformación martensítica completa inducida por tensión y deformación elástica y plástica de la fase martensítica hasta la rotura a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura.....	56
Figura 3.18: Zona de estricción generada de un hilo de NiTi tras la rotura a tracción a una velocidad de deformación inicial de $53 \text{ s}^{-1}$ . ....	56
Figura 3.19: Diagramas tensión-deformación de hilos de NiTi sometidos a tracción a velocidades de formación de impacto, a) con transformación incompleta, b) con transformación completa y c) deformados hasta la rotura.....	57
Figura 3.20: Parámetros destacables de la transformación martensítica inducida por tensión de cara al diseño de aplicaciones de impacto. ....	60
Figura 3.21: Curvas tensión-deformación de hilos de NiTi para diferentes velocidades de deformación desde el rango cuasi-estático hasta impacto, a) deformación hasta la rotura, b) transformación martensítica inducida por tensión completa. ....	61
Figura 3.22: Evolución de las tensiones de transformación en función de la velocidad de la deformación, a) tensiones de transformación directa, b) tensiones de transformación reversa para un ciclo de carga y descarga con transformación completa. ....	62
Figura 3.23: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b). ....	63
Figura 3.24: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b). ....	63
Figura 3.25: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b). ....	63
Figura 3.26: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b). ....	64
Figura 3.27: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b). ....	65
Figura 3.28: Evolución de la onda térmica respecto al frente de transformación en función de la velocidad de deformación. ....	66
Figura 3.29: Variación de la energía de deformación ( $E_d$ ) con la velocidad de deformación.....	67
Figura 3.30: Variación de la energía recuperada ( $E_r$ ) con la velocidad de deformación.....	67
Figura 3.31: Variación de la energía de disipada ( $W_d$ ) con la velocidad de deformación. ....	67
Figura 3.32: Respuesta superelástica del NiTi para diferentes deformaciones máximas, a) a velocidades de deformación de impacto, b) a bajas velocidades de deformación. ....	68

Figura 3.33: Tensiones de transformación en función de la máxima deformación alcanzada durante la deformación del NiTi, a) UPS, b) LPS. ....	69
Figura 3.34: Evolución de energías en función de la máxima deformación alcanzada durante la deformación del NiTi, a) energía de deformación ( $E_d$ ) y recuperable ( $E_r$ ), b) energía disipada ( $W_d$ ). ....	69
Figura 3.35: Superficies de fractura representativas del NiTi ensayado a tracción, a) a velocidad de deformación cuasi-estática, b) a impacto. ....	71
Figura 3.36: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para un ensayo de impacto con deformación máxima del 6,5%, b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).....	75
Figura 3.37: Mapa de temperaturas de la evolución de los frentes de transformación a velocidades de impacto, para un ciclo de carga y descarga hasta el 6,5% de deformación, a) diagrama tensión-deformación, b) evolución de los frentes durante la transformación directa, c) evolución de los frentes durante la transformación reversa. ....	76
Figura 3.38: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para un ensayo de impacto con deformación máxima del 10%, b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).....	77
Figura 3.39: Mapa de temperaturas de la evolución de los frentes de transformación a velocidades de impacto, para un ciclo de carga y descarga hasta el 10% de deformación, a) diagrama tensión-deformación, b) evolución de los frentes durante la transformación directa, c) evolución de los frentes durante la transformación reversa. ....	77
Figura 3.40: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	78
Figura 3.41: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	79
Figura 3.42: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	80
Figura 3.43: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	80
Figura 3.44: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	81
Figura 3.45: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de $5 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita). ....	81
Figura 3.46: Ubicación de una nueva nucleación en función de la velocidad de deformación, a) a bajas velocidades, b) a altas velocidades.....	82
Figura 3.47: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 4% en deformación. ....	85
Figura 3.48: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 6% en deformación. ....	86
Figura 3.49: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 9% en deformación. ....	86
Figura 3.50: Efecto de la deformación cíclica sobre las tensiones de transformación, para diferentes velocidades y máximas amplitudes de ciclo, a) durante la transformación directa, b) durante la reversa. ....	87
Figura 3.51: Patrón de difracción del NiTi antes y después de la inducción de daño por fatiga para diferentes velocidades de deformación. ....	88
Figura 3.52: Efecto de la deformación cíclica sobre la energía disipada en un ciclo de carga y descarga para diferentes velocidades y máximas amplitudes de ciclo. ....	89
Figura 3.53: Diagrama de fases NiTi. ....	94
Figura 3.54: Parámetros obtenibles a partir del ensayo de tracción en condiciones de deformación isotérmicas ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). ....	95
Figura 3.55: Parámetros obtenibles a partir del ensayo de tracción en condiciones de deformación adiabáticas ( $\dot{\epsilon} = 10^1 \text{ s}^{-1}$ ). ....	95
Figura 3.56: Variación de la tensión de transformación directa inicial ( $\sigma^{M_i}$ ) en función de la velocidad de deformación y parámetros de ajuste. ....	97

Figura 3.57: Variación de la tensión de transformación directa inicial ( $\sigma^A_i$ ) en función de la velocidad de deformación y parámetros de ajuste. ....	98
Figura 3.58: Variación de la tensión de transformación reversa ( $\Delta\sigma^M$ ) en función de la deformación máxima del ciclo de carga.....	99
Figura 3.59: Evolución de la deformación permanente ( $\varepsilon_p$ ) en función de la deformación máxima del ciclo. ....	99
Figura 3.60: Influencia de la velocidad de deformación sobre la deformación de la fase martensítica y parámetros de ajuste.....	100
Figura 3.61: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para diferentes temperaturas.....	103
Figura 3.62: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para diferentes velocidades de deformación, a) con transformación reversa, b) hasta la rotura. ....	103
Figura 3.63: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para ciclos con diferentes amplitudes máximas, a) a bajas velocidades, b) a impacto.....	104
Figura 3.64: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 0,9 mm de diámetro. ....	105
Figura 3.65: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 1,2 mm de diámetro. ....	105
Figura 3.66: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 0,2 mm de diámetro, a) a impacto, b) a bajas velocidades. ....	106
Figura 3.67: Correlación teórico-experimental de la energía disipada en un ciclo de carga y descarga en función de la velocidad de deformación.....	107
Figura 3.68: Simulación de la evolución energía-deformación de una estructura integrada por 100 hilos de 2 mm de diámetro y 1,5 m de longitud soportando el impacto de una masa de 400 kg a diferentes velocidades, a) 10 m/s, b) 15 m/s, c) 16,67 m/s.....	108
Figura 3.69: Probeta utilizada para el ensayo <i>pull-out</i> . ....	110
Figura 3.70: Molde de aluminio para la fabricación de las probetas para los ensayos <i>pull-out</i> . ....	110
Figura 3.71: Probeta de pCBT reforzada con hilos de NiTi. ....	111
Figura 3.72: Ensayos de <i>pull-out</i> de hilos de NiTi embebidos en matriz pCBT, a) a velocidades cuasi-estáticas, b) a velocidades de impacto. ....	111
Figura 3.73: Evolución de la velocidad durante un ensayo de <i>pull-out</i> a impacto. ....	112
Figura 3.74: Rugosidad del refuerzo de NiTi sin embeber, a) <i>sandblasted</i> , b) <i>pickled</i> . ....	112
Figura 3.75: Rotura de la intercara NiTi/pCBT a velocidades cuasi-estáticas (0,0025 mm/s), a) <i>sandblasted</i> , b) <i>pickled</i> . ....	113
Figura 3.76: Rotura de la intercara NiTi/pCBT a velocidades de deformación de impacto (3700 mm/s), a) <i>sandblasted</i> , b) <i>pickled</i> . ....	113
Figura 3.77: a) Placa de NiTi/pCBT/FC obtenida mediante RTM, b) obtención de las probetas a partir de la placa inicial y dimensiones finales. ....	118
Figura 3.78: Efecto del ciclo térmico (240 °C/30 min) sobre las tensiones de transformación y deformación superelástica.....	118
Figura 3.79: Diagrama esquemático del ensayo de impacto-flexión instrumentado y la disposición de la probeta. ....	119
Figura 3.80: Curvas fuerza-tiempo resultado del ensayo de flexión instrumentado a distintas velocidades de impacto, para los diferentes laminados reforzados con NiTi. ....	120
Figura 3.81: Diagramas tensión-deformación de los diferentes laminados reforzados con NiTi, para diferentes velocidades de impacto. ....	121
Figura 3.82: Disipación de energía en función de la incidente para los diferentes tipos de laminados reforzados con NiTi. ....	122
Figura 3.83: Índice de ductilidad en función de la energía incidente para los diferentes laminados reforzados con NiTi. ....	123

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1: Resumen de los trabajos de investigación realizados en cuanto a aplicaciones de materiales compuestos reforzados con AMF.....	6
Tabla 2.1: Propiedades del NiTi ofrecidas por el fabricante. ....	23
Tabla 3.1: Módulos de elasticidad de las fases austenítica ( $E_A$ ) y martensítica ( $E_M$ ).....	43
Tabla 3.2: Parámetros necesarios para la calibración del modelo.....	93
Tabla 3.3: Parámetros para la obtención de la variación de la tensión de transformación directa ( $\sigma^M$ ) en función de la velocidad de deformación.....	97
Tabla 3.4: Parámetros para la obtención de la variación de la tensión de transformación reversa ( $\sigma^A$ ) en función de la velocidad de deformación. ....	98
Tabla 3.5: Resultado de la simulación de una estructura integrada por 100 hilos de 2 mm de diámetro y 1,5 m de longitud, ante un impacto de una masa de 400 kg. ....	107
Tabla 3.6: Disposición de los refuerzos de AMF y los laminados de fibra de carbono para los diferentes materiales compuestos fabricados.....	117



## ABREVIATURAS

AMF	Aleación con memoria de forma
PEI	Polieterimida
PA	Poliamida
PP	Polipropileno
PBT	Politereftalato de butileno
CBT	Oligómero cíclico de tereftalato de butileno
pCBT	Oligómero cíclico de tereftalato de butileno polimerizado reactivamente
PEKK	Polieteretercetona
PPS	Polisulfuro de fenileno
SHPB	Ensayo de barra <i>Hopkinson</i> ( <i>Split Hopkinson Pressure Bar</i> )
ROP	Polimerización reactiva por apertura de anillo ( <i>Ring Opening Polymerization</i> )



# GLOSARIO

$M_s$	Temperatura de comienzo de la transformación martensítica
$M_f$	Temperatura de finalización de la transformación martensítica
$A_s$	Temperatura de comienzo de la transformación martensítica reversa
$A_f$	Temperatura de finalización de la transformación martensítica reversa
$M_d$	Temperatura a partir de la cuál ya no se induce la transformación martensítica
$M_{dm}$	Martensita demacliada
$M_m$	Martensita macliada
$\sigma^{M_{dm_s}}$	Tensión crítica por encima de la cuál la martensita macliada comienza el proceso de demacliado
$\sigma^{M_{dm_f}}$	Tensión crítica de finalización del proceso de demacliado a partir de martensita macliada
$\sigma^M$	Tensión de transformación martensítica inducida por tensión
$\sigma^A$	Tensión de transformación martensítica inducida por tensión reversa
$\sigma$	Tensión
$F$	Fuerza
$T$	Temperatura
$S_0$	Área de la sección inicial de la probeta
$l_0$	Longitud inicial de la probeta
$\varepsilon$	Deformación
$\dot{\varepsilon}$	Velocidad de deformación

$t_c$	Tiempo de contacto
$V_0$	Velocidad inicial
$m$	Masa
$d$	Deflexión
$\lambda$	Longitud de onda
$\omega$	Ángulo de rotación
$\theta$	Ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión
$d_r$	Constante reticular entre los planos de una red cristalina
$f$	Frecuencia
$f_s$	Frecuencia de resonancia
$\rho$	Densidad
$E_A$	Módulo elástico de la fase austenítica
$E_M$	Módulo elástico de la fase martensítica
$\varepsilon_p$	Deformación permanente
$W$	Potencia emisiva superficial
$T$	Temperatura
$\sigma_{SB}$	Constante de Stefan-Boltzmann
$\varepsilon_s$	Emisividad de una superficie
$C_A$	Pendiente de la recta de transformación austenítica del diagrama de fases
$C_M$	Pendiente de la recta de transformación martensítica del diagrama de fases
$c_e$	Calor específico
$\Delta H$	Variación de entalpía
$W_d$	Energía disipada
$E_r$	Energía recuperada
$E_d$	Energía de deformación
$\sigma_{iso}^M$	Tensión de transformación directa en condiciones isotérmicas

$\sigma_{iso}^A$	Tensión de transformación reversa en condiciones isotérmicas
$\sigma_{ad}^M$	Tensión de transformación directa en condiciones adiabáticas
$\sigma_{ad}^A$	Tensión de transformación reversa en condiciones adiabáticas
$E_{M_{iso}^{Carga}}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de carga en condiciones isotérmicas
$E_{M^{Descarga}}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de descarga
$E_{M_{ad}^{Carga}}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de carga en condiciones adiabáticas
$\varepsilon_{iso}^L$	Deformación para la transformación completa extrapolada a tensión cero en condiciones isotérmicas
$\varepsilon_{ad}^L$	Deformación para la transformación completa extrapolada a tensión cero en condiciones adiabáticas
$\sigma_0^M$	Límite de tensión elástica para la fase martensítica
$\varepsilon_0^M$	Límite de deformación elástica para la fase martensítica
n	Coefficiente de endurecimiento por deformación
K	Coefficiente de resistencia en plasticidad
$\sigma_u^M$	Tensión de rotura
$T_{iso}$	Temperatura de las condiciones isotérmicas
$\varepsilon_{max}$	Deformación máxima de un ciclo de carga y descarga
$\sigma_{real}$	Tensión real
$\varepsilon_{real}$	Deformación real



## Capítulo 1

---

### **Introducción**



# 1 Introducción

La tesis "Desarrollo y caracterización de materiales compuestos reforzados con aleaciones con memoria de forma para la mejora del comportamiento ante impacto", ha sido desarrollada dentro del programa de doctorado "Comportamiento mecánico y materiales" del Departamento de Mecánica y Producción Industrial de la Escuela Politécnica Superior de Mondragón Unibertsitatea en la línea de Tecnología de Plásticos y Compuestos.

## 1.1 Enmarque de la tesis

La creciente demanda de seguridad en la sociedad actual ha hecho aumentar los niveles de exigencia en cuanto a integridad estructural se refiere. La sollicitación de impacto es una de las principales cargas a las que se ve sometida una pieza de material compuesto durante su vida en servicio y es difícil de evitar. Por ello, debe minimizarse su influencia para no comprometer la integridad estructural y personal. Ante el riesgo y peligrosidad que entrañan los impactos, cobra especial relevancia la seguridad pasiva en términos de tolerancia al daño y aumento de energía absorbida. Las situaciones en las que se producen impactos (deportes, construcción, accidentes de tráfico, etc.) suponen riesgos importantes para las personas, por lo tanto, el interés socio-económico de las estructuras sometidas a impacto se justifica por el peligro que este tipo de sollicitación implica.

El aumento de movilidad en términos de tráfico rodado se paga muy caro, ya que todos los años ocurren, lamentablemente, 1.300.000 accidentes en la Unión Europea, con un saldo de más de 40.000 víctimas mortales y 1.700.000 heridos. El coste directo o indirecto de esta tragedia se ha evaluado en 160.000 millones de euros, lo que representa el 2% del PIB de la Unión Europea. En el Libro Blanco sobre la política europea de transportes<sup>1</sup>, la Comisión propuso que la Unión Europea se marcara el objetivo de reducir el número de muertes a la mitad antes del 2010, para lo que, entre otras estrategias, propuso más de cincuenta directivas de normalización técnica entre las que se encuentran las de protección de ocupantes de vehículos<sup>2</sup> y peatones<sup>3</sup>.

Por lo tanto, el desarrollo de materiales o componentes que mejoren la seguridad pasiva del automóvil es un objetivo prioritario ya que posibilitará la obtención de productos de mayor valor añadido en cuanto a seguridad se refiere. Este aspecto queda reflejado en las perspectivas de diferentes grupos de trabajo<sup>4</sup> en las que se apuntan como acciones prioritarias para mejorar la seguridad, el desarrollo de materiales ligeros con gran capacidad de absorber energía ante impacto.

---

<sup>1</sup> La política europea de transportes de cara al 2010: la hora de la verdad.

<sup>2</sup> Directiva Europea 96/27/EC *Protection of occupants of motor vehicles in the event of a side impact* & Directiva Europea 96/79/EC *Protection of occupants of motor vehicles in the event of a frontal impact*.

<sup>3</sup> Directiva Europea 2003/102/EC *Protection of pedestrians and other vulnerable road users before and in the event of a collision with a motor vehicle*.

<sup>4</sup> FUIRORE, *European Road Transport Research Advisory Council* y *European Vehicle Passive Safety Network*.

El valor añadido por los materiales inteligentes, como las aleaciones con memoria de forma (AMF), se fundamenta en la capacidad de estos para absorber una gran cantidad de energía cuando son deformados. Esto es debido a las propiedades únicas que exhiben este tipo de materiales, y están ligados a las especiales características que presenta la transformación martensítica. El peculiar comportamiento de estos materiales hace que posean una gran flexibilidad con unas grandes deformaciones recuperables, inalcanzables para cualquier otra aleación metálica. Estos materiales ofrecen además ventajas importantes frente a otro tipo de materiales inteligentes como pueden ser los piezoeléctricos o los magnetostrictivos, que poseen unas deformaciones recuperables y una resistencia mucho menores. Las AMF destacan por sus elevadas deformaciones reversibles, de hasta el 8%, o sus grandes tensiones de transformación, ~450-600 MPa, que combinadas proporcionan una enorme capacidad para disipar energía [Duerig y Pelton, 1994; Otsuka y Wayman, 1999], mucho mayor por ejemplo que la que pueden ofrecer los materiales piezoeléctricos empleados comúnmente para disipar energía. Debido a las propiedades especiales de las AMF, las ventajas previsibles que podría aportar un material compuesto reforzado con este tipo de aleaciones ante sollicitaciones de impacto serían:

- ✓ Una gran flexibilidad capaz de recuperar grandes deformaciones, lo que redundaría en una gran capacidad de deformación para la minimización del daño tanto del objeto impactor como al material en sí mismo.
- ✓ Un aumento de la disipación de energía por el comportamiento histerético de la transformación martensítica inducida por tensión.
- ✓ Una mayor resistencia y tolerancia al daño debido a las altas tensiones que pueden llegar a soportar.

La aplicación de estructuras de seguridad con materiales inteligentes no prevé su aplicación antes del periodo 2010-2015<sup>5</sup>, aunque su desarrollo es inminente y se alinea con la Directriz 6 del Libro Blanco del Sistema Vasco de Innovación<sup>6</sup>, en el que se justifica la necesidad de desarrollar nuevos productos competitivos basados en el conocimiento y no en el coste. Uno de los sectores que más podría beneficiarse de la investigación básica de materiales compuestos de alta resistencia, así lo confirman los proyectos integrados “Coche Inteligente” y “Seguridad y Confort en el Automóvil”, es el de la industria de Componentes de Automoción, compuesta por 300 empresas, que representan el 17% del PIB de la C.A.V. La facturación de estas empresas ascendió en el 2008 a 11.020 millones de euros, empleando a 40.900 trabajadores directos<sup>7</sup>. Por lo tanto, de esta problemática surge la oportunidad de ahondar en el conocimiento del comportamiento a impacto de las AMF, para obtener un mayor conocimiento de su comportamiento de cara a mejorar la efectividad en los procesos de diseño para su integración como refuerzo en materiales compuestos de cara a la mejora de propiedades ante impacto.

---

<sup>5</sup> Según el documento *Roadmap of future automotive passive safety technology development* [www.passivesafety.com] publicado por la *European Vehicle Passive Safety Network*.

<sup>6</sup> Sistema Vasco de Innovación: Horizonte 2010.

<sup>7</sup> ACICAE Cluster de Automoción de Euskadi [www.acicae.es].

## 1.2 Estado del arte

### 1.2.1 Materiales compuestos reforzados con aleaciones con memoria de forma

#### Introducción

La idea de la incorporación de aleaciones con memoria de forma como refuerzo en materiales compuestos para la mejora de propiedades comenzó a finales de la década de los 80 con el concepto del desarrollo de un material adaptativo con capacidad para alterar sus propiedades geométricas y físicas gracias a las propiedades únicas que ofrecen las AMF [Rogers y Robertshaw, 1988]. En torno a esta idea han ido surgiendo desde entonces una cantidad significativa de trabajos de cuya tendencia cabe destacar la regularidad mantenida durante la última década en cuanto al número de publicaciones se refiere, figura 1.1.

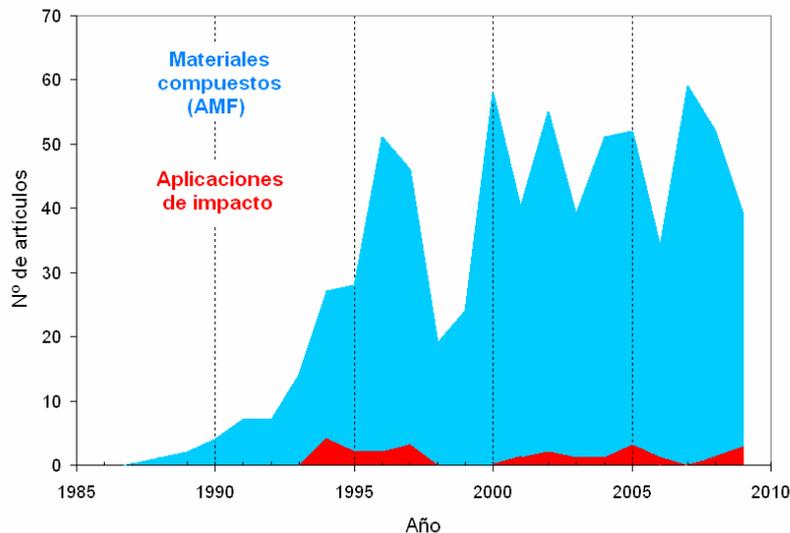


Figura 1.1: Evolución del número de publicaciones relativas a la utilización de AMF como refuerzo en materiales compuestos.

Las principales aportaciones de la incorporación de AMF en materiales compuestos inteligentes se centran, según la propiedad de las AMF que explotan:

- ✓ En la fabricación de materiales adaptativos para el control de forma o el control de la amortiguación utilizando para ello la propiedad del efecto memoria de forma.
- ✓ En la mejora de las propiedades ante impacto empleando la propiedad superelástica.

En función de la aplicación y la propiedad sobre la que se quiere actuar, la transformación se induce bien por tensión o bien por temperatura, tabla 1.1. En este último caso, para la regulación de la temperatura es necesaria la implementación de un control externo, lo que implica tiempos de respuesta no inmediatos; mientras que en la explotación de la transformación inducida por tensión,

el proceso es auto-inducido y de efecto inmediato, lo que elimina la necesidad de un control externo y permite su explotación en aplicaciones donde el tiempo de respuesta debe ser instantáneo como puede ser el caso de impacto.

Tabla 1.1: Resumen de los trabajos de investigación realizados en cuanto a aplicaciones de materiales compuestos reforzados con AMF.

<b>Propiedad explotada</b>	<b>Efecto de memoria de forma</b>		<b>Superelasticidad</b>
<b>Aplicación</b>	Control de forma	Control de la amortiguación	Disipación de energía
<b>Propiedad del material que varía</b>	Deformación	Rigidez (frecuencias de resonancia)	Tenacidad
<b>Tipo de transformación</b>	Inducida por temperatura		Inducida por tensión
<b>Efecto</b>	No inmediato		Inmediato
<b>Tipo de control</b>	Activo Necesidad de control		Pasivo Sin necesidad de control

A pesar de la notable cantidad de trabajos existentes en la bibliografía que emplean AMF como refuerzo en la fabricación de materiales compuestos, el número de publicaciones se reduce drásticamente cuando la atención se centra en aplicaciones de impacto, figura 1.1. Los primeros trabajos que emplean AMF en materiales compuestos para aumentar la absorción de energía e incrementar la tolerancia al daño en impacto, aparecen a mediados de los 90 en dos grupos de investigación diferentes [Paine y Rogers, 1994a; Paine y Rogers, 1994b; Paine y Rogers, 1994c; Paine y Rogers, 1995a; Paine y Rogers, 1995b] y [Sun y Ksu, 1994; Sun y Xu, 1994]. El grupo de Paine y Rogers amplió su trabajo en el rango de la balística [Kiesling et al., 1996], mientras otros se centraban en minimizar las deflexiones producidas durante el impacto mediante el pretensado de los refuerzos [Birman et al., 1996]. Tras un periodo de inactividad investigadora el tema retomó interés con trabajos en los que se analizan aspectos de diseño como la posición y el volumen de fibra de los refuerzos de AMF [Tsoi et al., 2001; Tsoi et al., 2003; Lau et al., 2004], o los que incluían la monitorización del proceso midiendo las deformaciones mediante un captador piezoeléctrico [Roh y Kim, 2002; Roh y Kim, 2003]. Posteriormente, el interés se centró en la optimización de los parámetros de diseño mediante la simulación del comportamiento mecánico, utilizando para ello diferentes herramientas de cálculo [Meo et al., 2005; Wu et al., 2005; Seung et al., 2005; Shokuhfar et al., 2008]. También se llevaron a cabo estudios en los que se midieron las propiedades residuales tras el impacto [Kang y Kim, 2009] u otras propiedades como pueden ser el índice de ductilidad o la evolución de la tolerancia al daño a impacto-fatiga [Pappadà et al., 2009]. Por último, recientemente han surgido una serie de nuevas aplicaciones de este tipo de materiales como pueden ser el monitorizado de impactos [Qiu et al., 2006], en el que se aprovecha para el monitorizado la variación de la resistencia eléctrica de los refuerzos durante la transformación inducida por tensión, o la fabricación de parches reparadores para grietas en materiales metálicos [Khalili et al., 2009].

### Material de la matriz

En aplicaciones ante cargas de impacto, las AMF han sido comúnmente embebidas en matrices termoestables, siendo el material más utilizado el epoxy. Sin embargo, para otro tipo de aplicaciones, como puede ser el control de forma o de la amortiguación, se han comenzado a

emplear matrices termoplásticas. Elspass y Kunzmann realizan una comparación entre estos dos tipos de materiales [Elspass y Kunzmann, 1996]. Para ello utilizan diversas matrices, tanto termoestables (epoxy) como termoplásticas (PEI, PA), en las que embeben refuerzos de NiTi realizando ensayos de deformación inducida por temperatura y amortiguación de vibraciones variando el volumen de fibra de las AMF. Concluyen que la utilización de matrices termoplásticas aporta una serie de ventajas sustanciales frente a las termoestables, como pueden ser:

- ✓ Alta rigidez específica.
- ✓ Excelente resistencia.
- ✓ Reducidos tiempos de fabricación.
- ✓ Baja absorción de humedad.

Además, a estas se le suman otra serie de ventajas:

- ✓ Posibilidad de ensamblar subestructuras por soldadura.
- ✓ El almacenamiento de materias primas se realiza a temperatura ambiente.
- ✓ Durante el proceso no hay emisiones volátiles orgánicas.
- ✓ Reciclabilidad.

Algunos de los termoplásticos más empleados como matrices en materiales compuestos son, el polipropileno (PP), el polibutiltereftalato (PBT), las poliamidas (PA-6 y PA-12), la polieteretercetona (PEEK), la polieterimida (PEI), la polietercetonacetona (PEKK) y el polisulfuro de fenileno (PPS). Sin embargo, y a pesar de las ventajas, su uso todavía no está muy extendido debido a una serie de inconvenientes que se centran principalmente en dos aspectos clave:

- ✓ La dificultad de procesado.
- ✓ La dificultad de una buena impregnación de las fibras.

La alta viscosidad de las matrices termoplásticas durante el procesado dificulta la impregnación de la fibras, lo que puede provocar problemas como arrastamientos de las fibras de refuerzo o un deficiente mojado de las mismas que resultaría en una deficiente transmisión de las cargas al refuerzo [Parton et al., 2005; Verrey et al., 2006]. Sin embargo, en los últimos años se han desarrollado técnicas alternativas, como laminados preconsolidados fibra/matriz [Henninger y Friedrich, 2002], fibras recubiertas con polvo de matriz termoplástica [Colton y Leach, 1992] y resinas para el moldeo reactivo en fase líquida de termoplásticos [Parton et al., 2005; Verrey et al., 2006].

### **Intercara matriz-aleación con memoria de forma**

Una de las variables más importantes de cara a fabricar un material compuesto es la adherencia de la intercara entre la fibra de refuerzo y la matriz para poder transmitir las cargas a las fibras. El ensayo de *pull-out* es el más utilizado para determinar la resistencia de la intercara fibra-matriz y

consiste en reproducir el fenómeno de deslizamiento longitudinal del material de refuerzo sobre la matriz en un material compuesto, de forma aislada y sobre una probeta de pequeñas dimensiones. Para ello se desplaza un material respecto al otro en sentidos opuestos y se mide la fuerza de cohesión de la intercara entre los dos materiales que forman el compuesto. Este ensayo ha sido empleado principalmente para caracterizar la resistencia de la intercara entre refuerzos en forma de hilo de NiTi y matrices termoestables [Jonnalagadda, 1997; Schrooten et al., 2002; Poon et al., 2005]. En estos trabajos existen evidencias de que la resistencia de la intercara entre hilos de pequeño diámetro de AMF y matrices termoestables es lo suficientemente alta como para resistir, dentro del rango cuasi-estático de deformación, fuerzas de decohesión superiores a las ocurridas durante la transformación martensítica inducida por tensión.

Jonnalagadda estudió la influencia del acabado superficial y concluyó que el mejor tratamiento de adherencia es uno consistente en un atomizado de finas partículas de arena sobre el material para aumentar la rugosidad [Jonnalagadda, 1997]. Otras posibilidades para una buena unión consistirían en la adherencia mediante una fina capa de óxido [Schrooten et al., 2002] o realizando un decapado de la superficie mediante ácido [Gabry et al., 2000].

Respecto a la influencia del material de la matriz en la intercara del compuesto, Elspass y Kunzmann realizaron ensayos de *pull-out* para hilos de NiTi sin tratar embebidos en diferentes matrices termoplásticas y termoestables [Elspass y Kunzmann, 1996]. Concluyeron que la adherencia del NiTi sobre termoplásticos y termoestables es similar.

En cuanto a la velocidad de deformación empleada durante el ensayo de *pull-out* convencional, se puede considerar dentro del rango cuasi-estático, ya que la máxima velocidad alcanzada en un ensayo de este tipo se limita a los 0,5 mm/s [Gabry et al., 2000]. En ningún caso se han encontrado trabajos sobre este tipo de ensayos a velocidades de deformación de impacto.

### 1.2.2 Material de refuerzo: aleaciones con memoria de forma (AMF)

#### Introducción

El término aleaciones con memoria de forma es aplicable a una serie de materiales metálicos que poseen unas propiedades únicas que las diferencian de otros materiales. Este hecho es debido a las especiales características que ofrece la transformación martensítica, que puede darse entre las diferentes fases a las que pueden encontrarse este tipo de materiales en función del estado de tensiones y la temperatura, figura 1.2. Las AMF de NiTi, las más empleadas comercialmente, poseen dos fases estables, una de alta simetría con una estructura cristalina cúbica denominada austenita, y otra de baja simetría con una estructura monoclinica denominada martensita. Además, esta última puede encontrarse en dos estados, bien maclada o demaclada en función de la tensión a la que haya sido sometida. La estructura cristalina es totalmente austenítica para temperaturas mayores que  $A_f$  y no sería estable a temperaturas menores que  $M_f$ . Para temperaturas intermedias, la estructura es función de la historia termomecánica del material. La martensita maclada comienza a formarse al enfriar el material a una temperatura menor que  $M_s$ . Por debajo de  $M_f$  la estructura martensítica se encuentra completamente maclada siempre y cuando la tensión a la que esté

sometida no supere el umbral  $\sigma^{M_{dm_s}}$ . Para obtener una estructura martensítica completamente demaada es necesaria la aplicación de una carga umbral mínima que es igual a  $\sigma^{M_{dm_f}}$  para temperaturas menores a  $M_s$ , y que aumenta de forma lineal con la temperatura.

Las transiciones entre estas estructuras cristalógicas hacen variar las propiedades mecánicas de las AMF y son la base en la que se fundamenta la capacidad de desarrollar estructuras inteligentes. Estas transiciones, indicadas en la figura 1.2 con flechas, quedan definidas como se ha explicado por una serie de tensiones y temperaturas características del material, que son función principalmente de la composición química y del tratamiento termomecánico [Otsuka y Wayman, 1999]. La transformación martensítica puede definirse como una transformación de fase cristalógicamente reversible e instantánea, es decir sin difusión, en la que los átomos se mueven de forma coordinada como en los mecanismos de cizalladura [Otsuka y Wayman, 1999]. Se trata de una transformación de primer orden en la que el cambio de fase austenita-martensita es exotérmico, mientras que la transformación contraria, martensita-austenita, es endotérmica [Otsuka y Wayman, 1999]. Su principal característica es la capacidad para recuperar deformaciones de hasta el 8%, mediante la transformación reversible entre fases. Esta transformación puede ser inducida de dos maneras, bien por tensión, que da lugar a la propiedad superelástica; o bien por temperatura, dando origen a las propiedades de memoria de forma simple y doble efecto de memoria de forma.

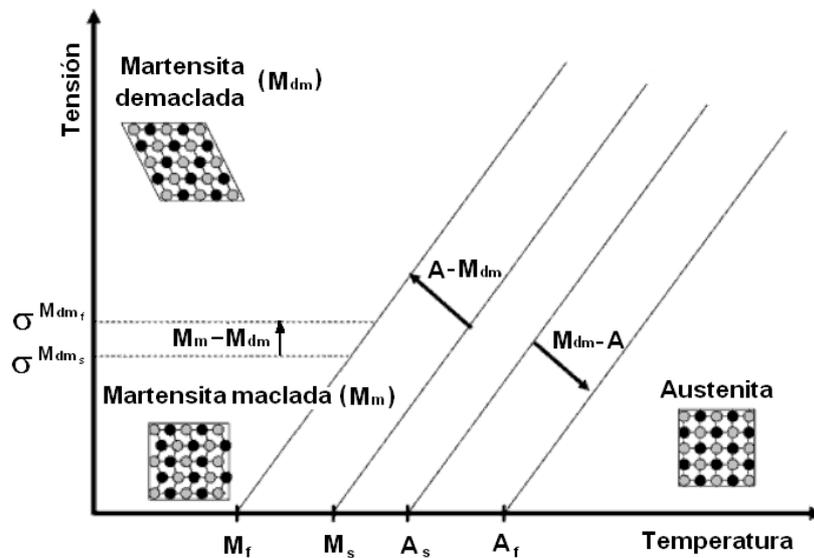


Figura 1.2: Diagrama de fases esquemático tensión-temperatura de una AMF. (Modificado de [Lagoudas, 2008]).

La primera evidencia documentada de una aleación con memoria de forma corresponde al trabajo realizado por Olander en 1932, en el que se identifica una transformación reversible entre la fase austenítica y la martensítica en una aleación de AuCd [Olander, 1932]. En 1947 Bystrom y Almin trabajaron en la identificación de las diferentes fases presentes en esta aleación para diferentes composiciones [Bystrom y Almin, 1947], pero no fue hasta 1951 cuando Chang y Read establecieron los fundamentos de la reversibilidad de la transformación termoelástica entre la fase cúbica B2 (austenita) y la B19' ortorrómbica (martensita) para una aleación de AuCd con una

composición en peso atómico de Cd del 47,5% [Chang y Read, 1951]. El avance más importante en cuanto a aplicaciones ingenieriles se refiere se realizó en 1963, cuando Buehler y sus colaboradores descubrieron el NiTi, una nueva AMF con unas propiedades mecánicas comparables a los metales ingenieriles pero que además poseía unas características superiores a las de las aleaciones estudiadas hasta entonces en cuanto a la capacidad de la transformación termoelástica se refiere [Buehler et al., 1963]. La nueva aleación de NiTi, patentada en 1965 [Buehler y Wiley, 1965], fue bautizada como NITINOL en reconocimiento al laboratorio en el que fue descubierto (*Naval Ordnance Laboratory*), y supuso un antes y un después en cuanto al interés comercial de este tipo de aleaciones y sus aplicaciones. Actualmente, el NiTi es la AMF más extendida comercialmente y la más utilizada en muy diferentes aplicaciones, desde actuadores hasta usos en medicina e ingeniería aeroespacial, debido principalmente a sus buenas propiedades mecánicas, su biocompatibilidad, su resistencia a la corrosión y, por supuesto, a las grandes deformaciones recuperables que presenta tanto durante la transformación inducida por temperatura (efecto memoria de forma), como por tensión (superelasticidad).

La naturaleza instantánea de las aplicaciones de impacto implica que la explotación de las propiedades de las AMF para aplicaciones de impacto se debe centrar en la propiedad superelástica ya que posee la característica de recuperar las deformaciones inducidas por tensión de forma instantánea y espontánea, tal y como se describe posteriormente, frente a la transformación inducida por temperatura que necesita de la aplicación de temperatura para la recuperación de la forma inicial. Esto implicaría la necesidad de un control y una fuente de alimentación, innecesarios en el caso de la explotación de la propiedad superelástica; y un tiempo de calentamiento del que muchas veces no se dispone como puede ser el caso de impactos repetitivos.

### **Tipos de aleaciones con memoria de forma**

La gran mayoría de aplicaciones ingenieriles que explotan las propiedades de las AMF emplean aleaciones de base NiTi. Esto es debido principalmente a sus excelentes propiedades mecánicas, a que es la aleación más ampliamente estudiada en la bibliografía y a que ocupa la práctica totalidad de la oferta comercial de AMF [Duerig y Pelton, 1994; Otsuka y Wayman, 1999]. Sin embargo, existe una amplia variedad de AMF desde que en los años 30 se identificara la primera transformación reversible en una aleación de AuCd [Olander, 1932]. Entre ellas cabe destacar las basadas en el cobre, como pueden ser los sistemas CuZn y CuAl. Su precio, sensiblemente inferior al del NiTi, así como su buena aptitud para la fabricabilidad y la transformación hacen que este tipo de aleaciones desbanquen al NiTi en alguna aplicación, destacando por su ductilidad la aleación de CuZnAl. Sin embargo, y a pesar de las excelentes características superelásticas y como memoria de forma que presentan en su forma monocristalina, cuando se trabaja con policristales el material se fragiliza reduciéndose considerablemente las deformaciones reversibles hasta el 2-3%, así como la vida a fatiga [Otsuka y Wayman, 1999]. También existen otras familias de AMF como las basadas en el hierro, FeNiCoTi o FeMnSi, que pueden llegar a obtener deformaciones reversibles del orden de las de base cobre en su forma policristalina [Otsuka y Wayman, 1999], así como aleaciones con memoria de forma ferromagnéticas que permiten la inducción de una transformación reversible por medio de un campo magnético [Ullakko et al., 1996].

### El efecto superelástico

El efecto superelástico de las AMF se asocia con la transformación martensítica inducida por tensión, y da lugar a una deformación inducida por la aplicación de carga que es recuperable al retirar ésta, siempre y cuando la temperatura sea superior a  $A_f$ , figura 1.3. Un ciclo de deformación superelástica comienza, por lo tanto, a una temperatura lo suficientemente alta como para que la fase estable sea la austenítica. Al aplicar una carga, ésta se deforma elásticamente hasta alcanzar un nivel crítico de tensión ( $\sigma^{M_s}$ ) tal que la estructura austenítica se vuelve termodinámicamente inestable y se induce su transformación en martensita demaada. Macroscópicamente esta conversión o transformación directa se caracteriza por una gran deformación homogénea en un incremento de tensión muy pequeño debido a la reorientación de las variantes de martensita en la dirección de aplicación de la carga. Sin embargo, a nivel microscópico la deformación no es homogénea, sino que la intercara entre fases austenita/martensita avanza en forma de frente de transformación desde su nucleación hasta que toda la estructura se encuentra en fase martensítica demaada ( $\sigma^{M_f}$ ) [Shaw y Kyriakides, 1995]. Al continuar con la aplicación de carga, la pendiente del diagrama tensión-deformación vuelve a aumentar ya que el principal mecanismo de deformación en este tramo sería la distorsión elástica de la martensita demaada, acompañada de una pequeña transformación residual de austenita que para su inducción necesita un incremento sostenido de la carga [Liu et al., 2002]. Mayores incrementos de tensión generan un aumento de la densidad de dislocaciones y distorsiones en la estructura cristalina del material que dan lugar a deformaciones permanentes.

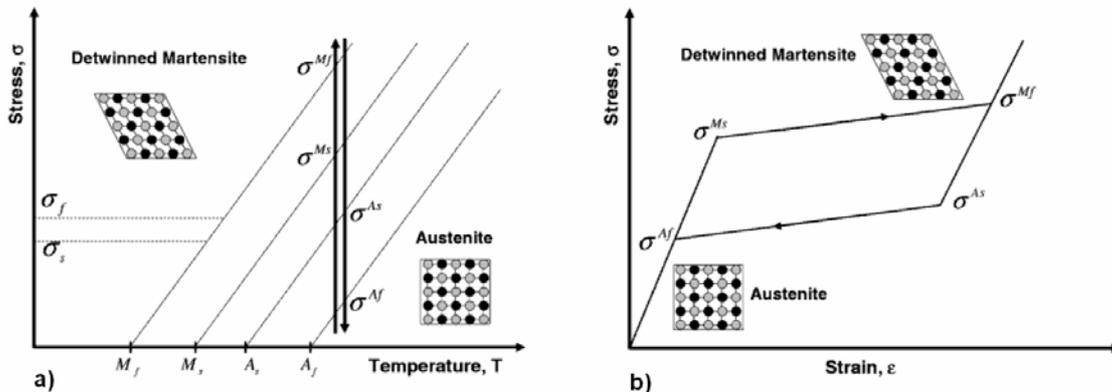


Figura 1.3: Efecto superelástico, a) comportamiento esquemático sobre el diagrama de fases tensión-temperatura, b) diagrama esquemático tensión-deformación. (Tomada de [Lagoudas, 2008]).

Al retirar la carga, una vez el material se encuentra en fase martensítica demaada, se produce una recuperación elástica de la misma hasta llegar a un nivel de tensión por debajo del cuál es termodinámicamente inestable ( $\sigma^{A_s}$ ) y comienza la nucleación de la fase austenítica. Esta transformación reversa es semejante a la transformación directa tanto en términos macroscópicos como microscópicos, y da lugar tras completarse para ( $\sigma^{A_f}$ ) y recuperarse la deformación elástica de la fase austenítica, a la recuperación de la forma original. Esta recuperación de la deformación aparentemente plástica se conoce con el nombre de superelasticidad. Existe un valor de temperatura ( $M_d$ ) por encima de la cuál la transformación martensítica no puede ser inducida por

tensión y los mecanismos de deformación prevalentes están más asociados con el movimiento de dislocaciones y deslizamiento de planos cristalinos [Duerig y Pelton, 1994]. Duerig y Pelton sitúan esta temperatura entre los 25 y los 50 °C por encima de  $A_f$ , por lo que la superelasticidad completa únicamente sería factible en el rango  $A_f + 25/50$  °C.

### Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades mecánicas de las AMF

Es conocido que al variar la velocidad de deformación el comportamiento termomecánico de las AMF se ve modificado. Las tensiones de transformación varían, y como consecuencia de este hecho la histéresis se ve modificada, figura 1.4. Este comportamiento está relacionado con las pequeñas variaciones de temperatura que se dan al reducirse el tiempo de intercambio de calor durante las transformaciones [Shaw y Kyriakides, 1995; Tobushi et al., 1999; Entemeyer et al., 2000; Liu et al., 2002]. De esta manera, la temperatura aumenta durante la transformación directa (exotérmica) y disminuye durante la reversa (endotérmica). Sin embargo, el comportamiento mecánico de las AMF es independiente de la velocidad de deformación por debajo de cierto límite. Para las aleaciones de NiTi, éste se sitúa en el orden de los  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> [Shaw y Kyriakides, 1995; Schmidt, 2006], y se considera como el límite de velocidad de deformación por debajo del cuál el calor de la transformación inducida por tensión puede ser completamente intercambiado con el ambiente debido principalmente a fenómenos de convección, ya que existe el suficiente tiempo para ello. Como consecuencia de este hecho, la temperatura de las probetas no varía y el proceso de deformación puede considerarse isoterma, lo que provoca que el comportamiento mecánico no varíe y tanto la transformación directa como la reversa se produzcan a tensión constante, figura 1.4.

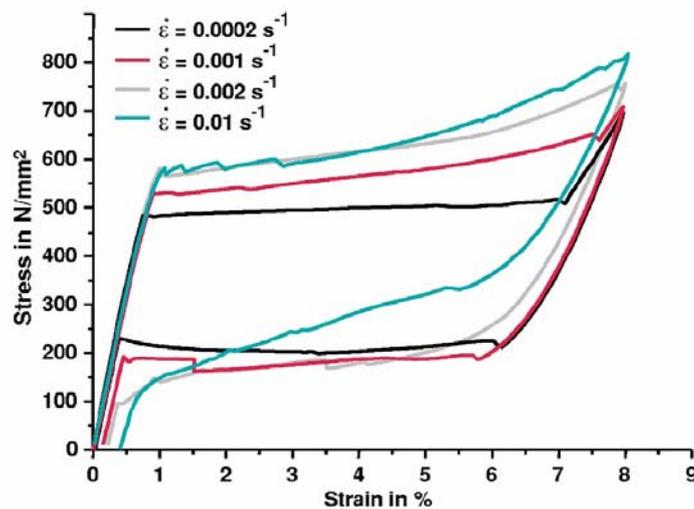


Figura 1.4: Curvas tensión-deformación para un hilo superelástico de NiTi de 0,9 mm de diámetro sometido a tracción a diferentes velocidades de deformación [Schmidt, 2006].

Al aumentar la velocidad de deformación desde el límite cuasi-estático, el comportamiento se ve modificado. Las tensiones de transformación directa  $\sigma_s^M$  y  $\sigma_f^M$  aumentan, y las reversas  $\sigma_s^A$  y  $\sigma_f^A$  disminuyen. Este efecto es más acusado en los finales de la transformación por lo que la pendiente tensión-deformación aumenta así como la histéresis, figura 1.4.

A partir de cierta velocidad de deformación la tendencia cambia para ciertas variables. De esta manera, las tensiones de transformación directas permanecen invariantes a partir de los  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1995; Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006], mientras que las reversas cambian su tendencia y aumentan a partir de una cierta velocidad de deformación, que difiere en valor según los autores pero que se sitúa entre los  $10^{-3}$  y  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [Tobushi et al., 2005; Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006; Pieczyska et al., 2007]. La combinación de estos factores hace que la histéresis también cambie su tendencia y decrezca. Algunos autores apuntan a que esto es debido a que la temperatura en la probeta durante la descarga puede ser incluso mayor que la inicial [Pieczyska et al., 2007]. Al aumentar significativamente la velocidad de deformación, el tiempo para el intercambio de calor disminuye considerablemente, por lo que el proceso de deformación se aleja de las condiciones isotérmicas y se acerca más a las condiciones de deformación adiabáticas.

Este comportamiento continúa hasta velocidades de  $1 \text{ s}^{-1}$  [Li et al., 2005], y es necesario destacar que se desconoce que ocurre al continuar aumentando la velocidad de deformación, ya que en la bibliografía consultada no se tiene constancia de trabajos publicados acerca del comportamiento mecánico de AMF superelásticas a tracción, a velocidades entre 1 y  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , por lo que se desconocen las implicaciones del carácter adiabático de la transformación inducida por tensión a velocidades de deformación de impacto. Los trabajos existentes en la bibliografía que estudian el comportamiento a mayores velocidades mediante el ensayo de barra *Hopkinson*, en el orden de los  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , no arrojan suficiente luz acerca del comportamiento mecánico del NiTi a altas velocidades, ya que la zona de transformación queda enmascarada por una serie de oscilaciones asociadas a reflexiones del pulso incidente y al tiempo necesario para alcanzar el equilibrio, figura 1.5. Además, los intentos realizados para observar la transformación inducida por tensión completa a velocidades menores que  $10^3 \text{ s}^{-1}$  mediante el ensayo de barra *Hopkinson* han sido fallidos, ya que la velocidad inicial de la barra incidente debe ser tan baja que la amplitud del pulso incidente no es suficiente para inducir la transformación [Chen et al., 2001].

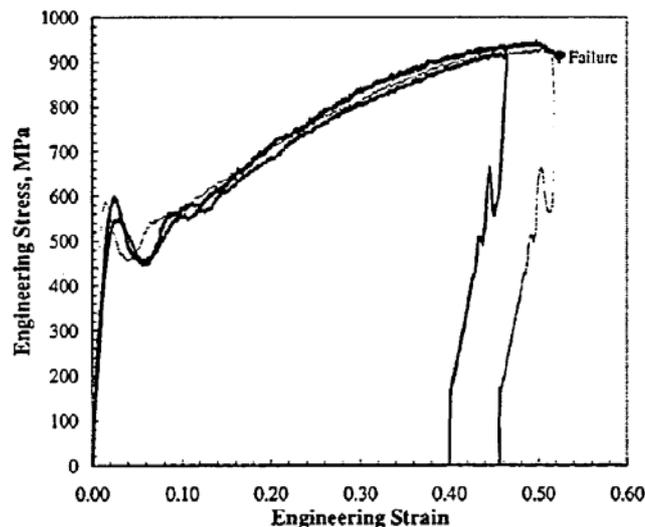


Figura 1.5: Diagrama tensión-deformación del NiTi, ensayado en configuración de tracción mediante SHPB (*Split Hopkinson Pressure Bar*) a una velocidad de  $1500 \text{ s}^{-1}$  [Miller et al., 2000a].

## Disipación de energía

Las AMF poseen una capacidad para disipar energía por unidad de peso muy alta, que hace de estos materiales unos excelentes candidatos para ser empleados en aplicaciones de absorción de energía, resistencia ante impactos y amortiguación de vibraciones [Tobushi et al., 2005]. La potencialidad de la disipación de energía en las AMF puede dividirse en dos aspectos, la capacidad de absorber energía sin que se produzca deformación permanente alguna, y cuando se produce deformación plástica y la rotura del material. La primera implicaría absorción de energía sin deformación plástica y se centraría en la explotación de la reversibilidad de la transformación martensítica inducida por tensión, que tiene su origen en la diferencia de tensiones entre la transformación directa y la reversa, dando lugar a una histéresis mecánica, área englobada en el diagrama tensión-deformación, que es capaz de disipar una gran cantidad de energía. Según Tobushi ésta capacidad de disipar energía podría ser de hasta dos órdenes de magnitud superior que el de un acero de características medias [Tobushi et al., 1998]. El otro aspecto hace referencia a la máxima energía que es capaz de absorber un material cuando es llevado hasta la rotura. En este aspecto las AMF también son capaces de disipar una mayor energía que otros materiales como pueden ser los compuestos de fibra de vidrio o de carbono, o los materiales metálicos como el acero y el aluminio, debido a las altas tensiones y deformaciones que presentan a la rotura, figura 1.6.

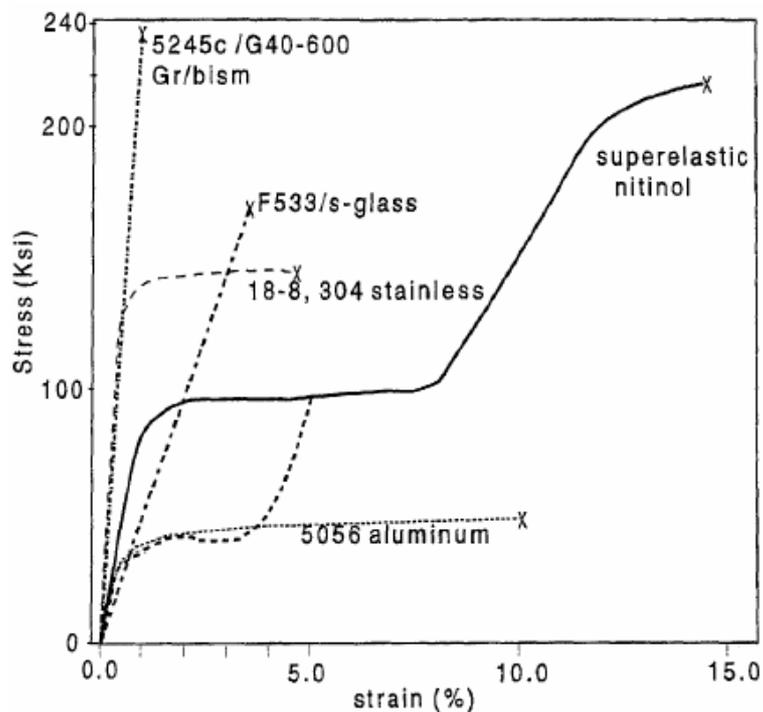


Figura 1.6: Respuesta tensión-deformación para diferentes materiales compuestos y metálicos.

(Tomada de [Paine y Rogers, 1994b]).

Esta gran capacidad para disipar energía que ofrecen las AMF, se debe a la fricción interna provocada por la alta densidad de intercaras móviles presentes durante la transformación martensítica [Van Humbeeck et al., 1995] y depende tanto de la composición y tratamiento termomecánico final, como de las condiciones de ensayo, especialmente de la velocidad de

deformación [Tobushi et al., 1998], del nivel de deformación máxima [Dolce y Cardone, 2001] y la deformación cíclica o fatiga [Tobushi et al., 2005]. En lo que respecta a la velocidad de deformación, el ciclo de histéresis se hace mayor (disipa mayor energía) y luego disminuye al aumentar la velocidad de deformación. El máximo de disipación de energía para el NiTi se sitúa en el orden de magnitud  $10^{-3}$  -  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Tobushi et al., 1999; Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006] aunque no existen trabajos en la bibliografía revisada que estudien lo que ocurre con la histéresis a velocidades mayores que los  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . En cuanto al efecto del nivel máximo de deformación y la fatiga, también estos parámetros han sido solamente estudiados a bajas velocidades. Así, se conoce que al aumentar el nivel de deformación aumenta el ciclo de histéresis del NiTi ya que decrece el nivel de tensión de la transformación reversible [Dolce y Cardone, 2001]; o que la histéresis de la transformación disminuye con el ciclado debido a que la tensión de transformación reversa disminuye en menor grado que la directa [Miyazaki et al., 1986]. Por lo tanto, los aspectos referentes a la disipación de energía de las AMF son conocidos para el rango de bajas velocidades de deformación, sin embargo, para la estimación de su potencial empleo en aplicaciones de impacto es crucial conocer la dependencia de estos parámetros en el rango de altas velocidades de deformación.

### 1.2.3 Obtención de propiedades mecánicas a velocidades de impacto

Tal y como se ha descrito, la velocidad de deformación tiene una gran influencia sobre el comportamiento termomecánico de las AMF, por lo que es de vital importancia conocer su comportamiento a altas velocidades de cara al diseño y empleo de este tipo de materiales como refuerzo en materiales compuestos para aplicaciones de impacto. Las cargas de alta velocidad se pueden dividir en tres grupos en función de la energía desarrollada [Savage et al., 2004]:

- ✓ Desde 0 hasta 150 m/s, impacto de baja energía.
- ✓ Hasta 1500 m/s, balística.
- ✓ A partir de 1500 m/s, hipervelocidad.

La presente investigación se centra en el primer grupo, ya que corresponde, desde el punto de vista de aplicabilidad, al rango de impacto de vehículos. En él, el comportamiento está gobernado tanto por el material como por la estructura, por lo que es crucial tanto la comprensión de las características de los materiales en ese rango así como un buen diseño. Hablando en términos de velocidad de deformación por unidad de longitud, el grupo de impacto de vehículos correspondería al rango determinado entre  $1$  y  $10^2 \text{ s}^{-1}$ .

Si atendemos a los trabajos realizados hasta el momento que estudian la transformación martensítica inducida por tensión en su configuración de tracción, en función de la velocidad de deformación, se observa que la gran mayoría de ellos se centra en estudiar la respuesta a bajas velocidades de deformación, hasta  $1 \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1995; Chrysochoos et al., 1995; Wu et al., 1996; Lin et al., 1996; Tobushi et al., 1998; Prahlad y Chopra, 2000; Entemeyer et al., 2000; Dolce y Cardone, 2001; Guo et al., 2003; Li et al., 2005; Vitiello et al., 2005]; o en el rango de la

balística, [Miller et al., 2000a; Miller et al., 2000b; Adharapurapu et al., 2006; Bragov et al., 2006], figura 1.7. Sin embargo, se observa una carencia de resultados en el rango de impacto.

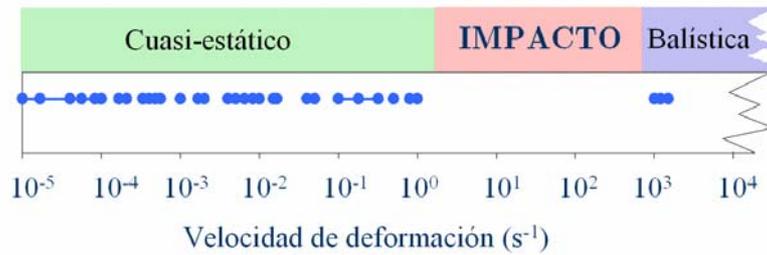


Figura 1.7: Trabajos que estudian las propiedades de la transformación martensítica inducida por tensión en función de la velocidad de deformación.

Este hecho se debe principalmente a la carencia de una metodología de caracterización bien definida para el rango de impacto, tal y como apuntan Boyce y Crenshaw en un trabajo reciente [Boyce y Crenshaw, 2005], figura 1.8. Para alcanzar velocidades hasta los 10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> se han venido utilizando equipos de ensayos universales de accionamiento mecánico, mientras que con accionamientos servohidráulicos es posible alcanzar hasta 1 s<sup>-1</sup>. En casos concretos, y mediante el uso de accionamientos servohidráulicos no convencionales, se ha logrado obtener propiedades de materiales poliméricos en el rango de impacto [Fitoussi et al., 2005], incluso explorar la reorientación de variantes a partir de martensita maclada galgando probetas de pequeñas dimensiones [Wang et al, 2005]. Para mayores velocidades de deformación, a partir de los 10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>, se ha empleado la técnica S.H.P.B. (*Split Hopkinson Pressure Bar*), sin embargo, existe una carencia en cuanto a métodos de caracterización a velocidades de deformación de impacto.

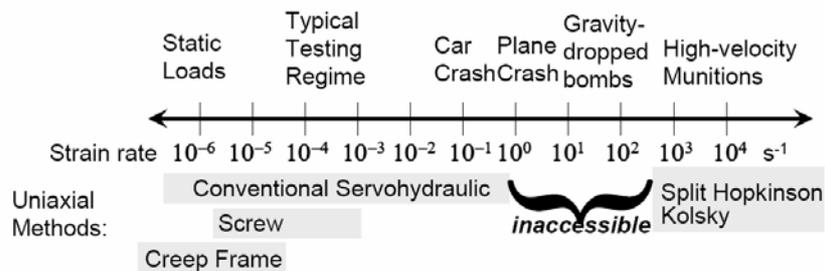


Figura 1.8: Velocidad de deformación, métodos de caracterización y aplicaciones [Boyce y Crenshaw, 2005].

### 1.3 Análisis crítico del estado del arte

En la revisión bibliográfica realizada, se constata el reciente interés que posee la propiedad superelástica de las AMF de cara a ser utilizada en aplicaciones de impacto para aumentar la absorción de energía y mejorar la tolerancia al daño.

Sin embargo, los trabajos existentes hasta la fecha que tratan de explotar esta peculiaridad, lo hacen basándose en el conocimiento que se posee de estas aleaciones a bajas velocidades de deformación, varios órdenes de magnitud por debajo de las velocidades desarrolladas en impacto. La particular interacción que se observa para este tipo de materiales entre los parámetros, velocidad de deformación, temperatura y tensión de transformación, potencian la sensibilidad del comportamiento mecánico de estas aleaciones a un parámetro clave en el diseño de aplicaciones de impacto, la velocidad de deformación. En la bibliografía revisada se observa una carencia de datos en cuanto al comportamiento termomecánico de estas aleaciones para el rango de impacto, esto es cuando la naturaleza del proceso de deformación se acerca a las condiciones adiabáticas, por lo se desconocen aspectos clave para el diseño de materiales compuestos reforzados con este tipo de materiales para aplicaciones de impacto, como pueden ser:

- ✓ El mecanismo de la transformación martensítica inducida por tensión a altas velocidades.
- ✓ La evolución de las tensiones de transformación a velocidades de impacto.
- ✓ La evolución de la temperatura a altas velocidades.
- ✓ La capacidad de disipar energía a impacto.
- ✓ El efecto de la deformación cíclica o fatiga a velocidades de deformación de impacto.

Este hecho es debido principalmente a la carencia de una metodología de caracterización específica para obtener con precisión características fundamentales de los materiales en el rango de impacto. A esto se le une que, las propiedades específicas que presentan este tipo de materiales, dificultan la obtención de ciclos de deformación con transformaciones completas en este rango de velocidades, como ha sido observado cuando se pretenden obtener a través de otros métodos de caracterización como pueden ser la barra *Hopkinson* o máquinas de accionamientos servohidráulicos.

En cuanto a su utilización como refuerzo en materiales compuestos para mejorar las características a impacto, las AMF han sido comúnmente embebidas en matrices termoestables, inherentemente frágiles y con poca resistencia específica ante impacto, por lo que todavía no se ha podido aprovechar todo el potencial que poseen estas aleaciones en este tipo de aplicaciones. Las matrices termoplásticas, exhiben un mayor potencial frente a las termoestables, sin embargo, su mayor desventaja radica en la alta viscosidad que poseen durante el procesado, debido las largas cadenas moleculares que poseen, haciendo necesario para su transformación altas temperaturas y presiones, lo que dificulta la integración de refuerzos en forma de hilo de pequeño diámetro. El proceso de fabricación podría ser mejorado si se disminuyera la viscosidad de la matriz, lo que permitiría la correcta ubicación de los refuerzos sin que sean arrastrados durante el procesado y una

mayor certeza de que la matriz moje correctamente toda la superficie del refuerzo mejorando la transmisión de esfuerzos de la intercara. Esto se puede lograr mediante la utilización una matriz termoplástica de baja viscosidad durante el procesado. Una de las posibilidades consistiría en la utilización de resinas termoplásticas capaces de polimerizar reactivamente, como las resinas termoestables. El bajo peso molecular del oligómero precursor de estos materiales permite que puedan ser transformados mediante procesos de infusión de baja presión (<10 bar), como puede ser el moldeo por transferencia de resina (*Resin Transfer Moulding, RTM*), impregnando así correctamente las fibras de refuerzo sin arrastrarlas y optimizando la integridad de la intercara para la correcta transmisión de las cargas. El desarrollo de compuestos reforzados con AMF para mejorar el comportamiento a impacto ha sido tratado por muy pocos equipos, y en ningún caso se han empleado para ello matrices termoplásticas de polimerización reactiva. Además existe un desconocimiento en cuanto a las características de la intercara en materiales termoplásticos/AMF, cuando ésta es sometida a deformaciones de alta velocidad, por lo que se desconoce la capacidad de transmitir esfuerzos a los refuerzos, aspecto clave en el diseño y fabricación de materiales compuestos.

Por último destacar que la comercialización de materiales compuestos reforzados con AMF se está retrasando debido principalmente al complejo comportamiento de estos materiales y a la falta de directrices de diseño, lo que representa una oportunidad para su estudio en profundidad.

## 1.4 Objetivos

A partir de la revisión del estado del arte y del análisis crítico del mismo, se han establecido los siguientes objetivos generales:

- ✓ Profundizar en el conocimiento del comportamiento termomecánico a impacto de las aleaciones con memoria de forma.
- ✓ Emplear de este conocimiento para aumentar la capacidad de absorber energía ante un impacto y mejorar la tolerancia al daño de un material compuesto.

Los objetivos generales aquí presentados se han plasmado en una serie de objetivos operativos:

1. Seleccionar los materiales idóneos refuerzo/matriz (aleación con memoria de forma/matriz termoplástica) para la fabricación de un material compuesto de alta resistencia y tolerancia al daño ante impacto.
2. Desarrollar de una metodología de caracterización específica para el rango de impacto capaz de obtener con precisión propiedades fundamentales de los materiales en el rango de velocidades entre 1 y  $10^3 \text{ s}^{-1}$ . Esta metodología debe ser aplicable a las características especiales de las AMF, y posibilitar la obtención de propiedades para cualquier nivel de deformación, superando así las limitaciones que presentan otras técnicas de caracterización como las que emplean accionamientos servohidráulicos u otras como la barra *Hopkinson*.
3. Profundizar en el conocimiento de las propiedades termomecánicas a velocidades de deformación de impacto para el material de refuerzo. Este amplio objetivo se ha centrado en los siguientes aspectos:
  - 3a. Esclarecer las peculiaridades del mecanismo de deformación que induce la transformación martensítica por tensión a velocidades de deformación de impacto.
  - 3b. Observar la evolución de parámetros clave en función de la velocidad de deformación hasta niveles de impacto, como pueden ser las tensiones de transformación, energía disipada y temperatura.
  - 3c. Analizar el efecto de la deformación cíclica o fatiga a velocidades de impacto.
4. Plasmar el conocimiento obtenido en el desarrollo de una herramienta que permita predecir, de la manera más fiel posible, el comportamiento del material ante cargas de impacto.
5. Evaluar la resistencia de la intercara entre los materiales seleccionados (termoplástico/aleación con memoria de forma), en función del acabado superficial y la velocidad de deformación a la que se produce la decohesión.
6. Plasmar el conocimiento obtenido en la fabricación y caracterización de un material compuesto de matriz termoplástica reforzado con AMF que sea capaz de aumentar la absorción de energía ante impacto y mejorar la tolerancia al daño.

## 1.5 Organización de la memoria de tesis

La memoria de la tesis que recoge los resultados más relevantes del trabajo realizado para la consecución de los objetivos presentados, ha sido dividida en 4 capítulos:

En el presente capítulo se ha realizado el enmarque de la tesis, en el que se ha analizado el interés del tema seleccionado para la investigación y se ha justificado su elección. Posteriormente se ha realizado una revisión bibliográfica del tema de estudio que ha dado lugar a un estudio crítico del mismo, en el que se han destacado las oportunidades de mejora detectadas en el estado del arte. Como resultado de este análisis se han establecido los principales objetivos de esta investigación, lo que finalmente ha desembocado en una serie de objetivos operativos.

En el capítulo 2 se realiza una descripción de los materiales empleados tanto para el refuerzo como para la matriz del material compuesto, así como la justificación de su elección cumpliendo así el primer objetivo operativo, *Selección de los materiales idóneos refuerzo/matriz*. Además se describen las técnicas experimentales empleadas durante el desarrollo de la tesis.

En el capítulo 3 se muestran los resultados más relevantes de la presente investigación. Este capítulo se encuentra dividido a su vez en una serie de subcapítulos que abordan los restantes objetivos operativos. Así, el objetivo 2, *desarrollo de una metodología de caracterización específica para el rango de impacto*, se aborda en el subcapítulo 3.1 *Modificación de la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado convencional*. El objetivo 3, *profundizar en el conocimiento de las propiedades termomecánicas a impacto para el material de refuerzo*, y sus subobjetivos correspondientes, se llevan a cabo en los subcapítulos 3.2 *Caracterización termomecánica del NiTi a impacto*, 3.3 *Evolución de propiedades en función de la velocidad de deformación*, 3.4 *Nucleación y evolución de los frentes de transformación durante la transformación*, y 3.5 *Comportamiento a impacto-fatiga*. En el capítulo 3.6 *Modelo de material*, se desarrolla el objetivo número 4, que pretende *plasmar el conocimiento obtenido en el desarrollo de una herramienta que permita predecir el comportamiento del material ante cargas de impacto*. Finalmente, en los dos últimos capítulos, 3.7 *Resistencia de la intercara de unión entre el NiTi y la matriz termoplástica pCBT* y 3.8 *Material compuesto NiTi/pCBT*, se aborda el desarrollo de los objetivos 5 y 6 en los que se pretende *Fabricar de un material compuesto de matriz termoplástica reforzada con AMF capaz de aumentar la absorción de energía ante impacto y mejorar la tolerancia al daño* para lo que se hace necesario el *análisis de la resistencia de la intercara entre los materiales seleccionados*.

Finalmente, en el capítulo 4 *Conclusiones*, se presentan a modo de resumen un listado de las principales conclusiones a las que se ha llegado tras el desarrollo de este trabajo; las aportaciones, donde se enumeran las publicaciones en revistas con índice de impacto y los trabajos presentados en congresos tanto nacionales como internacionales, fruto del trabajo desarrollado en la presente investigación; y por último las posibles líneas futuras.

## Capítulo 2

---

### **Materiales y técnicas experimentales**



## 2 Materiales y técnicas experimentales

En este capítulo se presenta tanto la descripción como la justificación de la elección de los materiales empleados para la fabricación del material compuesto (matriz y refuerzo); así como las principales técnicas experimentales empleadas para la caracterización de dichos materiales.

### 2.1 Materiales

#### 2.1.1 Material de refuerzo: aleación con memoria de forma de NiTi

En el presente trabajo se ha empleado como material de refuerzo una aleación con memoria de forma de NiTi. La elección de este material por encima de otro tipo de aleaciones como pueden ser las basadas en el cobre o los aceros con memoria de forma se justifica por las siguientes razones:

- ✓ Sus excelentes propiedades mecánicas en términos de altas tensiones de transformación (~500 MPa) y rotura (~1200 MPa), grandes deformaciones recuperables (6-8%) y a la rotura (>10%), así como buena resistencia a la fatiga y ante la corrosión [Duerig y Pelton, 1994; Otsuka y Wayman 1999].
- ✓ Es la aleación con memoria de forma más ampliamente estudiada y la mayoría de los trabajos encontrados en la bibliografía orientados a la fabricación de materiales compuestos con este tipo de materiales utilizan como refuerzo aleaciones base níquel titanio.
- ✓ Ocupa la práctica totalidad de la oferta comercial mundial de AMF.

Concretamente se ha optado por una aleación equiatómica de níquel titanio comercial con propiedades superelásticas a temperatura ambiente, referencia NT09, obtenida a través del proveedor (AMT) @*medical technologies*. Las propiedades termomecánicas ofrecidas por el fabricante quedan resumidas en la tabla 2.1.

Tabla 2.1: Propiedades del NiTi ofrecidas por del fabricante.

<b>Propiedades mecánicas (a 23 °C)</b>	
Tensión de transformación directa mínima (Para el 4% de deformación)	450 MPa
Tensión de rotura mínima	1200 MPa
Deformación permanente máxima (Tras 8% de deformación)	0,4%
Deformación a la rotura mínima	10%
<b>Propiedades térmicas</b>	
Calor específico	490 J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
Entalpía de transformación	20.000 J kg <sup>-1</sup>
Temperaturas de transformación	
A <sub>s</sub>	-20 °C
M <sub>s</sub>	-30 °C

El material fue suministrado en forma de hilo trefilado en frío con una reducción de sección del 45%. Para la obtención de las propiedades finales, y con el fin de optimizar las deformaciones recuperables tras la inducción de la transformación martensítica por tensión, el material fue sometido a un tratamiento térmico en continuo tras el trefilado consistente en un recocido a 520 °C durante 30 s. La microestructura, mostrada en la figura 2.1, revela un tamaño de grano fino en torno a 15-20  $\mu\text{m}$ , con una distorsión evidente de los granos en la dirección de trefilado. El microanálisis revela una composición nominal del 50,9% en peso atómico de Ni balanceada con titanio, con precipitados de  $\text{NiTi}_2$  de un tamaño menor a 10  $\mu\text{m}$  de longitud, figura 2.2.

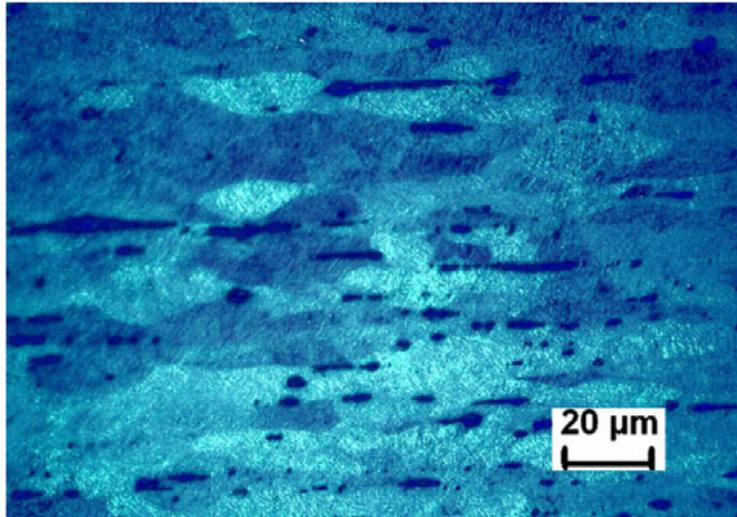


Figura 2.1: Microestructura de la sección axial de un hilo de NiTi bajo luz polarizada. La dirección de trefilado coincide con la horizontal. (Ataque: inmersión durante 30s en solución acuosa de 5% en volumen de HCl y 10% en volumen de  $\text{HNO}_3$ ).

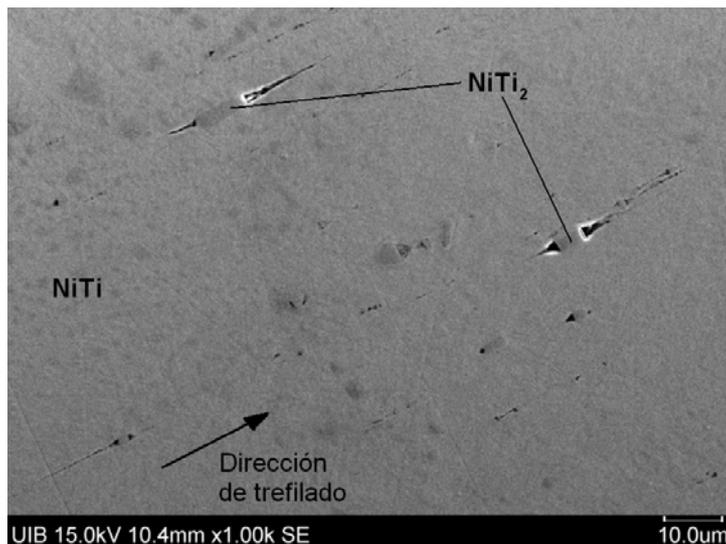


Figura 2.2: Disposición de los precipitados de  $\text{NiTi}_2$  en la matriz del hilo de NiTi.

Las temperaturas de transformación en su condición de revenido han sido determinadas mediante calorimetría diferencial de barrido utilizando un calorímetro Mettler-Toledo 823. Para ello se empleó una muestra de 50 mg cortada mediante una sierra de diamante a baja velocidad, encapsulada el aluminio y colocada bajo atmósfera inerte de nitrógeno. El barrido de temperaturas se realizó desde los 80 °C hasta los -140 °C volviendo de nuevo hasta los 80 °C a una velocidad de calentamiento/enfriamiento de 10 K/min. Las temperaturas de transformación fueron determinadas a partir de los picos de flujo de calor empleando el método de la extensión de tangentes, figura 2.3. Se observa que la transformación martensítica comienza a -31,4 °C y finaliza a -51,9 °C, mientras que la transformación reversa lo hace entre los -24,6 y los -6,4 °C.

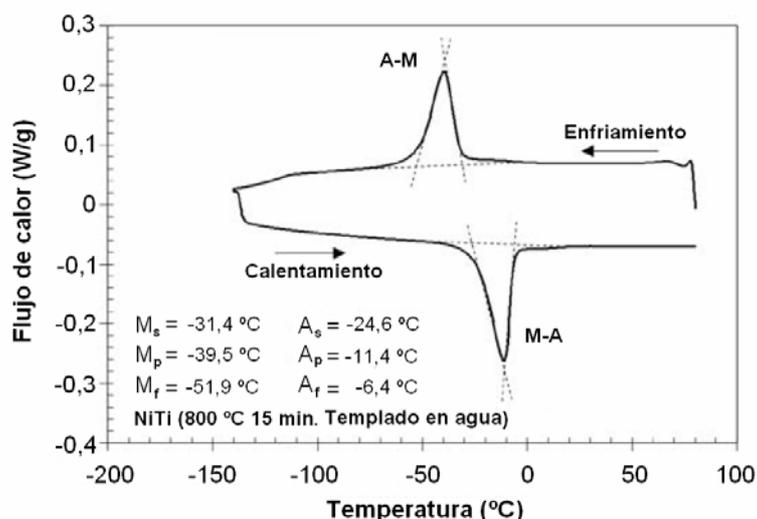


Figura 2.3: Temperaturas de transformación del hilo de NiTi.

### 2.1.2 Material de la matriz: termoplástico pCBT

Como material para la matriz se ha seleccionado un oligómero cíclico de tereftalato de butileno comercial (CBT<sup>®</sup>160), proporcionado por el fabricante Cyclics<sup>®</sup> Corporation, que permite ser procesado mediante polimerización reactiva con una viscosidad muy baja. Sirva como ejemplo que, al calentar el CBT a 180 °C la viscosidad baja hasta los 20 mPa.s, 5000 veces menor que la viscosidad del PBT de grado de inyección [Parton et al., 2005; Verrey et al., 2006]. Este prepolímero cíclico suministrado en forma de granza incorpora un catalizador de tal forma que, tras su procesado, se obtiene un termoplástico ingenieril equivalente al polibutilen tereftalato (PBT). El PBT es un termoplástico de ingeniería que combina propiedades como rigidez, dureza, aislamiento eléctrico, resistencia a la abrasión y a los disolventes. Los ensayos Izod sobre muestra sin entalla muestran una elevada tenacidad incluso a bajas temperaturas [Hage et al., 1997]. Existen diferentes modificadores para impacto para el PBT [Larocca et al., 2004; Sun et al., 2005], pero en este trabajo no se utilizarán para no añadir efectos diferentes a los de las AMF.

La polimerización reactiva del termoplástico seleccionado ocurre por apertura de anillo (*Ring Opening Polymerization, ROP*). Las moléculas en forma de anillo del precursor se abren formando monómeros y oligómeros lineales de bajo peso molecular, que reaccionan mediante la aplicación de calor gracias al catalizador incorporado previamente al precursor. La reacción implica la formación

de finales de cadenas activos seguida de una reacción de propagación. De esta manera los anillos abiertos se conectan entre si formando cadenas poliméricas de alto peso molecular que tras la solidificación otorgan las propiedades finales a la matriz, figura 2.4.

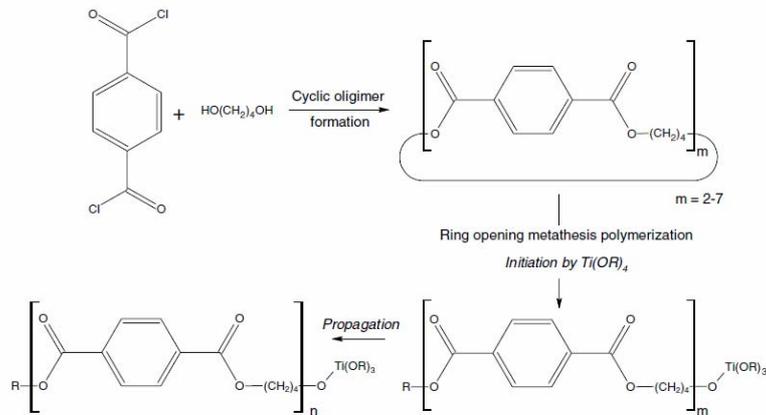


Figura 2.4: Polimerización por apertura de anillo del oligómero pCBT [Van Rijswijk y Bersee, 2007]

Las variables que controlan el proceso de transformación del CBT en pCBT mediante polimerización reactiva son el tiempo y la temperatura de procesado. En los termogramas mostrados en la figura 2.5 se observa que el pico de fusión del CBT, 142 °C, está por debajo del pico del pCBT procesado por polimerización reactiva, 225 °C, (EP-PBT en la figura 2.5) que a su vez es muy similar al del PBT moldeado por inyección (IM-PBT en la figura 2.5), [Ishak et al., 2007]. También se observa que el CBT funde en un amplio rango desde los 120 °C hasta los 170 °C debido a las diferentes temperaturas de fusión de los oligómeros presentes en el CBT. Todo esto indica que el pCBT puede ser procesado mediante polimerización reactiva entre la temperatura de fusión del CBT y la del pCBT.

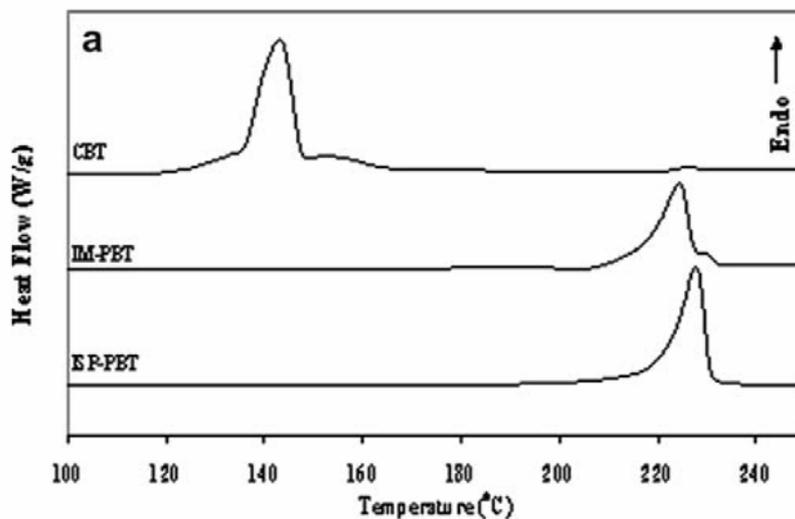


Figura 2.5: Termogramas del CBT, del pCBT procesado por polimerización reactiva (en la figura EP-PBT) y del PBT moldeado por inyección (en la figura IM-PBT). Velocidad de calentamiento 5 °C/min.

[Ishak et al., 2007].

En cuanto al tiempo de procesado, éste debe ser determinado de tal manera que exista suficiente tiempo para asegurar la correcta impregnación del refuerzo antes de que de comienzo la polimerización, ya que la viscosidad aumenta con esta última. A partir de ahí la temperatura se debe mantener el tiempo suficiente hasta que el grado de conversión del CBT en pCBT sea lo suficientemente alto como para alcanzar propiedades similares al PBT moldeado por inyección, figura 2.6.

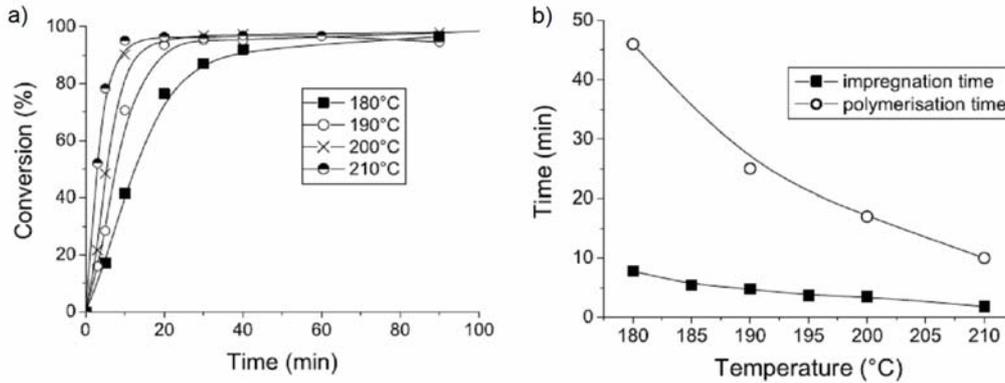


Figura 2.6: a) Grado de conversión del CBT en función del tiempo para diferentes temperaturas, b) tiempo de impregnación y polimerización del CBT [Parton, 2006].

Las diferentes rutas de procesado en función del ciclo tiempo-temperatura, figura 2.7(a), modifican las propiedades mecánicas finales del material resultante, figura 2.7(b), por lo que deben ser tenidas en cuenta a la hora del procesado de cara a la obtención de las propiedades finales del material compuesto.

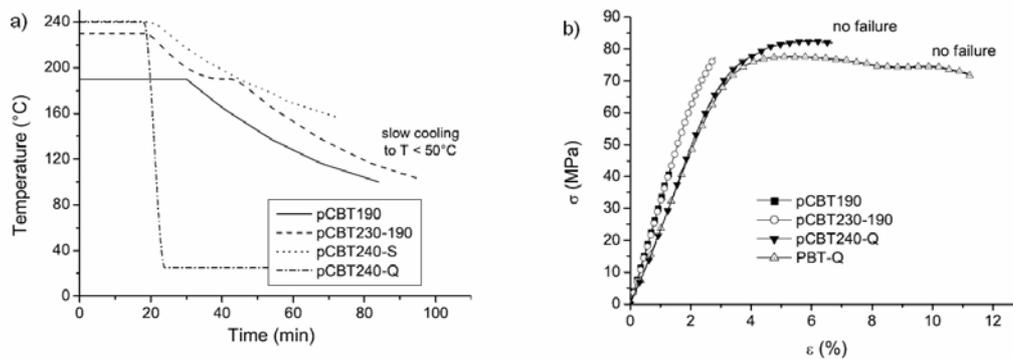


Figura 2.7: a) Diferentes rutas de procesado para la polimerización reactiva del CBT, b) Curvas tensión-deformación obtenidas en configuración de flexión por tres puntos para las diferentes rutas de procesado, [Parton, 2006]. (PBT-Q: PBT de grado inyección).

En cuanto al procesado del material, el moldeo mediante transferencia de resina es un proceso eficiente y económico de cara a ser utilizado para la fabricación de materiales compuestos. El equipamiento es económico, no requiere mano de obra especializada, presenta un buen control sobre las propiedades finales del material, se lleva a cabo en molde cerrado, requiere bajas presiones de llenado y presenta la posibilidad de procesar componentes grandes y complejos.



## 2.2 Técnicas experimentales

### 2.2.1 Impacto-tracción instrumentado convencional

En la aplicación de la técnica de impacto-tracción instrumentado convencional para la caracterización de las AMF de NiTi, los ensayos han sido realizados en una máquina de ensayos pendulares (CEAST 6545.000), figura 2.8. En ellos, la probeta ensayada es amarrada entre una mordaza fija (CEAST 6457.919) y otra móvil (CEAST 6845.081) sobre la cuál se produce el impacto. Un impactor pendular (CEAST 6845.022) que puede ser lanzado desde diferentes alturas para lograr distintas velocidades entre los 0,35 y los 3,7 m/s, imprime la energía de impacto a la mordaza móvil en los puntos de contacto transmitiendo la fuerza de impacto a la probeta y deformándola. La señal registrada durante el ensayo es fuerza-tiempo  $F(t)$ , y se obtiene gracias a un captador piezoeléctrico ICP<sup>®</sup> 201B04 situado en la mordaza fija. La señal recogida por el piezoeléctrico es tratada mediante un acondicionador para sensores ICP<sup>®</sup> de 4 canales PCB 482A22 y la señal es recogida en un osciloscopio TDS1012B con velocidad de muestreo de hasta 1 GHz, y que dispone de un módulo de adquisición de datos para el posterior tratamiento de los mismos.



Figura 2.8: Ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado.

El tratamiento de datos del ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado se basa en el registro de la fuerza a lo largo del tiempo de impacto, así como en el conocimiento de la velocidad inicial del mismo y de la masa del impactor [ASTM STP 563, 1973], y permite obtener datos de tensión-deformación a velocidades de deformación de impacto. La tensión a lo largo del tiempo de impacto  $\sigma(t)$  es calculada a partir del registro de la fuerza dividida entre la sección de la probeta, ecuación 3.1, siendo  $S_0$  la sección inicial de la probeta.

$$\sigma(t) = \frac{F(t)}{S_0} \quad (3.1)$$

La deformación  $\epsilon(t)$  es obtenida a partir de la segunda ley de Newton mediante dos integraciones sucesivas de la fuerza a lo largo del tiempo de contacto  $t_c$ , ecuación 3.2, siendo  $V_0$  la velocidad inicial del impacto,  $m$  la masa del sistema impactor (péndulo-probeta-mordaza móvil) que es acelerado durante la deformación y  $L_0$  la longitud inicial de la probeta. Las masas de la probeta y de

la mordaza móvil se pueden despreciar ya que son mucho menores que la masa del impactor. Como se observa mediante este tratamiento de datos, la tensión y la deformación se obtienen a partir de una única medida de fuerza.

$$\varepsilon(t) = \frac{1}{l_0} \int_0^{t_c} \left( V_0 - \frac{1}{m_0} \int_0^{t_c} F(t) dt \right) dt \quad (3.2)$$

### 2.2.2 Ensayo instrumentado de flexión por tres puntos

Para la caracterización del material compuesto reforzado con AMF se ha empleado el ensayo instrumentado de flexión tres puntos, figura 2.9. La base del ensayo es la misma máquina pendular empleada para los ensayos de impacto-tracción, en la que se modifica tanto el impactor como los apoyos. En este caso, la recogida de datos fuerza-tiempo durante el ensayo se realiza en el propio impactor, para lo cuál se emplea una maza instrumentada con galgas extensométricas (CEAST 6547.908). La probeta, en este caso prismática, se coloca en un apoyo de luz conocida y regulable, mientras que la maza es lanzada desde una altura conocida de tal forma que impacta sobre la probeta, sometiéndola a una sollicitación de flexión por tres puntos con una energía y a una velocidad de impacto conocidas entre 0,33 y 3,45 m/s. La instrumentación de la maza se completa mediante un puente de *Wheatstone*, y la señal obtenida fuerza-tiempo  $F(t)$  es recogida en el mismo osciloscopio que en el caso del impacto-instrumentado.

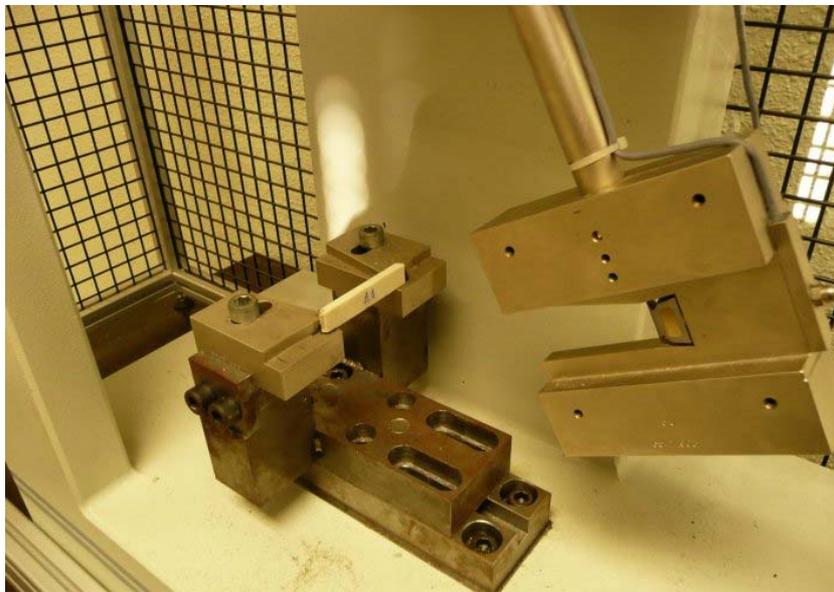


Figura 2.9: Ensayo instrumentado de flexión por tres puntos.

A partir del registro de esta señal de fuerza, tanto la tensión como la deformación máximas desarrolladas a lo largo del tiempo en la probeta, pueden ser calculadas mediante las ecuaciones 3.3 y 3.4, siguiendo las disposiciones de la norma [ASTM D790-97]; siendo  $d(t)$  la deflexión del centro de la probeta,  $L$  la distancia entre apoyos y  $e$  y  $b$  el espesor y ancho de la probeta respectivamente.

$$\sigma(t) = \frac{3 \cdot F(t) \cdot L}{2 \cdot b \cdot e^2} \quad (3.3)$$

$$\varepsilon(t) = \frac{6 \cdot d(t) \cdot e}{L^2}; \quad \text{para} \quad d(t) = \int_0^{t_c} \left( V_0 - \frac{1}{m} \int_0^{t_c} F(t) dt \right) dt \quad (3.4)$$

### 2.2.3 Tracción a bajas velocidades

Los ensayos de tracción realizados a bajas velocidades de deformación han sido llevados a cabo en diferentes máquinas de ensayos universales INSTRON 4206 y ZWIK Z100 equipadas con cámaras climáticas. La medición de la fuerza ha sido realizada con una célula de carga de 50 kN, mientras que la deformación ha sido obtenida a partir del desplazamiento del cabezal controlando la velocidad del mismo. El límite máximo de velocidad de estos equipamientos es de 500 mm/min.

### 2.2.4 Termografía infrarroja

Para las mediciones de las variaciones de temperatura ocurridas en los hilos de NiTi durante la transformación inducida por tensión, se ha empleado una cámara termográfica de alta velocidad FLIR TITANIUM 550M. Se trata de una cámara con un detector de alta sensibilidad de InSb que trabaja en un rango de longitudes de onda entre 3,5 y 5,1  $\mu\text{m}$ . Esto le permite operar entre los  $-20$   $^{\circ}\text{C}$  y los  $1500$   $^{\circ}\text{C}$  con una precisión de  $\pm 1$   $^{\circ}\text{C}$ , más que suficiente para la aplicación requerida. La resolución máxima es de hasta  $320 \times 256$  píxeles, y en estas condiciones la velocidad máxima de muestreo es de 380 Hz, esto es una imagen cada 2,6 ms. La duración de los ensayos de impacto puede llegar a ser tan sólo de unos pocos milisegundos por lo que para obtener medidas precisas se requiere de una mayor velocidad de muestreo. Para ello se puede disminuir la resolución aunque la limitación viene dada por el tiempo mínimo de integración del espectro capturado en cada imagen. Para el rango de temperaturas de los ensayos realizados éste se sitúa en los  $803$   $\mu\text{m}$ , por lo que la velocidad máxima de muestreo será de 1245 Hz, esto es una imagen cada 0,8 ms aproximadamente con una resolución máxima de  $256 \times 160$  píxeles, lo suficientemente optimizada para el trabajo experimental requerido.

### 2.2.5 Difracción de alta energía

Para estudiar con mayor detalle la estructura del material tras la deformación cíclica del NiTi a impacto, se realizaron diversas medidas de difracción. Éstas fueron llevadas a cabo mediante un método especialmente indicado para mediciones en hilos de pequeño diámetro desarrollado por [Brokmeier et al., 2005], que se basa en un portamuestras especial y en la difracción de rayos X de alta energía. Los experimentos fueron realizados en el haz de alta energía de la línea HARWI-W2, del acelerador de partículas situado en Hamburgo (Alemania) *Deutsches Elektronen-Synchrotron* (DESY), mostrada de manera esquemática en la figura 2.10. En ella, un monocromador selecciona

un haz monocromático del espectro de luz blanca. Este haz es difractado en la muestra policristalina y el diagrama de difracción registrado en un detector de Mar345. Las mediciones se llevaron a cabo en pasos de  $5^\circ$  en la rotación  $\omega$  de  $-90^\circ$  a  $90^\circ$ , con una longitud de onda de  $0,1625 \text{ \AA}$ .

El empleo de radiación sincrotrón de alta energía se justifica, en el caso de medidas de difracción para hilos de pequeño diámetro, por sus ventajas respecto a otras fuentes de radiación como pueden ser la difracción de neutrones, electrones o equipos de laboratorio de rayos X. A pesar de la relativa facilidad de acceso a este último tipo de equipos, la profundidad de penetración está limitada a unas pocas decenas de micras y la resolución espacial es pobre para la aplicación requerida. Para mayores resoluciones se puede emplear la difracción de electrones, aunque en este caso la penetración se limita aún más. Para obtener medidas representativas de la muestra, no sólo de la superficie sino de del núcleo de la misma, es necesario ir a fuentes de mayor energía como las fuentes de neutrones o la radiación sincrotrón. Sin embargo, para obtener medidas representativas mediante la difracción de neutrones sería preciso de un volumen de material mucho mayor que la que ofrece un hilo de pequeño diámetro como el empleado en el presente trabajo, y un tiempo de medida mucho mayor que el necesario empleando una fuente de radiación sincrotrón de alta energía.

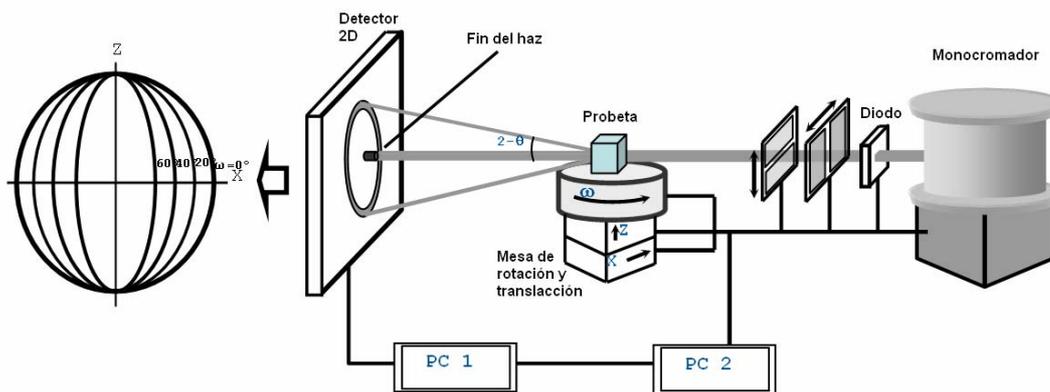


Figura 2.10: Diagrama esquemático de la línea de alta energía HARWI-W2 (DESY).

La ley de Bragg, ecuación 3.5, permite calcular la constante reticular  $d_r$  entre los planos de la red cristalina, a partir de los picos de intensidad de las interferencias constructivas, figura 2.11, que se muestran en el patrón de difracción de un material; donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X incidentes sobre la muestra,  $n$  es un número entero y  $\theta$  es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

$$n\lambda = 2d_r \cdot \sin(\theta) \quad (3.5)$$

A partir de la observación del desplazamiento, aparición o desaparición de picos del patrón de difracción obtenido mediante la ley de Bragg, se puede determinar si la red cristalina ha sufrido deformaciones o si han ocurrido fenómenos como cambios de fase tras una deformación.

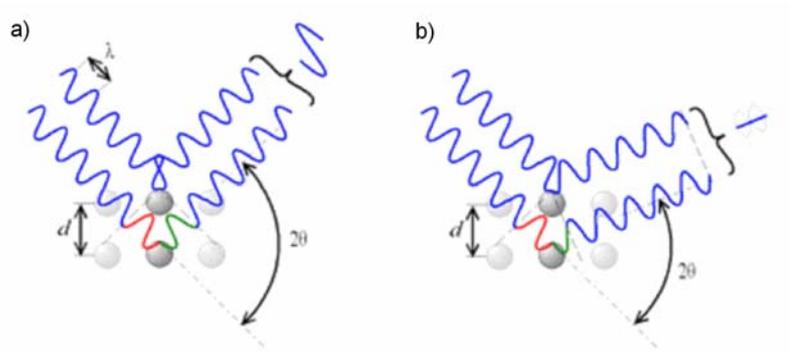


Figura 2.11: Representación esquemática de la ley de Bragg para una interferencia constructiva a), o destructiva b).



## Capítulo 3

---

### **Resultados y discusión**



## 3 Resultados y discusión

### 3.1 Modificación de la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado convencional

#### 3.1.1 Introducción

El desarrollo de nuevos materiales para aplicaciones ante sollicitaciones de impacto requiere técnicas de caracterización avanzadas que permitan obtener características fundamentales de los materiales de forma precisa a altas velocidades. La corta duración de los impactos dificulta la obtención e interpretación de resultados, y la información obtenida de ensayos normalizados resulta a menudo insuficiente. Por ejemplo, el resultado de las técnicas de impacto analógico es un valor de energía que, no sólo no es una propiedad intrínseca del material (la energía perdida por el impactor es la suma de la energía cinética asociada a la velocidad de los fragmentos de la probeta, la energía de indentación entre la probeta y los apoyos/impactor, y de la energía disipada en forma de vibración del equipo de impacto entre otras), sino que además sólo es aplicable para la clasificación relativa de los materiales. La rigidez, resistencia, límite elástico o tenacidad a la fractura, son propiedades que no se pueden determinar a partir de los ensayos de impacto analógicos. Además, las propiedades únicas que poseen las AMF limitan el tipo de técnicas instrumentadas experimentales aplicables cuando se quieren obtener propiedades fundamentales a velocidades de deformación de impacto como se ha visto en el estado del arte. Por ejemplo, los intentos realizados hasta la fecha para estudiar la transformación martensítica inducida por tensión a velocidades de deformación de impacto mediante barra *Hopkinson* no han dado resultados satisfactorios, ya que la velocidad de la barra impactora debe ser tan pequeña que la amplitud de la onda impactora no es suficientemente grande para inducir la transformación martensítica inducida por tensión [Chen et al., 2001]. Al aumentar la velocidad de la barra impactora, sí que se consigue inducir la transformación martensítica completa, pero a velocidades de deformación mucho mayores, propias del rango de la balística y no del de impacto. Sin embargo, las técnicas de impacto instrumentado permiten solventar estos inconvenientes ya que a partir del registro de la fuerza durante un impacto, es posible el cálculo de la evolución de la velocidad, deformación o energía en el tiempo, pudiéndose obtener a partir de estos datos propiedades intrínsecas del material incluso para transformaciones martensíticas inducidas por tensión completas. Por otra parte, esta técnica presenta una serie de ventajas de cara a optimizar la obtención de propiedades mecánicas. Durante el impacto, la fuerza no se ejerce directamente sobre la probeta, lo que elimina el efecto de indentación. Además, el ensayo es uniaxial, lo que crea un campo de tensiones homogéneo siendo la única sollicitación la de tracción, evitando así acoples no deseados.

Esta técnica ha sido ya aplicada para la obtención de propiedades de materiales termoplásticos [Aretxabaleta et al., 2005] y aceros [Fang, 2006] pero no a AMF. Sin embargo, esta técnica posee ciertas limitaciones que en la presente tesis han sido objeto de mejora. Para ello se ha propuesto una nueva instrumentación que es capaz de medir con mayor precisión que en el ensayo

convencional, parámetros dependientes de la deformación tales como módulo elástico, energía disipada o deformación permanente, tal y como se recoge en el trabajo [Zurbitu et al., 2009a]. Por lo tanto, como preámbulo a la caracterización del NiTi a velocidades de deformación de impacto, en este capítulo se describe la técnica desarrollada para realizar dicha caracterización.

### 3.1.2 Propuesta de mejora de la técnica de impacto-tracción instrumentado convencional

La propuesta de mejora ha sido realizada sobre la técnica convencional de impacto-tracción con instrumentación de la fuerza. La novedad del método propuesto radica en un nuevo tipo de instrumentación que permite obtener medidas independientes tanto de la fuerza como de la deformación de la probeta, obteniéndose medidas de deformación más precisas que con la instrumentación clásica. Esta última consiste en utilizar captadores de fuerza y, mediante la integración sucesiva de la curva fuerza-tiempo, obtener la deformación correspondiente  $\varepsilon(t)$ , ecuación 3.2. En el presente trabajo se propone completar la instrumentación con un captador de no contacto que permite medir la velocidad a la que se deforma la probeta y, a partir de estos datos, calcular la deformación en cada instante. Concretamente, la instrumentación adicional se realiza midiendo la velocidad de desplazamiento de la mordaza móvil, de tal forma que las medidas de tensión y deformación se obtengan de forma independiente y no a partir de una única medida de fuerza. En este caso se ha optado por realizar esta instrumentación adicional a través de la medición de la velocidad de la mordaza móvil mediante un captador láser de no contacto, concretamente un vibrómetro láser (POLYTEC OFV-505). Como se puede observar en la figura 3.1, el haz láser es enfocado directamente sobre la mordaza móvil, y el montaje completo se muestra en la figura 3.2. Con la instrumentación adicional, la deformación  $\varepsilon(t)_{\text{corregida}}$  se calcula directamente mediante la integración a lo largo del tiempo de contacto  $t_c$ , de la velocidad medida por la instrumentación adicional  $V(t)$ , ecuación 3.6.

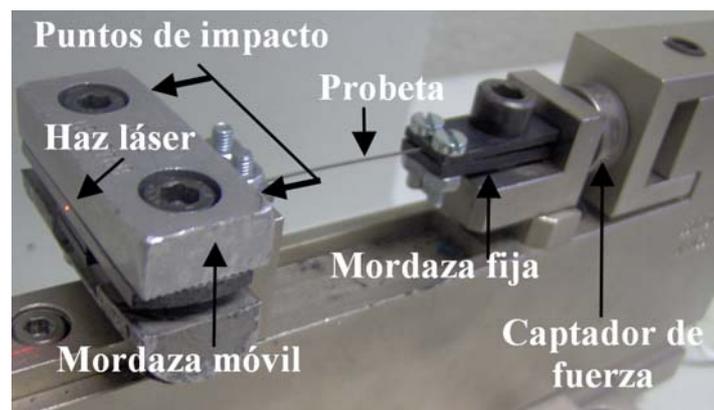


Figura 3.1: Detalle del amarre de un ensayo de impacto-tracción instrumentado con la nueva instrumentación.

$$\varepsilon(t)_{\text{corregida}} = \frac{1}{l_0} \int_0^{t_c} V_{\text{láser}}(t) dt \quad (3.6)$$

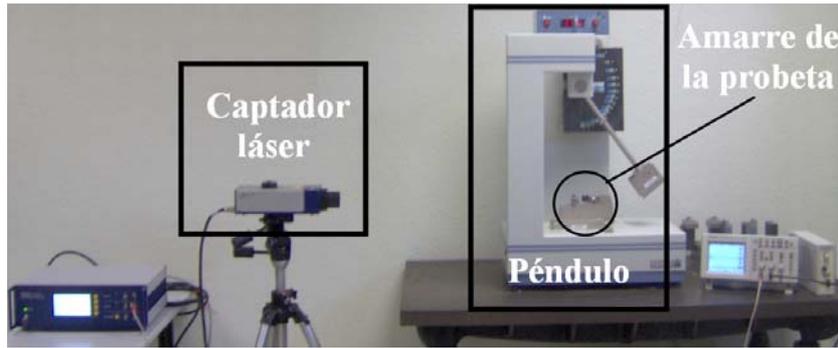


Figura 3.2: Dispositivo empleado en el ensayo de impacto-tracción instrumentado con medición de la velocidad de la probeta mediante láser.

Gracias a la nueva instrumentación, no es necesario conocer la masa del impactor  $m$  ni la velocidad inicial de impacto  $V_0$ . Esto elimina fuentes de error intrínsecas a la instrumentación convencional como puede ser el hecho de no tener que despreciar la masa de la probeta o de la mordaza móvil, así como evitar que el cálculo de la medida de la deformación  $\alpha(t)$  se vea condicionada por el cálculo previo de la velocidad inicial del impacto  $V_0$ . Sin embargo, la principal ventaja de la nueva instrumentación es que permite obtener medidas de deformación mucho más precisas, lo que mejora también la precisión de las propiedades obtenidas a partir de la medida de la deformación tales como módulos elásticos, deformación permanente o deformación a la rotura.

### 3.1.3 Aportaciones de la propuesta de mejora

Para poder observar las aportaciones introducidas con la propuesta de mejora de la técnica de impacto-tracción instrumentado, se han realizado ensayos sobre las AMF con y sin la instrumentación adicional. Para ello, se han utilizado probetas con longitudes iniciales entre 20 y 80 mm a velocidades de impacto entre 0,35 y 3,7 m/s. La masa del impactor utilizado ha sido de 1,098 kg, desarrollándose en estas condiciones energías de impacto entre 4,3 y 1235 MJ/m<sup>3</sup> de material ensayado y velocidades de deformación iniciales entre 4,4 y 184 s<sup>-1</sup>. En la figura 3.3 se muestra la medida de velocidad obtenida directamente por el captador láser,  $V_{\text{láser}}(t)$ , superpuesta a la obtenida por integración de la fuerza  $V(t)$ , ecuación 3.7. Las medidas corresponden a un mismo ensayo realizado a una velocidad inicial,  $V_0$ , de 0,8 m/s y son representativas de todas las curvas estudiadas para el rango de velocidades de deformación anteriormente propuesto. Como se puede observar, la velocidad disminuye a lo largo del ensayo y, al tratarse de un ensayo de rebote, ésta pasa por el valor cero, momento que corresponde al de máxima deformación, para posteriormente comenzar la recuperación de la velocidad en sentido opuesto.

$$V(t) = \frac{1}{m} \int_0^{t_c} F(t) dt \quad (3.7)$$

Como se puede observar en la curva obtenida sin la nueva instrumentación en la figura 3.3, el hecho de despreciar las masas de la mordaza móvil y de la probeta implica que la velocidad del impactor es transmitida instantáneamente a la probeta en el momento en el que se produce el

primer contacto. Sin embargo, la velocidad real medida con la nueva instrumentación muestra un periodo de tiempo inicial en el que la mordaza móvil es acelerada hasta alcanzar la velocidad del impactor, de duración hasta 1,5 ms. Tras este periodo de aceleración, la velocidad calculada por integración es coincidente con la medida por el láser.

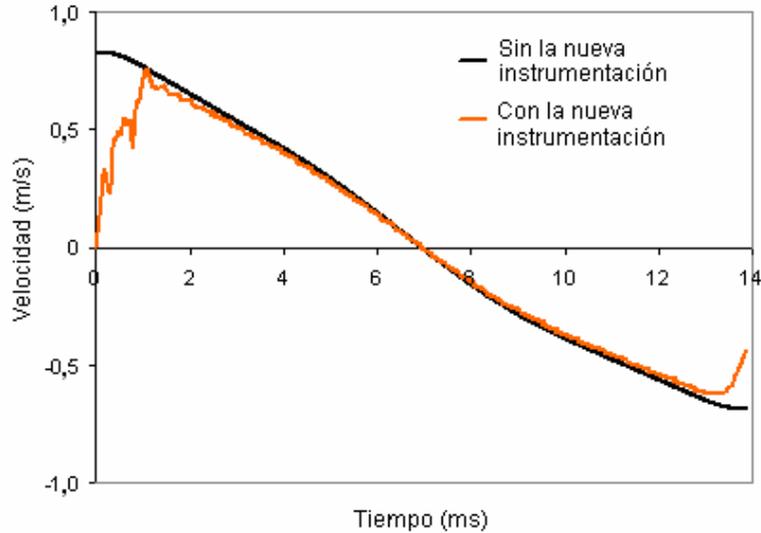


Figura 3.3: Velocidad de deformación del NiTi obtenida con y sin la nueva instrumentación en ensayos de impacto-tracción instrumentados.

La principal consecuencia del hecho de tomar como hipótesis que la velocidad de la probeta justo en el momento del impacto pasa instantáneamente de cero al valor de velocidad del impactor, es que se comete un error por exceso en el cálculo de la deformación, debido a que no se tiene en cuenta el periodo en el que la probeta es acelerada hasta alcanzar la velocidad de impacto, figura 3.4.

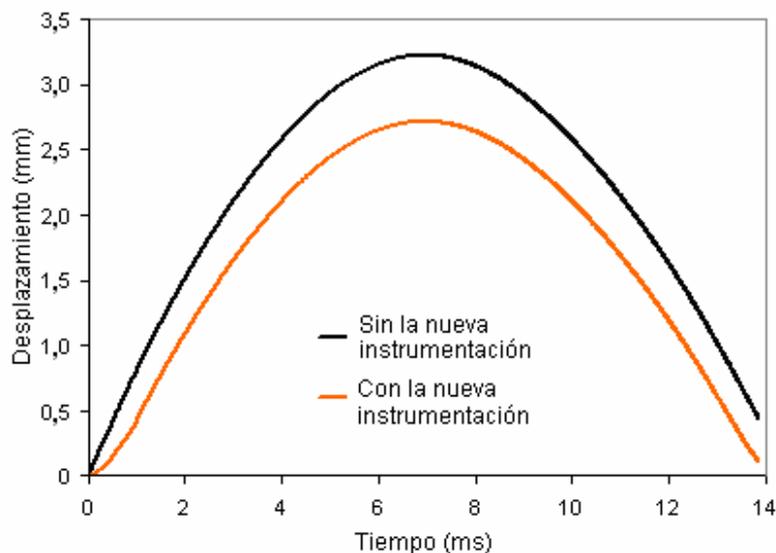


Figura 3.4: Deformación del NiTi obtenida con y sin captador láser en ensayos de impacto-tracción instrumentados.

Este hecho se refleja en los diagramas tensión-deformación, figura 3.5, mostrando menores deformaciones con la nueva instrumentación, y afecta directamente a las medidas basadas en la deformación como pueden ser el módulo de elasticidad, deformación de final de transformación, deformación a la rotura, etc.

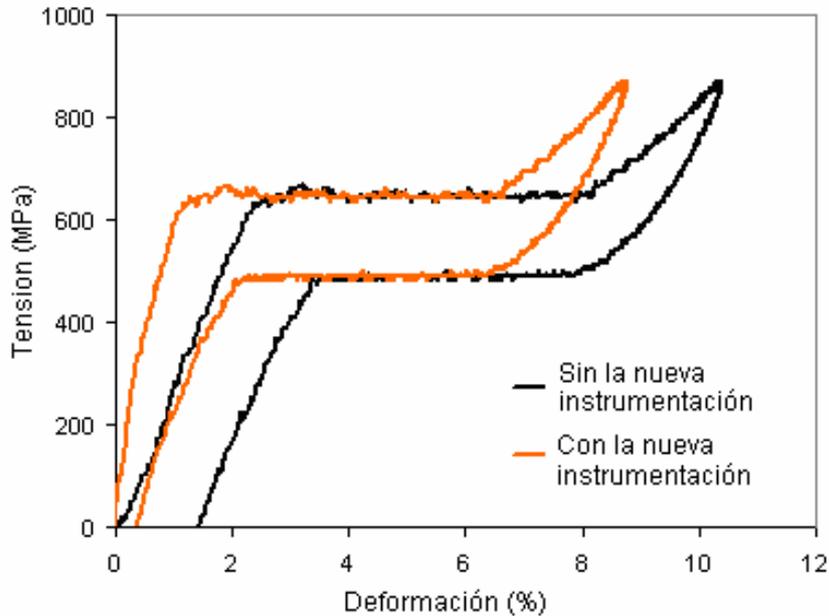


Figura 3.5: Efecto del empleo de la nueva instrumentación sobre la obtención del diagrama tensión-deformación de aleaciones de NiTi en ensayos de impacto-tracción instrumentados.

### 3.1.4 Evaluación de la propuesta de mejora

Con el ánimo de evaluar la propuesta de mejora de la técnica convencional de impacto-tracción instrumentado, se han realizado diversas medidas de módulos de elasticidad tanto con y sin la nueva instrumentación como con otras técnicas ya contrastadas que permiten la evaluación de la precisión en la obtención de medidas con la nueva instrumentación. Para la obtención del módulo de elasticidad es necesario conocer valores tanto de tensión como de deformación por lo que se considera que la medida del módulo elástico es un buen indicador de la validez del método propuesto a la hora de obtener propiedades.

Los valores obtenidos tanto para el módulo de elasticidad de la fase austenítica ( $E_A$ ) como para el de la fase martensítica ( $E_M$ ) se recogen en la tabla 3.1. Las medidas obtenidas en el rango cuasi-estático, han sido realizadas en una máquina de ensayos universales Instron 4206 a una velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , mientras que los valores obtenidos a impacto reflejan un valor medio de los obtenidos en el rango de velocidades de deformación  $10^1 - 10^2 \text{ s}^{-1}$ .

Además, y con el ánimo de evaluar la precisión en el cálculo de deformaciones de la nueva instrumentación, se ha realizado una medida adicional del módulo de elasticidad dinámico de la fase austenítica mediante oscilaciones resonantes a una frecuencia de 100 kHz y amplitudes  $\varepsilon_0$  de  $10^{-4}$

mm/mm, empleando para ello la técnica PUCOT (*Piezoelectric Ultrasonic Composite Oscillator Technique*) [Kustov et al., 2006]. La amplitud de la velocidad de deformación alcanzada con esta técnica  $\dot{\varepsilon}_0$ , ecuación 3.8, es de  $6 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$  para los parámetros utilizados y corresponde aproximadamente a la media del rango de velocidades de deformación de las medidas de impacto, por lo que sus valores son comparativos.

$$\dot{\varepsilon}_0 = 2\pi f \varepsilon_0 \quad (3.8)$$

Según esta técnica, el valor efectivo del módulo de elasticidad puede ser calculado a partir de la frecuencia de resonancia de la muestra  $f_s$ , su longitud  $l_s$ , y su densidad  $\rho$ , ecuación 3.9.

$$E = 4\rho l_s^2 f_s^2 \quad (3.9)$$

Los valores obtenidos con esta técnica son considerados de referencia para ser comparados con los de impacto. La tensión durante las medidas realizadas con el método de oscilaciones resonantes es aproximadamente de 7 MPa, cerca de dos órdenes de magnitud menor que la tensión de transformación martensítica inducida por tensión. Por lo tanto se obtienen valores en el mismo rango de velocidades de deformación que en impacto pero esencialmente en el rango elástico.

Mientras los valores efectivos del módulo elástico de la fase austenítica han sido medidos durante la carga, los de la fase martensítica corresponden a valores efectivos medidos durante la descarga, ya que durante la carga los valores difieren considerablemente, como se puede observar en la figura 3.5, debido a que en esta fase no sólo se producen deformaciones elásticas sino que además aparecen transformaciones residuales de la fase martensítica y pequeñas deformaciones plásticas.

En la tabla 3.1 se observa que los valores obtenidos con la nueva instrumentación para el módulo de elasticidad de la fase austenítica son similares a los obtenidos por el método de oscilaciones resonantes. También se observan valores ligeramente superiores a los del rango cuasi-estático, mientras que sin la nueva instrumentación, éstos difieren considerablemente debido al error cometido en la medición de la deformación. Sin embargo, los valores obtenidos para el módulo de elasticidad de la fase martensítica son similares con y sin la nueva instrumentación, también para el rango cuasi-estático.

Esto se justifica por el hecho de que durante la deformación de la fase martensítica, (zona alrededor del paso de la velocidad por el valor cero, figura 3.3), la velocidad de deformación es muy similar tanto para los valores obtenidos por integración como para los medidos por el láser y, por lo tanto, también lo será el valor de las deformaciones.

Por otra parte, se ha evaluado la dependencia entre el error cometido al medir los módulos de elasticidad y la velocidad del impacto o la longitud de la probeta, y no se ha observado relación alguna.

Tabla 3.1: Módulos de elasticidad de las fases austenítica ( $E_A$ ) y martensítica ( $E_M$ ).

	Velocidad de deformación ( $s^{-1}$ )	$E_A$ (GPa)	$E_M$ (GPa)
Rango quasi-estático	$10^{-4}$	$60 \pm 6$	$22 \pm 2$
Sin la nueva instrumentación	$10^1-10^2$	$47 \pm 10$	$21,3 \pm 2$
Con la nueva instrumentación	$10^1-10^2$	$66 \pm 5$	$23,1 \pm 2$
Técnica PUCOT [Kustov et al. 2006]	$6 \times 10^1$	$69 \pm 1$	-

Por lo tanto, mediante estas observaciones experimentales queda patente que el hecho de despreciar las masas de la mordaza móvil y de la probeta en ensayos de impacto-tracción instrumentados causa medidas erróneas de deformación, que afectan a la obtención de parámetros dependientes de ésta como el módulo de elasticidad de la fase austenítica, ya que el periodo de tiempo en el que la probeta es acelerada hasta alcanzar la velocidad de impacto no puede ser despreciado. Esto puede ser evitado utilizando una medida directa de la velocidad de deformación durante el impacto.

En cuanto a la deformación permanente tras un ciclo de carga y descarga,  $\epsilon_p$ , ésta es, de media, un 0,55% mayor en valor de deformación cuando se prescinde del uso de la medición láser de la velocidad. Esto es debido a la acumulación del error de deformación observado en la figura 3.4. Este error afecta en mayor medida a los ensayos donde la deformación permanente es pequeña, menor al 0,5%, ya que multiplica el error cometido. Además, sin la utilización de la nueva instrumentación, se observa una gran dispersión de datos, figura 3.6. Es por ello que se obtienen valores más realistas de deformación permanente utilizando la nueva instrumentación.

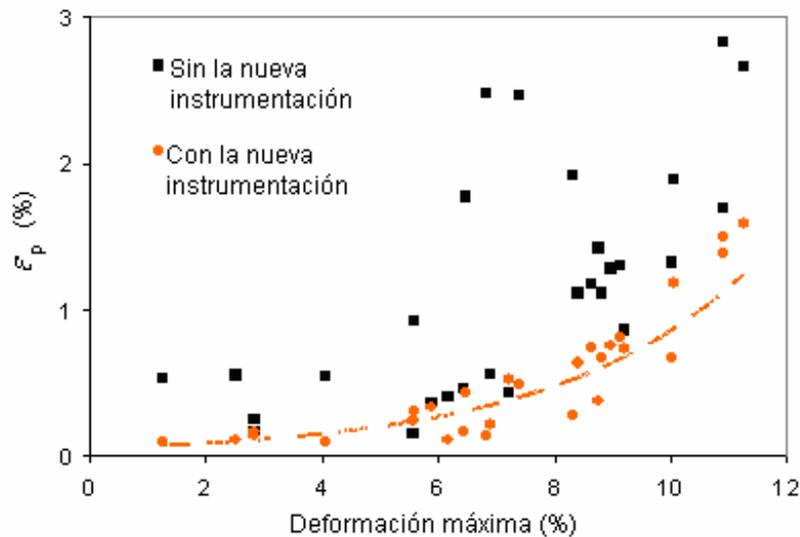


Figura 3.6: Deformación permanente en función de la máxima alcanzada para un ciclo de carga y descarga en impacto.

También se ha evaluado la posible existencia de alguna relación entre el error cometido al medir la deformación permanente y la velocidad del impacto o la longitud de la probeta. Al igual que con el módulo de elasticidad, aquí tampoco se ha observado relación alguna.

La nueva instrumentación propuesta es capaz de medir parámetros tales como módulos de elasticidad, deformación permanente, o cualquier otro parámetro dependiente de la deformación a velocidades de deformación de impacto, con mayor precisión que con la técnica convencional de impacto-tracción instrumentado.

### 3.1.5 Evolución de la velocidad de deformación durante el impacto

La velocidad de deformación es un parámetro difícilmente controlable en ensayos realizados a altas velocidades. Para ensayos de carga y descarga obtenidos con la nueva instrumentación, como el de la figura 3.7, se puede observar que la velocidad de deformación no es estrictamente constante a lo largo del ensayo. Sin embargo, se pone de manifiesto que durante la mayor parte del ensayo ésta es del mismo orden de magnitud que la media y que solamente difiere significativamente al comienzo del ensayo y cuando la deformación se aproxima a su máximo valor.

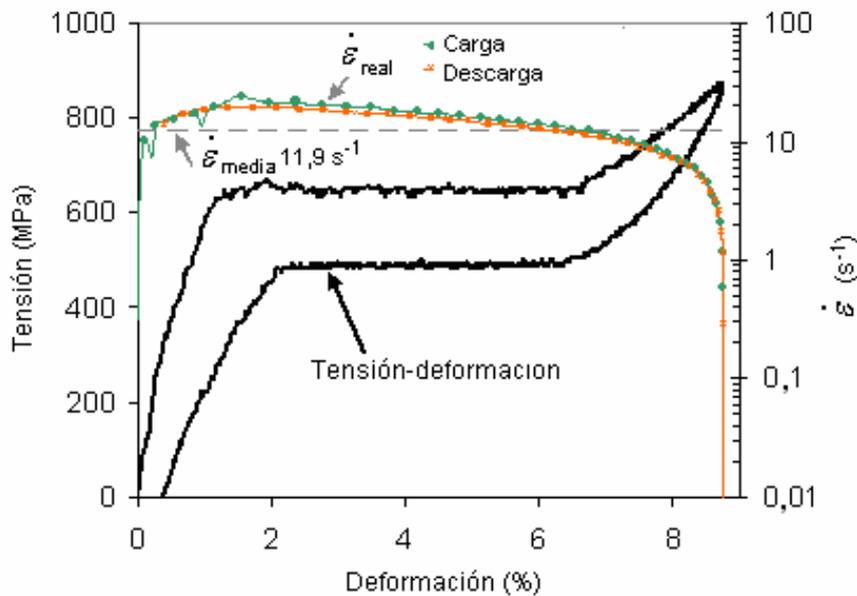


Figura 3.7: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo de impacto-tracción con carga y descarga.

Este hecho es inherente a ensayos de tracción con carga y descarga ya que necesariamente debe existir un periodo inicial de aceleración y la velocidad debe pasar por el valor cero en algún momento del ensayo para comenzar la descarga. Algo similar ocurre para ensayos realizados a bajas velocidades de deformación en máquinas convencionales de desplazamiento de cabezal como se puede observar en la figura 3.8, y que rutinariamente son considerados ensayos a velocidad de deformación constante. Este hecho también ocurre incluso en ensayos de balística en los que la velocidad de deformación alcanzada es mayor que en impacto, como puede ser empleando la

técnica *SHPB* (*Split Hopkinson Pressure Bar*), en los que la velocidad no es estrictamente constante a lo largo del ensayo pero es tomada como tal [Adharapurapu et al., 2006].

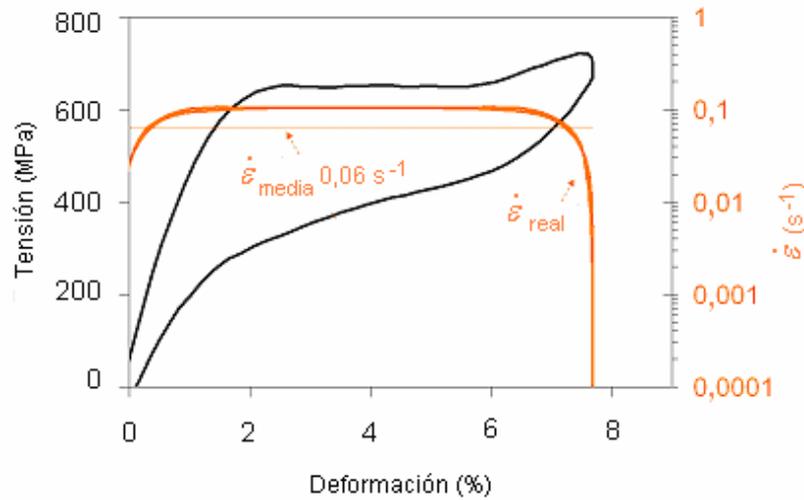


Figura 3.8: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo convencional de tracción con carga y descarga.

Para el caso de ensayos solamente de carga en los que el material es deformado hasta la rotura, figura 3.9, se puede observar que la velocidad de deformación es mucho más constante y cercana a la media que en los ensayos de carga y descarga de la figura 3.7. En este caso la velocidad de deformación media es de  $44 \text{ s}^{-1}$ , con un máximo y mínimo (exceptuando la zona inicial de aceleración) de  $56$  y  $38 \text{ s}^{-1}$ , y una desviación estándar de  $8,5 \text{ s}^{-1}$ . En cualquier caso, y teniendo en cuenta la dificultad del control de la velocidad de deformación en ensayos de impacto, se puede considerar ésta como constante a lo largo del ensayo.

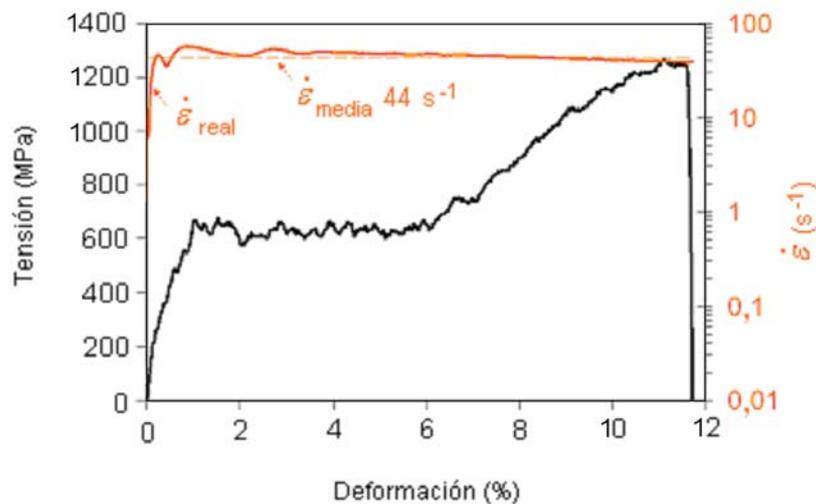


Figura 3.9: Evolución de la velocidad de deformación durante un ensayo de impacto-tracción hasta la rotura.

### 3.1.6 Análisis de la reproducibilidad

La reproducibilidad de la nueva instrumentación propuesta para el ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado, ha sido analizada mediante la repetición de seis ensayos independientes realizados bajo la mismas condiciones, velocidad inicial de impacto 0,8 m/s y temperatura ambiental de 22 °C. Los dos ensayos de impacto mostrados en la figura 3.10, que pueden ser considerados representativos de todos los ensayos realizados, muestran una buena reproducibilidad, siendo la desviación estándar de las tensiones de transformación menor a 20 MPa y la de la deformación permanente de 0,22% en valor de deformación.

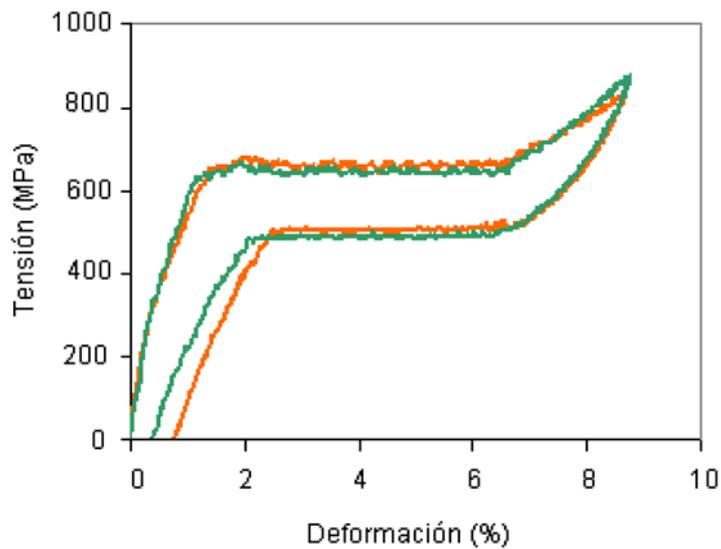


Figura 3.10: Ensayos representativos de la reproducibilidad de nueva instrumentación propuesta para el ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado.

## 3.2 Caracterización termomecánica del NiTi a impacto

### 3.2.1 Introducción

El objetivo de esta caracterización es profundizar en el conocimiento del comportamiento termomecánico de las aleaciones de NiTi en forma de hilo cuando son deformadas a tracción a velocidades de deformación de impacto, de tal forma que sea posible relacionar las propiedades mecánicas a impacto con la evolución de la temperatura durante el mismo, y así obtener un conocimiento base para el posterior diseño y desarrollo de aplicaciones para impacto. Para ello, y según se puede observar en el esquema de la cadena de medida utilizada de la figura 3.11, las propiedades mecánicas esenciales pueden ser deducidas a partir del diagrama tensión-deformación obtenido mediante la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado descrita en el capítulo 3.1, mientras simultáneamente es medida la evolución de la temperatura de la superficie de las probetas mediante termografía infrarroja de alta velocidad. De esta forma, para cada instante de tiempo durante el impacto se puede conocer el estado de tensiones y de deformación de la probeta, así como la temperatura de la misma.

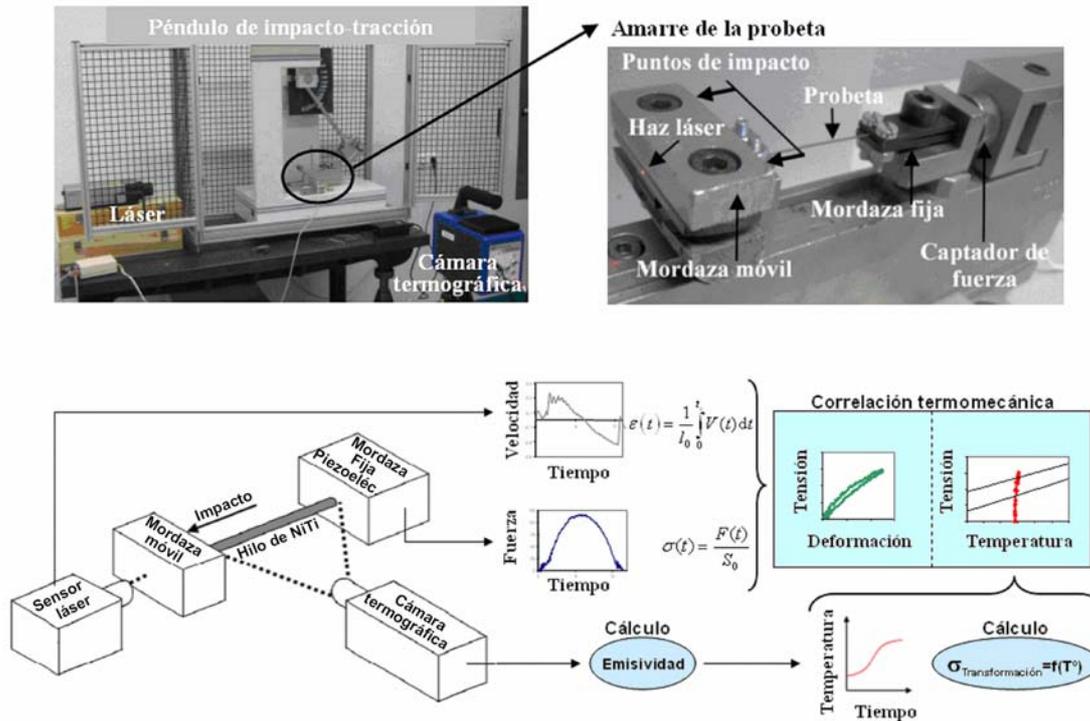


Figura 3.11: Sistema de medida empleado para la obtención de propiedades termomecánicas del NiTi a impacto.

Para poder obtener una correlación termomecánica entre las tensiones de transformación y la evolución de la temperatura, es necesario el conocimiento previo tanto de la emisividad del material en las condiciones de ensayo como del diagrama de fases tensión-temperatura. A continuación, y como preámbulo a la propia caracterización, se detalla la obtención de estos dos requisitos previos.

### 3.2.2 Coeficiente de emisividad del NiTi

La ley de Stefan-Boltzmann establece que todo cuerpo emite energía en forma de radiación electromagnética con una potencia emisiva superficial  $W$  ( $W/m^2$ ) proporcional a la cuarta potencia de la temperatura absoluta de la superficie  $T$  (K), ecuación 3.10; siendo  $\sigma_{SB}$  la constante de Stefan-Boltzmann,  $5,76 \cdot 10^{-12} W/cm^2K^4$ , y  $\varepsilon_s$  la emisividad de la superficie.

$$W = \varepsilon_s \cdot \sigma_{SB} \cdot T^4 \quad (3.10)$$

Las cámaras termográficas permiten la cuantificación de la potencia de radiación infrarroja de un objeto de tal forma que, a partir de la ley de Planck, es posible determinar la temperatura teórica del objeto si éste fuese un cuerpo negro, es decir, si absorbiera y a la vez emitiera toda la radiación electromagnética incidente sobre él sin transmitir ni reflejar nada. Sin embargo, los cuerpos reales no emiten toda la energía que absorben sino que parte de ella es transmitida o reflejada. Por lo tanto, para poder determinar la temperatura real de la superficie de un cuerpo es necesario conocer el valor de emisividad del material.

El coeficiente de emisividad  $\varepsilon_s$ , es un número adimensional que relaciona la radiación real emitida por la superficie de un objeto, con la radiación que emitiría si éste fuera un cuerpo negro. Por lo tanto, un cuerpo negro tiene un coeficiente  $\varepsilon_s = 1$ , mientras que en un objeto real,  $\varepsilon_s$  siempre es menor a 1. La ley de Planck establece que la intensidad de la radiación electromagnética emitida por un objeto es dependiente de la longitud de onda y temperatura del objeto, por lo que la emisividad también depende de la temperatura y longitud de onda. Una suposición usada muy comúnmente asume que la emisividad espectral de la superficie y la absorptividad no dependen de la longitud de onda, siendo, por lo tanto, ambas constantes. Esta regla se conoce como la suposición de cuerpo gris, y es válida para el caso de aparatos de medida con una respuesta específica en cuanto a longitudes de onda. En caso de considerar un ancho de banda de longitudes de onda limitado como es el caso de las cámaras comerciales de termografía infrarroja, es posible obtener un coeficiente de emisividad constante tal que, el total de intensidad de radiación emitido para el ancho de banda definido sea equivalente a la del cuerpo real en el espectro completo con su coeficiente de emisividad dependiente de la longitud de onda.

En la bibliografía podemos encontrar diferentes valores de emisividad medidos para el NiTi, desde 0,66 [Iadicola y Shaw, 2007] hasta 0,83 [Shaw y Kyriakides, 1997]. Sin embargo, este valor es fuertemente dependiente tanto de factores ambientales, por ejemplo la temperatura; como de factores propios del material, como puede ser la composición, rugosidad, geometría, etc., por lo que debe ser calculado para unas condiciones de ensayo y especificaciones de material concretas. En este caso se ha empleado el mismo material que luego será utilizado para los ensayos, hilo de NiTi de 0,5 mm de diámetro con acabado *sandblasted*, siguiendo el siguiente procedimiento. Por una parte se ha obtenido la temperatura real de la superficie de un hilo de NiTi soldando a éste un termopar de contacto tipo K mediante una resina de alta conductividad térmica Omegatherm® 201. Al mismo tiempo, se ha obtenido una imagen de termografía de la misma zona a partir de los datos recogidos por la cámara presentada en el apartado experimental FLIR TITANIUM 550M, y se ha

ajustando el valor de emisividad hasta hacer coincidir la temperatura obtenida a partir de la imagen de termografía con la medida por el termopar. Este procedimiento ha sido repetido para diferentes temperaturas del material, logradas al hacer circular una corriente a lo largo del hilo, de intensidades entre 0,3 y 2 A en intervalos de 0,1 A. En la figura 3.12 se observa que el valor de emisividad que mejor se ajusta a la medida del termopar, desde la temperatura ambiente hasta los 200 °C, es 0,74. La variación de temperatura observada al pasar de una intensidad de 1,2 a 1,3 A es debida a un cambio de escala en el selector de la fuente de alimentación por lo que no debe ser tomada en cuenta. Este valor de emisividad puede considerarse como relativamente alto y es debido a la rugosidad del acabado superficial *sandblasted* del material y a la formación de una capa superficial de óxido que aumenta la emisividad. Este alto valor minimiza el error cometido por las reflexiones de focos de calor cercanos al medir temperaturas cercanas al ambiente, que es el caso que nos ocupa.

Por todo ello, se considera que para las condiciones concretas de material en los que se realizarán los ensayos, el coeficiente de emisividad bajo la hipótesis de cuerpo gris a temperatura entre el ambiente y los 200 °C, es de 0,74, para el rango de longitudes de onda en el que opera la cámara termográfica empleada, esto es entre 3,5 y 5,1  $\mu\text{m}$ .

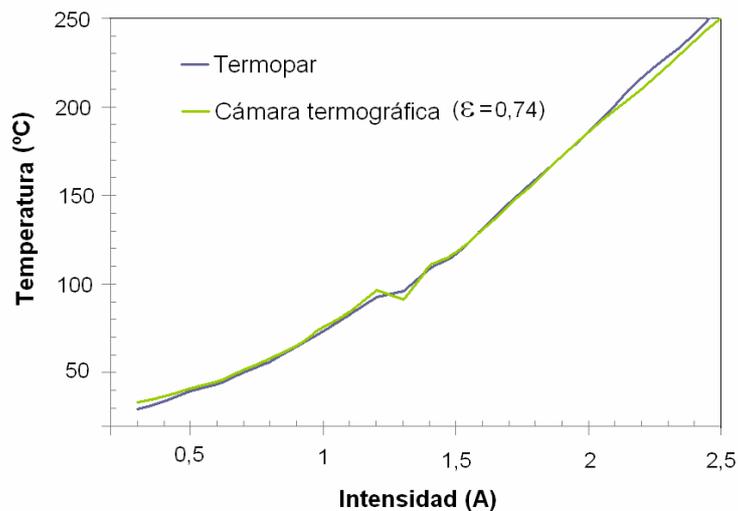


Figura 3.12: Ajuste de la emisividad para el NiTi en forma de hilo (acabado superficial *sandblasted*).

### 3.2.3 Diagrama de fases tensión-temperatura

Mediante el diagrama de fases tensión-temperatura es posible determinar en qué fase se encuentra el material en función de la temperatura y estado de tensiones en el que se encuentre. Este diagrama se utilizará posteriormente para la correlación termomecánica entre las propiedades obtenidas de los ensayos de tracción del NiTi, como por ejemplo la tensión de transformación y la evolución de la temperatura. Para la obtención del diagrama de fases se han realizado diversos ensayos de carga y descarga con transformación martensítica completa inducida por tensión a diferentes temperaturas tal y como se observa en la figura 3.13(b). Para ello se han empleado probetas de NiTi en forma de hilo, descritas en el apartado experimental, de 0,5 mm de diámetro y

longitudes iniciales de 50 mm. Los ensayos han sido llevados a cabo en diferentes máquinas de ensayos universales INSTRON 4206 y ZWIK Z100 equipadas con cámaras climáticas. Para garantizar la correcta construcción del diagrama de fases, hay que asegurarse de que la temperatura en el hilo durante las transformaciones no varíe y sea la misma que la mantenida por la cámara climática. Para ello, los ensayos han sido realizados mediante control del desplazamiento a velocidad de deformación constante,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , suficientemente baja para asegurar que todo el calor de las transformaciones es evacuado por las mordazas y que las probetas permanecen a la misma temperatura que la de la cámara climática. Las tensiones de transformación para la construcción del diagrama de fases han sido obtenidas de estos ensayos como las tensiones correspondientes al 3% en deformación durante la carga para la transformación directa y al 2,5% durante la descarga para la transformación reversa, tal y como se especifica en la norma [ASTM F2516-06] *Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials*. Las tensiones de transformación quedan definidas por la ecuación de *Clausius–Clapeyron*, ecuación 3.11, donde  $C_M$  (transformación directa) y  $C_A$  (transformación reversa) son constantes y de valor calculado 5,9 y 6,7  $\text{MPa}\cdot\text{K}^{-1}$  respectivamente, para la aleación empleada.

$$\frac{d\sigma_M}{dT} = C_M; \frac{d\sigma_A}{dT} = C_A \quad (3.11)$$

De esta forma se pueden observar, en el diagrama de fases de la figura 3.13(a), las zonas en las que cada fase es estable en función de la temperatura y tensión a la que se encuentran, así como las fronteras entre fases, cuyas flechas determinan el sentido de la transformación. Así, la martensita inducida por tensión sería estable por encima de la línea que marca la transformación directa, mientras que la austenita lo es por debajo de la línea que delimita la transformación reversa. En la zona entre las dos fronteras de transformación, la fase estable corresponde a aquella de la que se provenga según el diagrama tras cortar alguna línea de transformación en el sentido de las flechas.

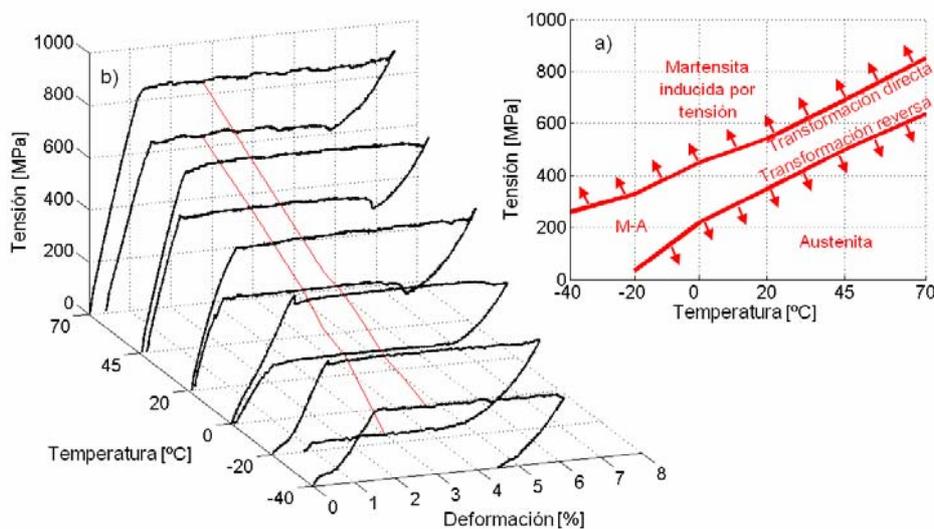


Figura 3.13: (a) Diagrama de fases tensión-temperatura del NiTi, (b) obtenido a partir de ensayos con transformación martensítica inducida por tensión completa a diferentes temperaturas.

### 3.2.4 Comportamiento termomecánico del NiTi a impacto

Tras definir el sistema de medida utilizado para la caracterización termomecánica del NiTi a impacto, en este apartado se detallan los resultados de dicha caracterización [Zurbitu et al., 2009b, Zurbitu et al., 2009c]. Para los ensayos, se han empleado probetas de NiTi en forma de hilo, descritas en el apartado experimental, de 0,5 mm de diámetro y diferentes longitudes iniciales, 31, 67 y 79 mm. La masa impactora se ha mantenido constante 1,098 kg, y se han variado las velocidades iniciales de impacto entre los 0,35 y los 3,7 m/s, obteniéndose de esta manera energías de impacto entre los 0,067 y los 7,5 J. Mediante estas configuraciones se consiguen velocidades de deformación entre los 4,4 y los 120 s<sup>-1</sup>, y energías de impacto por unidad de masa de material ensayado entre los 4 y los 1200 MJ/m<sup>3</sup>. Para describir el comportamiento termomecánico del NiTi a velocidades de deformación de impacto, se han dividido los resultados obtenidos en tres tipos de comportamiento, a) deformación elástica de la fase austenítica, b) transformación martensítica inducida por tensión completa y deformación elástica de la fase martensítica, c) transformación completa y deformación elástica y plástica de la fase martensítica hasta la rotura.

#### a) Deformación elástica de la fase austenítica

Para este caso los ensayos fueron realizados a una velocidad de impacto inicial de 0,35 m/s correspondiente a una velocidad de deformación inicial de 4,4 s<sup>-1</sup>. El gráfico fuerza-tiempo, figura 3.14(a), sugiere una deformación elástica con carga y descarga de la fase austenítica sin transformación martensítica inducida por tensión, lo que se verifica observando el diagrama tensión-deformación de la figura 3.14(d). Los suavizados comienzo y final de la curva fuerza-tiempo, son debidos a la acomodación de la mordaza móvil cuando ésta es alcanzada por el impactor y al perder el contacto con el mismo. El impactor golpea la mordaza móvil en dos puntos siendo muy poco probable que el impacto se produzca en ambos a la vez, por lo que hasta que los dos puntos de impacto no sean alcanzados se originan inestabilidades, al igual que al perder el contacto al final del ensayo. Esto se puede observar en la curva velocidad-tiempo de la figura 3.14(b), donde la velocidad aumenta inicialmente ya que se produce un primer contacto entre el impactor y la mordaza móvil en el instante  $t=0$  ms, pero no alcanza realmente la velocidad de impacto hasta que se produce el segundo contacto para  $t=1,5$  ms. Debido a esto, también se observa que a la respuesta verdadera del material se le superpone otra señal transitoria de amplitud menor y frecuencia entre 2000 y 4000 Hz. Este hecho se observa principalmente en la señal de velocidad, figura 3.14(b), pero también afecta a las demás señales. En ningún caso se ha tratado de amortiguar físicamente esta señal transitoria ya que podría modificar la respuesta verdadera del material. A pesar de la evidencia de que no existe transformación martensítica inducida por tensión, en la figura 3.14(d) se observa una pequeña histéresis. Esta puede ser debida a la acomodación de una cierta cantidad de variantes demaclaradas de fase-R transformadas desde la fase austenítica a un nivel de tensiones menores que la transformación martensítica inducida por tensión [Otsuka y Wayman, 1998]. La transformación austenita/fase-R es insignificante en términos de histéresis y deformación frente a la de la inducción de la fase martensítica por tensión, pero puede ser en este caso origen de la pequeña histéresis observable en la figura 3.14(d). Además, durante la deformación se pueden generar una pequeña cantidad de defectos incluso en el rango elástico de la fase austenítica debido

a la alta velocidad de deformación y a las altas tensiones desarrolladas en impacto, de hasta 600 MPa. Esto puede explicar también la pequeña deformación residual tras el ensayo, menor al 0,1%.

En cuanto a la evolución de la temperatura durante la deformación elástica de la fase austenítica, figura 3.14(c), ésta aumenta ligeramente durante la fase de carga debido al pequeño calor generado, durante la acomodación de variantes de fase-R y la pequeña generación de defectos, al que no le da tiempo a ser disipado del material debido a la alta velocidad de deformación. Durante la descarga la temperatura disminuye por la retransformación de la fase R a austenita pero el pequeño calor generado por la creación de defectos no es liberado al ambiente, por lo que la curva temperatura-tiempo no es simétrica y está ligeramente desplazada, figura 3.14(c). Comparando la evolución de la tensión y la temperatura con el diagrama de fases, figura 3.14(e), se observa que el material efectivamente llega justo hasta el umbral de carga necesario para la inducción de la transformación martensítica pero no llega a transformarse.

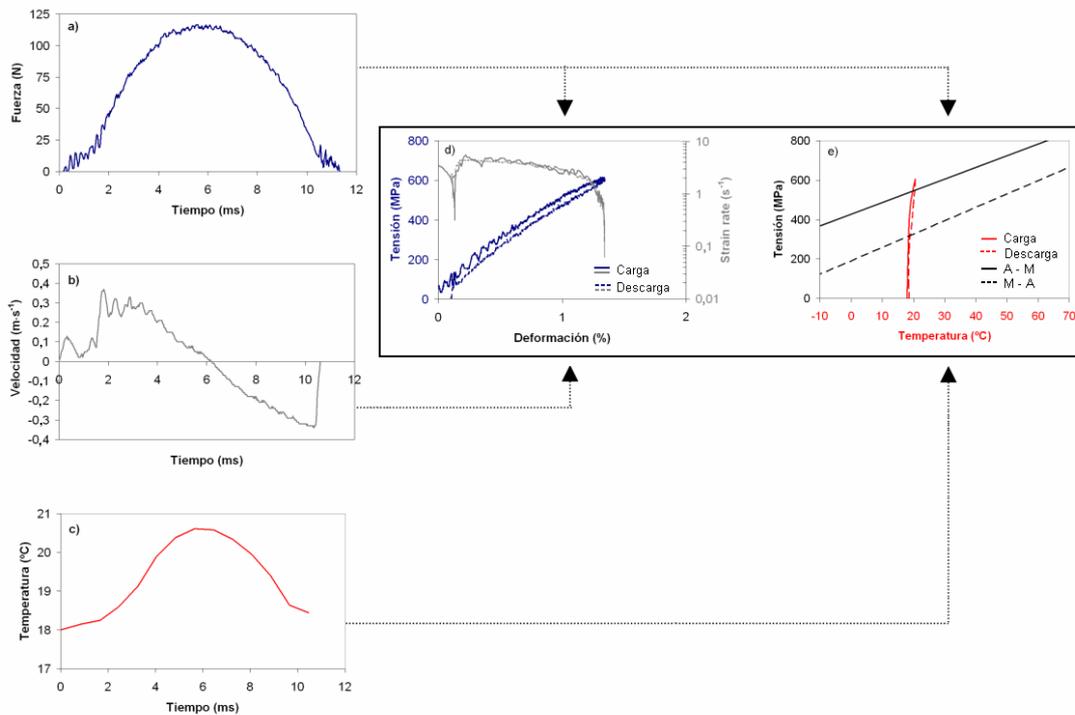


Figura 3.14: Deformación elástica de la fase austenítica a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura.

### b) Transformación martensítica completa y deformación elástica de la fase martensítica

En este caso, velocidad inicial de impacto de 1,21 m/s correspondiente a una velocidad de deformación inicial de  $15 \text{ s}^{-1}$ , la energía del impacto es suficientemente alta para inducir la transformación martensítica por tensión y deformar elásticamente la fase martensítica, figura 3.15. Esto se observa porque a partir de cierto nivel de fuerza ( $b_1$ ), la estructura austenítica se vuelve termodinámicamente inestable siendo la energía necesaria para transformar la fase austenítica en martensítica demacrada menor que la necesaria para continuar con su deformación elástica. Este proceso ocurre a un nivel de fuerza constante como se puede observar en la figura 3.15(a), ( $b_1$ - $b_2$ ).

A partir del punto  $b_2$ , prácticamente toda la probeta se encuentra en fase martensítica demaada y la deformación continúa con la deformación elástica de ésta, lo que se corresponde con un aumento de la fuerza. Una vez que la fuerza alcanza su máximo,  $b_3$ , comienza el proceso de descarga elástica de la fase martensítica hasta  $b_4$ . A partir de este punto, la fase martensítica se vuelve inestable y comienza a formarse fase austenítica revertiendo la transformación ocurrida durante la carga. Este proceso se da, al igual que durante la transformación directa, a un nivel de fuerza constante ( $b_4$ - $b_5$ ). A partir de cierto nivel de deformación ( $b_5$ ), toda la fase martensítica se ha retransformado en austenítica y comienza la descarga elástica de ésta última. Una vez retirada la carga por completo, la mayoría de la deformación se recupera pero queda una pequeña deformación plástica permanente, figura 3.15(d), debido al aumento de la densidad de dislocaciones y deslizamiento de planos que ocurren preferentemente a partir de cierto nivel de tensión durante la deformación elástica de la martensita. Por otra parte, existe una fracción de austenita residual que requiere de un nivel de fuerza creciente para transformarse, tal y como sugieren [Liu et al., 2002] para transformaciones inducidas a velocidades de deformación cuasi-estáticas. En impacto, el mecanismo de deformación de la transformación martensítica inducida por tensión es similar y la parte final de la transformación ocurre conjuntamente con la deformación elástica de la martensita, tal y como demuestra la no linealidad al comienzo de la deformación de ésta última en figura 3.15(d). También se puede observar que el módulo de la fase martensítica es mayor durante la carga que durante la descarga. Esto es debido a la diferencia de mecanismos de deformación, mientras durante la descarga sólo se da la recuperación elástica, durante la carga no sólo aparece la carga elástica sino que también ocurre la mencionada transformación residual de austenita y, a partir de cierto nivel de tensión, comienzan a prevalecer los mecanismos de deformación plástica.

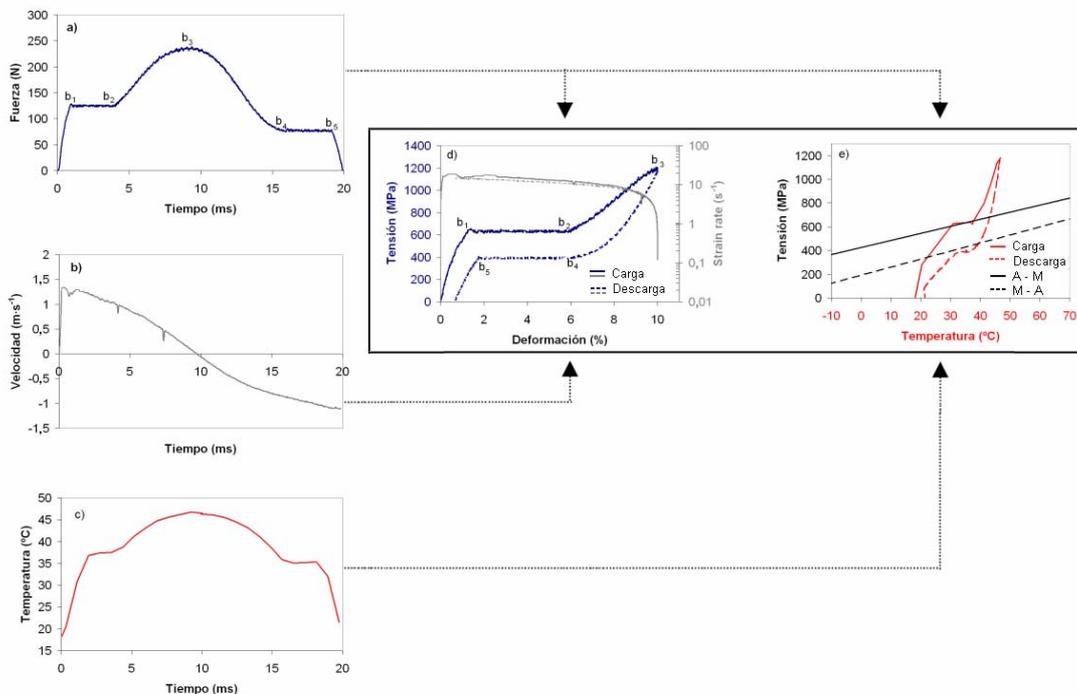


Figura 3.15 Transformación martensítica completa inducida por tensión y deformación elástica de la fase martensítica a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura.

En cuanto a la temperatura alcanzada por la fase martensítica durante la transformación, esta es hasta 20 °C mayor que la temperatura inicial, figura 3.15(c). Como resultado de este hecho, se produce un aumento de las tensiones de transformación respecto al caso en el que la velocidad de deformación es muy baja (caso cuasi-estático), en el que la temperatura permanece constante durante la deformación. Este hecho es debido a que las tensiones características de transformación aumentan con la temperatura, figura 3.16, tal y como establece la relación de Clausius–Clapeyron mostrada en la ecuación 3.11. En el caso cuasi-estático, la velocidad de deformación es tan baja que todo el calor de la transformación puede ser evacuado de la probeta hacia las mordazas y el ambiente, manteniéndose la temperatura constante durante el ensayo. En este caso el proceso de deformación puede considerarse isotérmico. Al aumentar la velocidad de deformación hasta niveles de impacto, el tiempo para evacuar el calor generado durante la transformación se reduce tanto que el proceso de deformación puede considerarse cercano a las condiciones adiabáticas, y todo el calor generado durante la transformación se emplea en aumentar la temperatura de la zona transformada, aumentando por lo tanto las tensiones características de la transformación. Suponiendo el caso en el que el proceso de deformación sea completamente adiabático, el aumento de temperatura teórico,  $\Delta T$ , sería de 29,1 °C, aplicando la ecuación 3.12; donde  $c_e$  es el calor específico del material, dato facilitado por el fabricante,  $490 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ , y  $\Delta H_{A-M}$  la entalpía de transformación obtenida mediante calorimetría diferencial de barrido,  $14,25 \text{ kJ kg}^{-1}$ , obtenida del diagrama de la figura 2.3. Comparando el dato de variación de temperatura teórica con el experimental, 20 °C, se observa que efectivamente el proceso de deformación durante un impacto se acerca a las condiciones adiabáticas.

$$\Delta T^a = \frac{\Delta H_{A-M}}{c_e} \quad (3.12)$$

Según el valor obtenido anteriormente para la variación de las tensiones de transformación directa con la temperatura,  $C_A=5.9 \text{ MPA}\cdot\text{K}^{-1}$ , la variación de 20 °C observada en el caso de impacto correspondería a una variación teórica de tensiones de 114 MPa respecto al caso cuasi-estático. Este valor se encuentra muy cercano al medido experimentalmente, que es de  $120 \pm 10 \text{ MPa}$ .

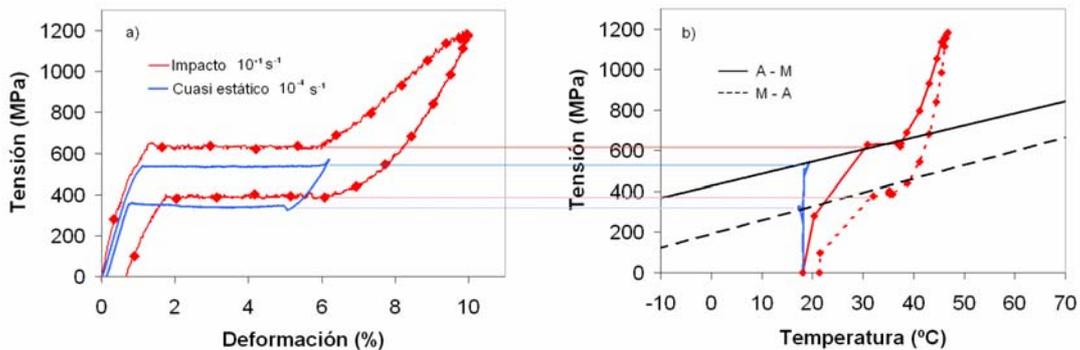


Figura 3.16: Correlación entre tensiones de transformación y temperatura para diferentes velocidades de deformación.

### **c) Transformación martensítica completa y deformación de la fase martensítica hasta la rotura**

En este caso, figura 3.17, el proceso de deformación es similar al mostrado en la figura 3.16, con la salvedad de que la energía de impacto es suficiente para continuar con la deformación a partir de la deformación elástica de la fase martensítica hasta romper la probeta, en vez de continuar con la descarga del material.

La velocidad inicial de impacto es de 1,63 m/s y se corresponde con una velocidad de deformación inicial de  $53 \text{ s}^{-1}$ . Aquí se puede observar nuevamente que la transformación martensítica inducida por tensión se produce a un nivel de fuerza constante ( $c_1$ - $c_2$ ). Tras este último punto la deformación continúa con la deformación elástica de la fase martensítica que se puede dividir en cuatro tramos diferenciados. Primero, el tramo ( $c_2$ - $c_3$ ), en el se produce la transformación residual de austenita tal y como se describe en el punto anterior. Segundo, el tramo ( $c_3$ - $c_4$ ), donde predomina la deformación elástica de la estructura martensítica demaada. Posteriormente el tramo ( $c_4$ - $c_5$ ) donde la tensión es tan alta que el mecanismo de deformación predominante es el aumento de la densidad de dislocaciones y los planos de deslizamiento que generan deformación plástica [Liu et al., 2002], observable por el endurecimiento por deformación que se produce, y por último, el tramo que va desde el punto de fuerza máxima  $c_5$  hasta la rotura de la probeta, en el que la disminución de la fuerza sugiere la aparición de estricción, tal y como se puede observar en la figura 3.18.

En este caso, es decir, para velocidades de deformación en torno a los  $50 \text{ s}^{-1}$ , tanto el aumento de temperatura durante la transformación directa ( $18 \text{ }^\circ\text{C}$ ), figura 3.17(c), como el de las tensiones respecto al ensayo cuasi-estático (125 MPa) son similares que en el caso expuesto anteriormente en el que la velocidad de deformación se sitúa en el orden de los  $10 \text{ s}^{-1}$ .

Por lo tanto, en el rango de impacto estudiado, el hecho de aumentar de velocidad de deformación no lleva consigo mayores aumentos de temperatura durante la transformación; lo que quiere decir que, una vez alcanzada la velocidad en el que el proceso de deformación es considerado cuasi-adiabático, se llega al máximo aprovechamiento del calor de transformación.

Es por esto que se puede considerar que mayores aumentos de velocidad de deformación no provocarán mayores aumentos de la temperatura/tensiones de transformación, al menos mientras el mecanismo de deformación continúe siendo el mismo.

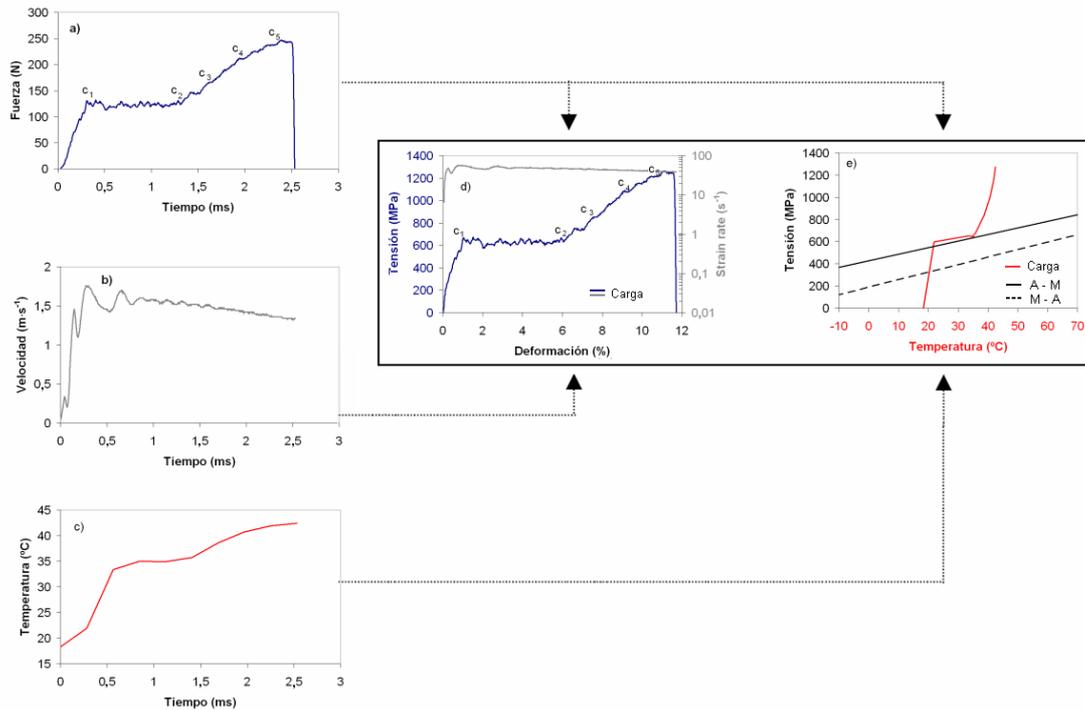


Figura 3.17: Transformación martensítica completa inducida por tensión y deformación elástica y plástica de la fase martensítica hasta la rotura a impacto, a) fuerza-tiempo, b) velocidad-tiempo, c) temperatura-tiempo, d) tensión-deformación, e) tensión-temperatura.

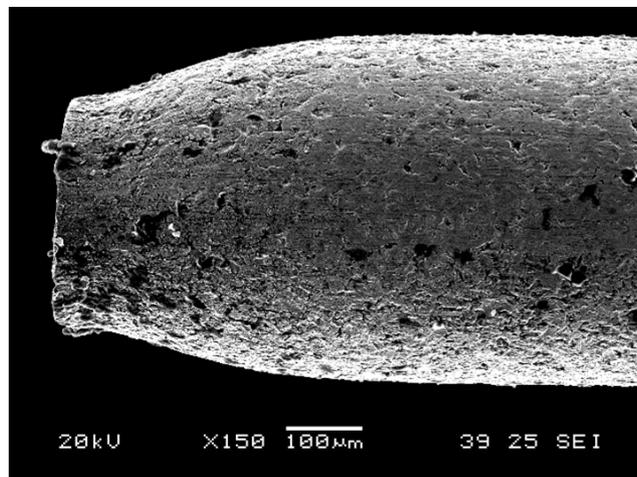


Figura 3.18: Zona de estricción generada de un hilo de NiTi tras la rotura a tracción a una velocidad de deformación inicial de  $53 \text{ s}^{-1}$ .

Descrito el comportamiento a tracción del NiTi en forma de hilo, a velocidades de deformación de impacto, en la figura 3.19 se presenta un resumen de los diagramas tensión-deformación tanto para transformación incompleta, figura 3.19(a); transformación completa y deformación elástica de la fase martensítica, figura 3.19(b); y transformación completa y deformación elástica y plástica de la fase martensítica hasta la rotura, figura 3.19(c).

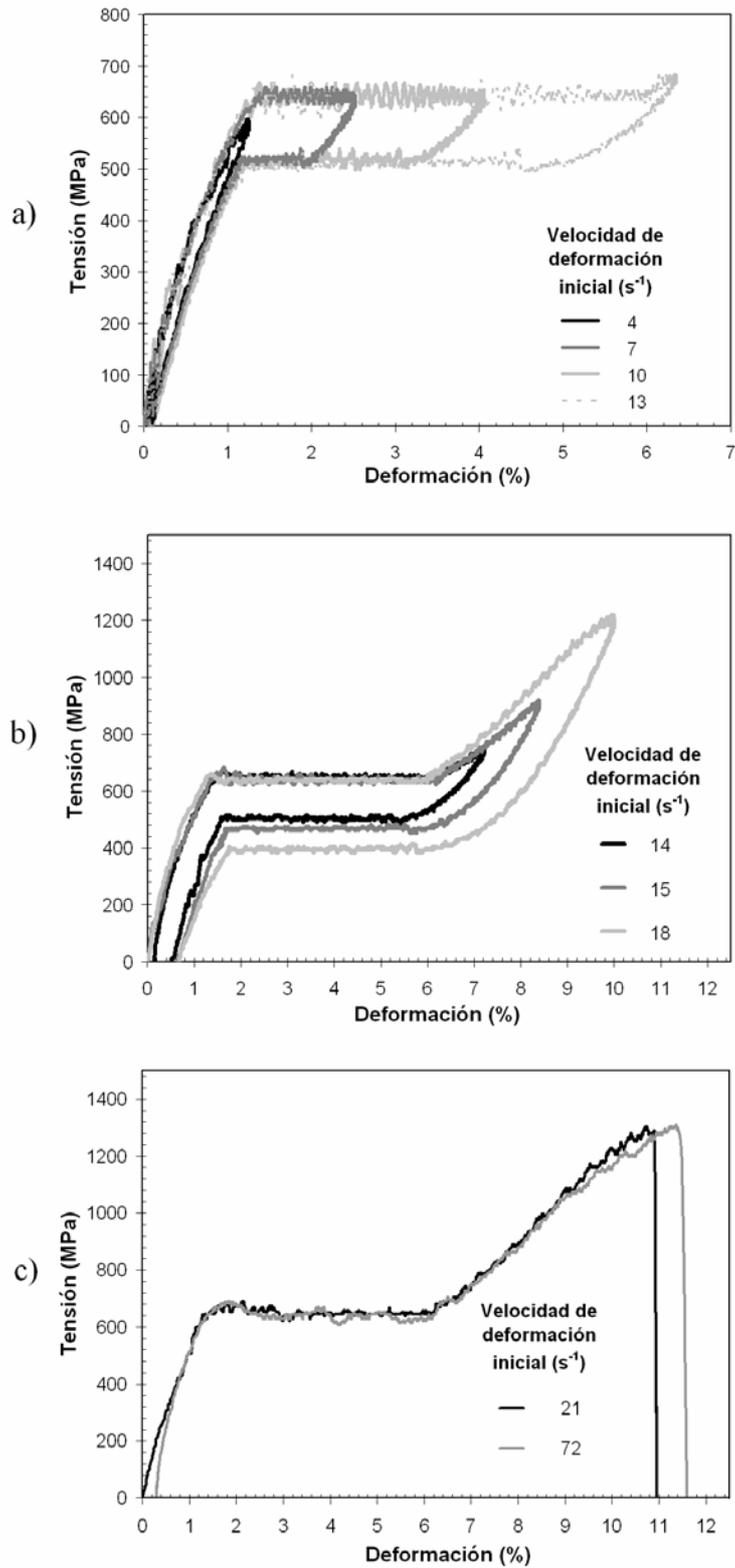


Figura 3.19: Diagramas tensión-deformación de hilos de NiTi sometidos a tracción a velocidades de formación de impacto, a) con transformación incompleta, b) con transformación completa y c) deformados hasta la rotura.

Una vez realizada la caracterización termomecánica a impacto del NiTi en forma de hilo se ha procedido a la caracterización a menores velocidades de deformación para observar la evolución de diferentes parámetros tales como tensiones de transformación y energía disipada en función de la velocidad de deformación desde el rango cuasi-estático  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  hasta impacto  $10^2 \text{ s}^{-1}$ .

## 3.3 Evolución de propiedades en función de la velocidad de deformación

### 3.3.1 Introducción

De cara al diseño y mejora de las aplicaciones ante impacto, no sólo es importante comprender el comportamiento termomecánico del NiTi a altas velocidades, sino también el conocimiento de la evolución de sus propiedades en función de la velocidad de deformación.

Por lo tanto, es necesario ampliar el rango de estudio, identificar y obtener las propiedades que tengan influencia en su comportamiento y estudiar su evolución en función de la velocidad de deformación. Para ello, se han realizado ensayos de tracción a diferentes velocidades entre los  $10^{-5}$  -  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , para que, junto con los realizados a impacto, se cubra un amplio rango de hasta siete ordenes de magnitud entre los  $10^{-5}$  y los  $10^2 \text{ s}^{-1}$  [Zurbitu et al., 2009c].

Estos ensayos han sido realizados en diversas máquinas de ensayos universales INSTRON 4206 y ZWIK Z100 mediante control del desplazamiento. La medición de la fuerza ha sido realizada con una célula de carga de 50 kN, mientras que la deformación ha sido obtenida a partir del desplazamiento del cabezal.

La evolución de la temperatura ha sido medida en la superficie de las probetas mediante la misma cámara termográfica de alta velocidad FLIR Titanium 550M utilizada para los ensayos de impacto. Al igual que en estos, para cada instante de tiempo es conocido el estado de tensiones y de deformación, así como la temperatura, por lo que a partir de los datos obtenidos es posible obtener propiedades termomecánicas del material. Para cada experimento se han utilizado probetas de NiTi en forma de hilo, descritas en el apartado experimental 2.1.1, de 0,5 mm de diámetro y 50 mm de longitud inicial.

Para profundizar en el conocimiento del comportamiento termomecánico del NiTi, a continuación se definen siete parámetros que son considerados importantes de cara al diseño de aplicaciones de impacto, y cuya evolución en función de la velocidad de deformación ha sido estudiada a partir de los datos obtenidos de los ensayos realizados. En la figura 3.20 se presentan visualmente de forma resumida.

- 1)  $\sigma^M_s$ : Tensión de comienzo de la transformación martensítica inducida por tensión directa.
- 2)  $\sigma^M_f$ : Tensión de finalización de la transformación martensítica inducida por tensión directa.
- 3)  $\sigma^A_s$ : Tensión de comienzo de la transformación martensítica inducida por tensión reversa.
- 4)  $\sigma^A_f$ : Tensión de finalización de la transformación martensítica inducida por tensión reversa.

(Tensiones obtenidas mediante el método de extensión de línea, como las intersecciones entre la aproximación lineal de los *plateaus* de transformación y las zonas de deformación elástica, sin tener en cuenta la zona de transformación residual)

5)  $W_d$ : Energía disipada durante un ciclo de histéresis durante la transformación martensítica inducida por tensión. Calculada como el área contenida en un ciclo de carga y descarga, ecuación 3.13.

$$W_d = \oint \sigma d\varepsilon \quad (3.13)$$

6)  $E_r$ : Energía recuperada tras un ciclo de histéresis durante la transformación martensítica inducida por tensión. Calculada como el área bajo el camino de descarga, ecuación 3.14.

$$E_r = \int_{\varepsilon_{\max}}^0 \sigma d\varepsilon \quad (3.14)$$

7)  $E_d$ : Energía de deformación tras un ciclo de histéresis durante la transformación martensítica inducida por tensión. Calculada como el área bajo el camino de carga, ecuación 3.15.

$$E_d = \int_0^{\varepsilon_{\max}} \sigma d\varepsilon \quad (3.15)$$

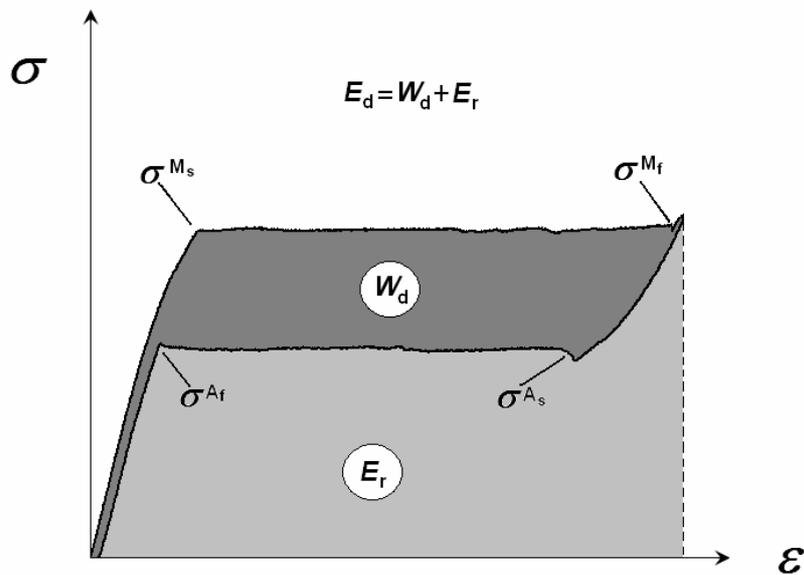


Figura 3.20: Parámetros destacables de la transformación martensítica inducida por tensión de cara al diseño de aplicaciones de impacto.

### 3.3.2 Evolución de las tensiones de transformación

El trabajo experimental ha sido dividido en dos bloques para poder estudiar tanto la transformación martensítica inducida por tensión directa como la reversa, así como las propiedades cuando el material es llevado hasta la rotura. Para ello, primeramente se han realizado ensayos en

los que las probetas han sido sometidas a un ciclo de carga y descarga con transformación completa, y otro grupo de ensayos en los que las muestras han sido deformadas hasta la rotura. En la figura 3.21 se pueden observar a modo de resumen las curvas tensión-deformación de estos ensayos que definen el comportamiento mecánico del NiTi en forma de hilo. A partir de estos ensayos, se han calculado los diferentes parámetros previamente definidos, para el estudio de su evolución en función de la velocidad de deformación.

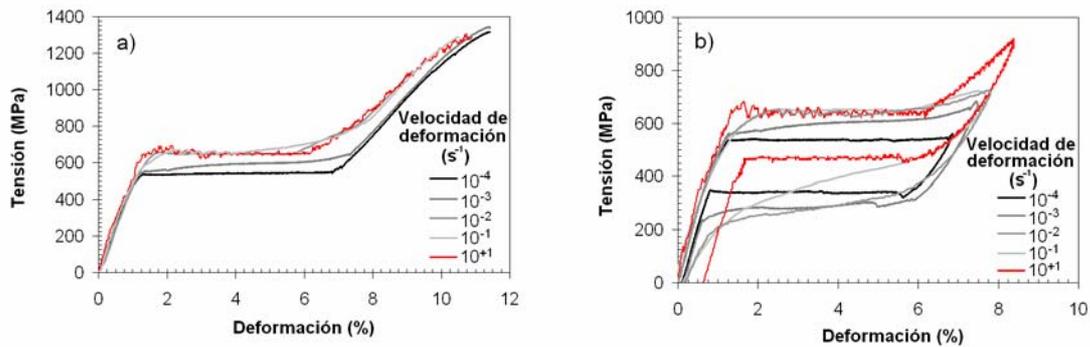


Figura 3.21: Curvas tensión-deformación de hilos de NiTi para diferentes velocidades de deformación desde el rango cuasi-estático hasta impacto, a) deformación hasta la rotura, b) transformación martensítica inducida por tensión completa.

En la figura 3.22, se muestra la evolución de las tensiones de transformación al variar la velocidad de deformación desde el rango cuasi-estático ( $10^{-5}$  s $^{-1}$ ), hasta impacto ( $10^2$  s $^{-1}$ ). Observando las tendencias tanto de las tensiones directas,  $\sigma^M_s$  y  $\sigma^M_f$ , como de las reversas,  $\sigma^A_s$  y  $\sigma^A_f$ , se han realizado las siguientes consideraciones.

1.- Existe una velocidad de deformación por debajo de la cuál las tensiones de transformación no están influenciadas por este parámetro, y tanto la transformación directa como la reversa ocurren a un nivel de tensión constante. Esta velocidad de deformación puede considerarse como el límite cuasi-estático y se localiza entre los  $10^{-4}$  y los  $5 \times 10^{-5}$  s $^{-1}$ , figura 3.22. Estos valores concuerdan con los obtenidos en otros trabajos de la bibliografía revisada [Shaw y Kyriakides, 1995].

2.- Cuando la velocidad de deformación es mayor que este límite cuasi-estático, las tensiones de transformación directa,  $\sigma^M_s$  y  $\sigma^M_f$ , aumentan hasta alcanzar un valor estable en torno a los  $10^{-1}$  s $^{-1}$ , siendo siempre mayor la tensión de final de transformación que la inicial para cualquier velocidad de deformación en este rango, figura 3.22(a). En cuanto a las tensiones de transformación reversa,  $\sigma^A_s$  y  $\sigma^A_f$ , éstas disminuyen en el tramo de velocidades de deformación desde el límite cuasi-estático hasta el orden de los  $10^{-3}$ - $10^{-2}$  s $^{-1}$ , siendo siempre menor la tensión de transformación final, figura 3.22(b). Debido a esto, las pendientes de la curva tensión-deformación durante la transformación aumentan como se observa en la figura 3.21. Al igual que antes, estos resultados concuerdan con los de la bibliografía revisada [Shaw y Kyriakides, 1995; Tobushi et al; 1998].

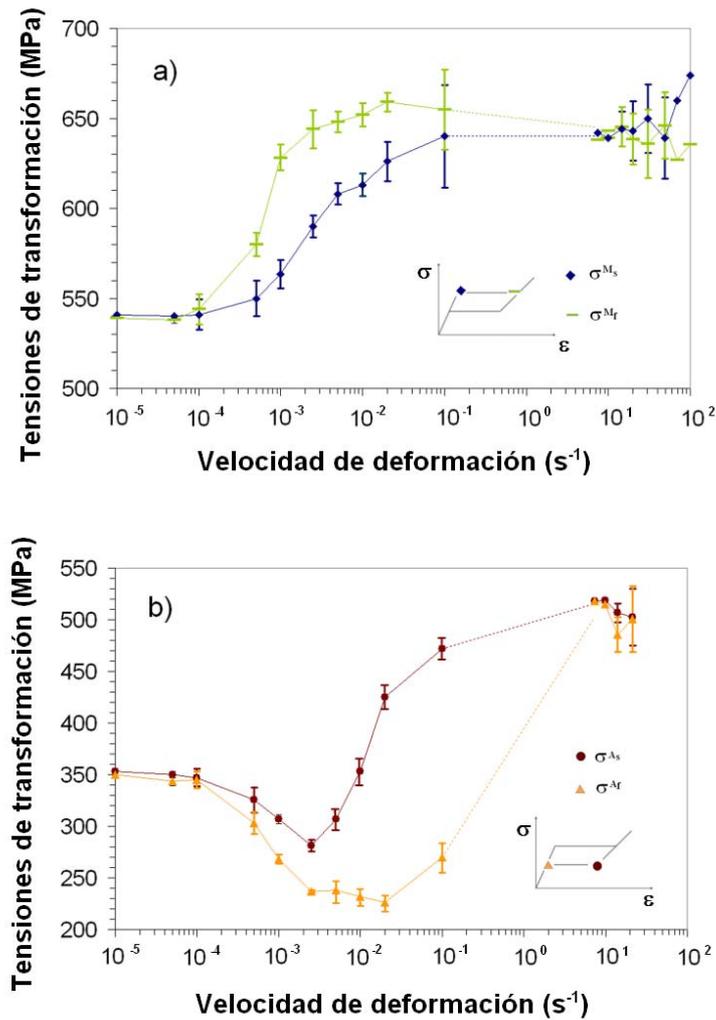


Figura 3.22: Evolución de las tensiones de transformación en función de la velocidad de la deformación, a) tensiones de transformación directa, b) tensiones de transformación reversa para un ciclo de carga y descarga con transformación completa.

La explicación para los puntos 1 y 2 está ampliamente justificada en la literatura [Shaw y Kyriakides, 1995; Wu et al., 1996; Tobushi et al., 1999; Liu et al., 2002]. Por una parte, es sabido que la transformación martensítica es una transformación de primer orden, siendo la transformación directa exotérmica y la reversa endotérmica; y por otra, que las tensiones de transformación aumentan con la temperatura. Cuando la velocidad de deformación se encuentra por debajo del límite cuasi-estático, existe suficiente tiempo para permitir que todo el calor de la transformación sea evacuado por conducción hacia las mordazas y por convección al ambiente. Como resultado de este hecho, la temperatura en la probeta no varía sustancialmente y el proceso de deformación puede ser considerado isotérmico, por lo que las tensiones de transformación no varían. Esta afirmación se corrobora mediante las mediciones de temperatura realizadas durante los ensayos de deformación realizados por debajo del límite de deformación isotérmico, figura 3.23.

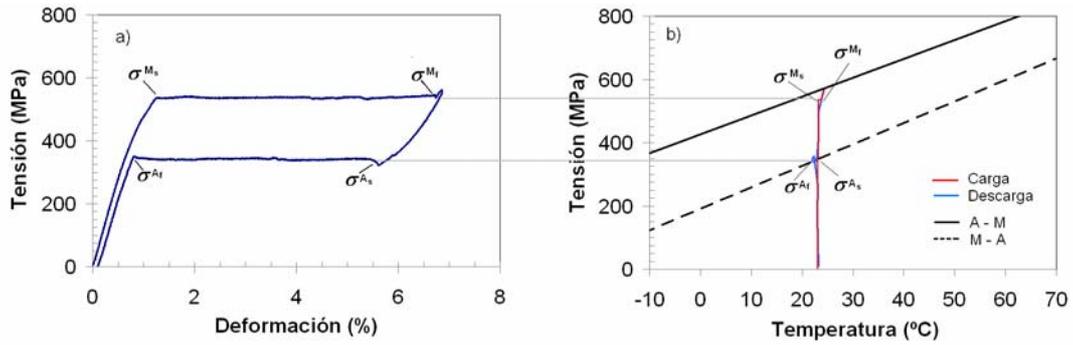


Figura 3.23: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b).

Sin embargo, cuando la velocidad de deformación aumenta, el tiempo necesario para intercambiar el calor de la transformación con el medio se reduce. Esto hace que, durante la fase de carga, parte del calor generado en la transformación directa permanezca en la probeta aumentando su temperatura y, por lo tanto, sus tensiones de transformación. Así mismo, durante la fase de descarga, parte del calor absorbido por la transformación reversa procede de la probeta, lo que hace disminuir la temperatura de ésta última y, con ello, las tensiones de transformación reversa. Esta correlación termomecánica puede ser observada para diferentes velocidades en las figuras 3.24 y 3.25.

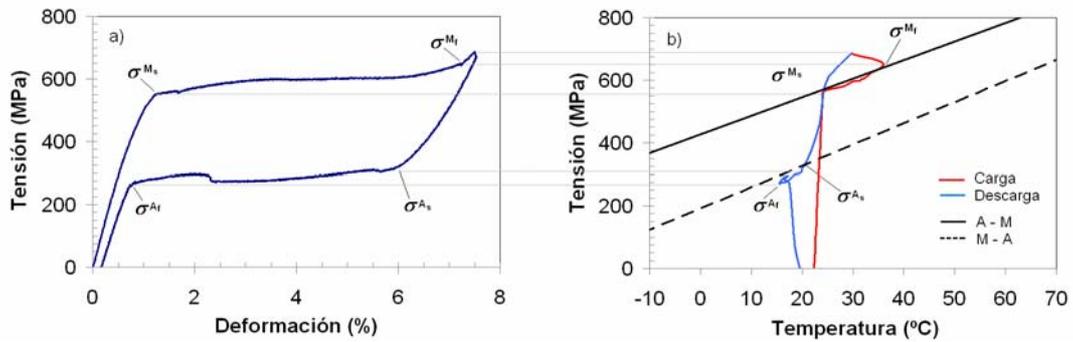


Figura 3.24: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b).

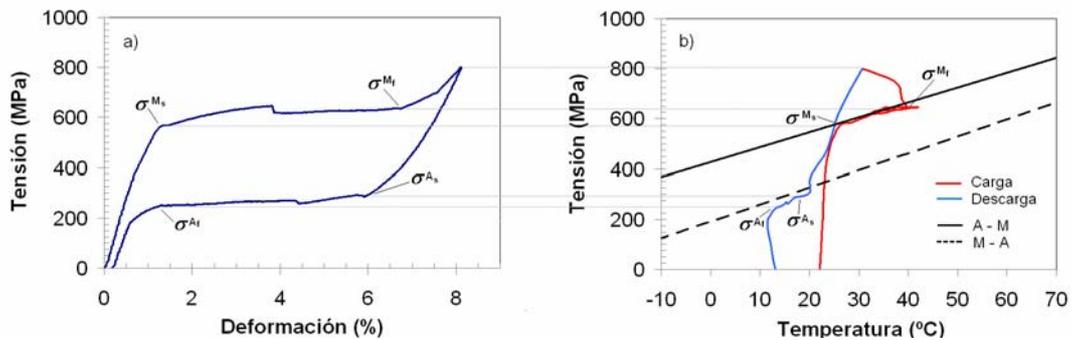


Figura 3.25: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b).

Cuanto mayor es la velocidad de deformación, mayor es este efecto, como puede observarse en la figura 3.26, ya que el tiempo para el intercambio de calor se reduce. En el rango de velocidades entre los  $10^{-4}$  y los  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , la variación de tensiones es más acusada al final que al comienzo de las transformaciones ya que la temperatura en los frentes aumenta según avanza la transformación. Esto provoca un incremento de la pendiente del diagrama tensión-deformación. Así, durante la carga, el calor de la transformación directa va calentando progresivamente la probeta, mientras que durante la descarga se produce el efecto contrario debido al efecto endotérmico de la transformación reversa. Merece la pena destacar que los pequeños y abruptos saltos en tensión observables durante las transformaciones en los diagramas tensión-deformación, figura 3.25 y 3.26, coinciden con la aparición de nuevas nucleaciones de fase martensítica que producen pequeñas variaciones locales de temperatura, aunque este aspecto se discute en mayor profundidad en el apartado 3.4.3.

Por otra parte, a medida que aumenta la velocidad de deformación, se hace más evidente la zona de transformación residual que necesita un nivel de fuerza creciente para completarse, figura 3.26. Esta zona no ha sido tomada en cuenta para el cálculo de las tensiones de la figura 3.22. Sin embargo, la evolución de la temperatura observada en la figura 3.26(b) evidencia cierta transformación en estas zonas ya que la temperatura continúa aumentando/disminuyendo durante la transformación directa/reversa en estas zonas, mientras que en el momento que comienza la deformación elástica, las evoluciones de la temperatura cambian claramente de tendencia ya que cesa la aportación/absorción de calor de las transformaciones.

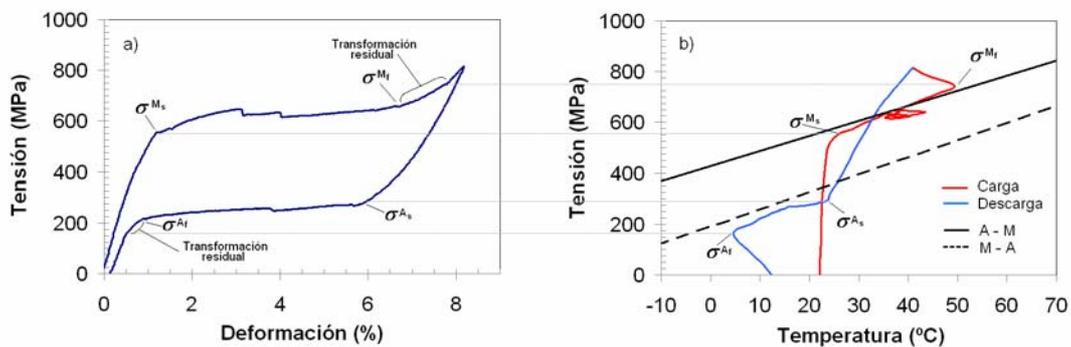


Figura 3.26: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b).

Continuando con las consideraciones obtenidas a partir de la evolución de las tensiones de transformación en función de la velocidad de deformación de la figura 3.22, merece la pena destacar los siguientes aspectos.

3.- Se observa una velocidad de deformación por encima de la cuál las tensiones de la transformación directa,  $\sigma^M_s$  y  $\sigma^M_f$ , no se ven influenciadas por este parámetro. Este hecho puede ser debido a que por encima de este límite, en torno a los  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , el proceso de deformación durante la fase de carga puede ser considerado cercano a las condiciones adiabáticas, esto es, prácticamente todo el calor generado durante la transformación se emplea en aumentar la temperatura de la probeta. Una vez que la velocidad de deformación es suficientemente alta como

para considerar que el proceso de deformación es cuasi-adiabático,  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , el hecho de la incrementar velocidad de deformación hasta niveles de impacto,  $10^1\text{-}10^2 \text{ s}^{-1}$ , no hace aumentar ni la temperatura ni las tensiones de transformación, ya que se ha aprovechado el máximo de calor de la transformación directa.

4.- En cuanto a las tensiones de transformación reversa,  $\sigma^A_s$  y  $\sigma^A_f$ , éstas cambian su tendencia y aumentan considerablemente cuando la velocidad de deformación supera cierto límite situado en el orden de magnitud entre los  $10^{-3}$  y los  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , figura 3.22(b). Este cambio de tendencia de las transformaciones reversas ha sido ya observada en diferentes trabajos previos [Dolce y Cardone, 2001; Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006], sin embargo, la máxima velocidad de deformación a la que se han obtenido datos de las transformaciones reversas ha sido de  $5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , mientras que en la presenta tesis se han obtenido datos experimentales a velocidades de hasta dos órdenes de magnitud superior. De esta manera se observa que, las tensiones de transformación reversa continúan aumentando cuando la velocidad de deformación llega hasta el rango de impacto, figura 3.22(b). Esto ocurre debido a que durante la descarga, la temperatura de los frentes de transformación puede ser incluso mayor que la ambiental, y no sólo en el rango de subimpacto, figura 3.27, sino también en el de impacto, figura 3.15.

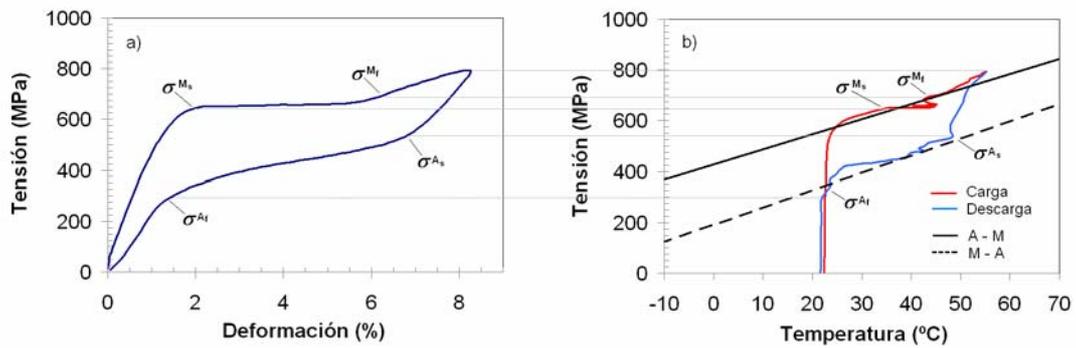


Figura 3.27: Comportamiento mecánico del NiTi a una velocidad de deformación de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (a), y evolución de la temperatura de los frentes de transformación (b).

En el cambio de tendencia en la evolución de la tensión de transformación reversa se observa que, para bajas velocidades, la temperatura de la zona de transformación se encuentra por debajo de la temperatura ambiente, figura 3.26; mientras que a altas velocidades ( $>10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ), ésta se puede encontrar a temperaturas incluso superiores a la inicial del ensayo. Esto puede indicar que durante la descarga a bajas velocidades, la onda térmica se desplace a mayor velocidad que el frente de transformación, enfriando progresivamente la zona de probeta no transformada según avanza la transformación reversa; mientras que, existe un valor de velocidad a partir del cuál sería el frente de transformación el que avance por delante de la onda térmica, haciendo posible de esta manera que la temperatura de la zona transformación sea mayor que la ambiental tanto durante la carga como durante la descarga, figura 3.28.

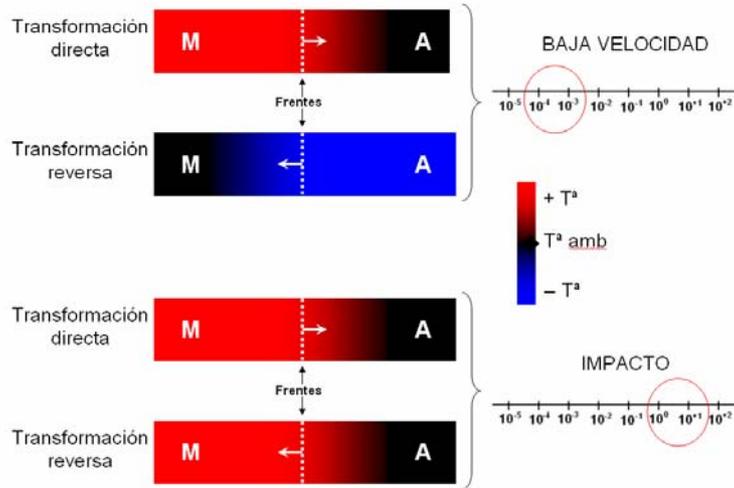


Figura 3.28: Evolución de la onda térmica respecto al frente de transformación en función de la velocidad de deformación.

### 3.3.3 Evolución de la energía disipada, de deformación y de recuperación

A partir de los ensayos realizados, también se ha obtenido la evolución de la energía de deformación ( $E_d$ ), figura 3.29; energía recuperada ( $E_r$ ), figura 3.30; y energía disipada ( $W_d$ ), figura 3.31, en función de la velocidad de deformación; desde el rango cuasi-estático hasta el de impacto. Existen diversos trabajos que estudian la evolución de la energía disipada bajo condiciones de temperatura controlada [Lin et al., 1996; Tobushi et al., 1999], pero sólo unos pocos tratan la respuesta natural del NiTi prescindiendo del control de la temperatura [Tobushi et al., 2005; Pieczynska et al., 2007]. Sin embargo, la velocidad de deformación máxima de estos trabajos se limita al orden de los  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , rango que se amplía en la presente tesis hasta el orden de impacto, ( $10^1 \text{ s}^{-1}$ ).

Al igual que ocurre con las tensiones de transformación, existe una velocidad de deformación por debajo de la cuál este parámetro no tiene influencia sobre ninguna de las energías definidas, y se sitúa también entre los  $10^{-4}$  y los  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . A mayores velocidades de deformación, hasta el orden de los  $10^{-3}$  -  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , y debido principalmente a la evolución de las tensiones de transformación mostradas en la figura 3.22,  $E_d$  y  $W_d$  aumentan mientras que  $E_r$  disminuye. A partir de esta velocidad, las tendencias cambian y mientras  $E_d$  se mantiene constante,  $E_r$  aumenta y  $W_d$  disminuye. Esta última tendencia se mantiene al menos hasta el rango de impacto. Merece la pena resaltar que para transformaciones inducidas por tensión completas, los valores de energía disipada a bajas velocidades de deformación y a impacto son del mismo orden, figura 3.31, pasando por un máximo que, para el caso de la aleación seleccionada, se sitúa en torno a los  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Sin embargo, la evolución tanto de la energía disipada  $W_d$  como de la recuperada  $E_r$ , también dependen de la evolución de las tensiones de transformación reversa, que a su vez están fuertemente influidas por la máxima del ciclo de deformación que sufre la probeta [Zurbitu et al., 2009b], resultados que se muestran en el siguiente apartado.

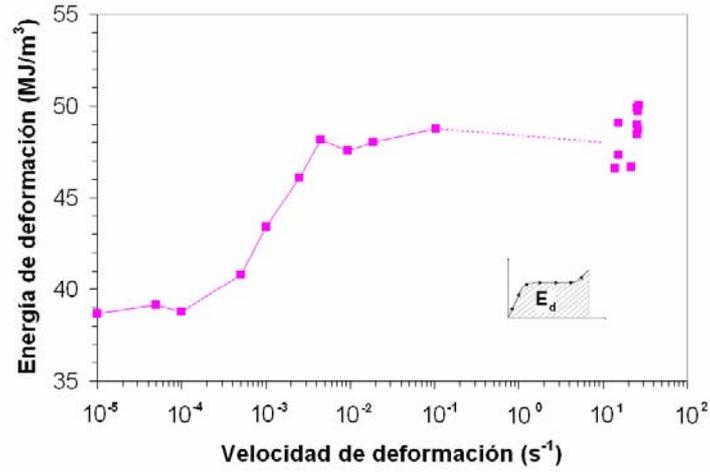


Figura 3.29: Variación de la energía de deformación ( $E_d$ ) con la velocidad de deformación.

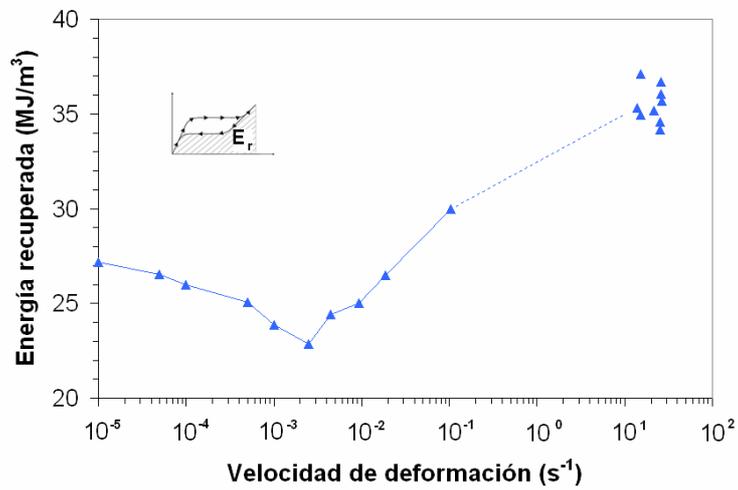


Figura 3.30: Variación de la energía recuperada ( $E_r$ ) con la velocidad de deformación.

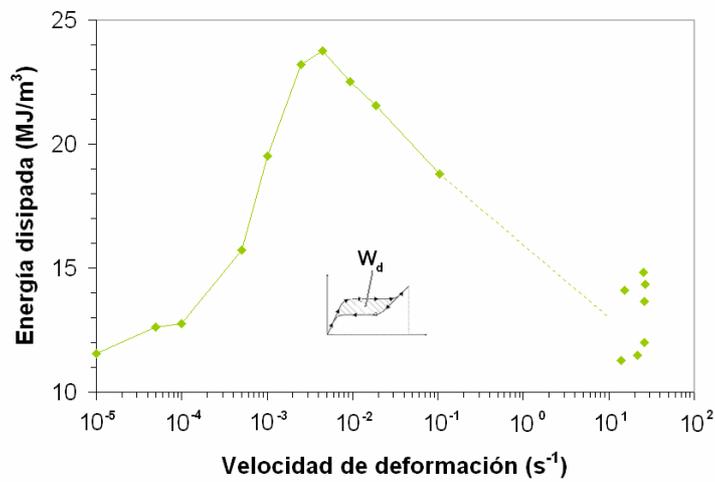


Figura 3.31: Variación de la energía de disipada ( $W_d$ ) con la velocidad de deformación.

### 3.3.4 Efecto de la deformación máxima sobre la transformación reversa

Efectivamente, la deformación máxima a la que es sometida una AMF en el rango de temperaturas  $A_f < T^a < M_d$  afecta a la evolución de la transformación inducida por tensión reversa. Este hecho es observable, cuando la deformación se produce a bajas velocidades de deformación, en la evolución de propiedades tales como las tensiones de transformación reversa [Lin et al., 1994], o la energía disipada y recuperable [Tobushi et al., 1993]. Sin embargo, se desconoce cómo afecta la velocidad de deformación en este aspecto cuando la transformación inducida por tensión se produce a velocidades de impacto.

Por ello, se ha profundizado en el estudio del comportamiento superelástico del NiTi, cuando estas aleaciones son sometidas a ciclos de carga y descarga para diferentes deformaciones máximas, tanto a bajas velocidades como a impacto, figura 3.32. Ya que la idea es estudiar la evolución de las tensiones de transformación, para cada ensayo se ha utilizado una probeta sin ninguna deformación previa ya que cualquier acumulación de defectos actúa de forma favorable en sucesivas transformaciones disminuyendo la tensión necesaria para inducir éstas.

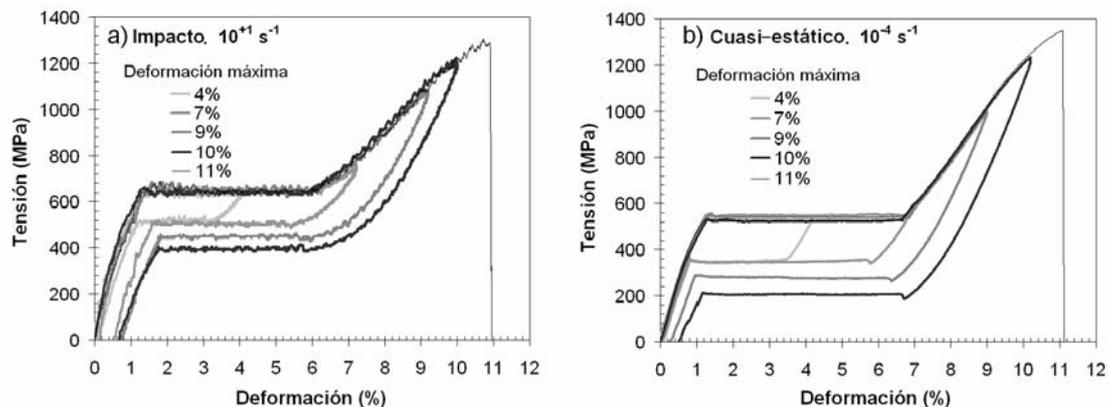


Figura 3.32: Respuesta superelástica del NiTi para diferentes deformaciones máximas, a) a velocidades de deformación de impacto, b) a bajas velocidades de deformación.

A partir de los datos obtenidos, se puede observar que la tensión de transformación directa o *Upper Plateau Strength* (UPS) figura 3.33(a), obtenida como la tensión para el 3% de deformación durante la transformación directa [ASTM F2516-06], evidentemente no está influenciada por la máxima deformación del ciclo, y simplemente aumenta a impacto debido al calentamiento ocurrido en la probeta como resultado del carácter exotérmico de la transformación directa durante el proceso de deformación cuasi-adiabático atribuido a las condiciones de impacto, tal y como se ha observado en el capítulo 3.2.

La tensión de transformación reversa o *Lower Plateau Strength* (LPS), obtenida como la tensión para el 2,5% de deformación durante la transformación reversa [ASTM F2516-06], también es mayor a impacto debido al carácter cuasi-adiabático del proceso de deformación a impacto; sin embargo, muestra una clara dependencia respecto a la máxima deformación a la que es sometida la probeta, tanto a bajas velocidades como a impacto, figura 3.33(b). Para ciclos cuya máxima deformación es menor a aquella necesaria para completar la transformación inducida por tensión, (~7%), la tensión

de transformación reversa en independiente de la amplitud del ciclo de carga y descarga; mientras que, para mayores deformaciones máximas, la tensión disminuye de forma lineal. Este hecho es atribuible a las altas tensiones generadas durante el proceso de carga que originan un aumento de la densidad de dislocaciones. Este aumento causa a su vez un aumento de la tensión interna que es favorable a la transformación reversa disminuyendo el nivel de tensión necesaria para su inducción [Tobushi et al., 1993]. En impacto la tendencia es similar, lo que indica que los mecanismos de deformación son similares, aunque la velocidad a la que la tensión reversa disminuye con la deformación máxima es algo menor que a bajas velocidades.

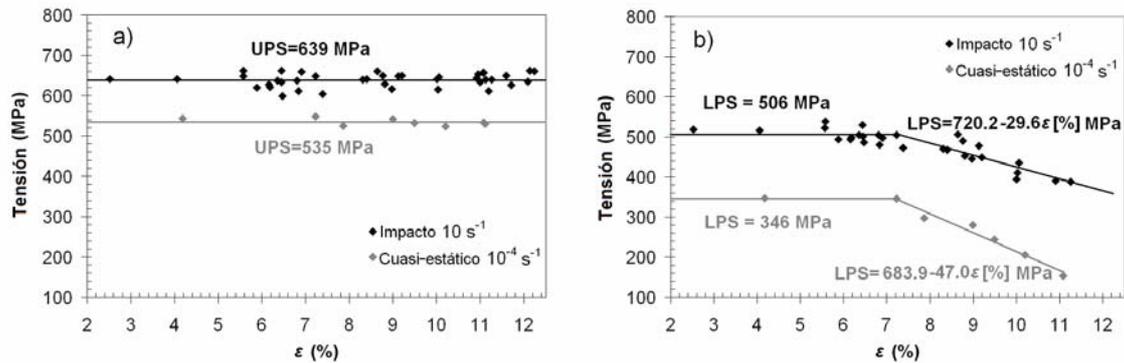


Figura 3.33: Tensiones de transformación en función de la máxima deformación alcanzada durante la deformación del NiTi, a) UPS, b) LPS.

La consecuencia directa de que las tensiones de transformación sean mayores a impacto es que tanto la energía de deformación ( $E_d$ ) como la recuperable ( $E_r$ ), son mayores a altas velocidades de deformación cualquiera que sea la deformación máxima del ciclo, figura 3.34(a). Sin embargo, la energía disipada ( $W_d$ ), es similar tanto a bajas velocidades de deformación como a impacto para cualquiera que sea la deformación máxima a la que es sometida el material, figura 3.34(b). Concretamente los valores calculados para el caso de impacto son algo menores, una media de 3,2 MJ/m<sup>3</sup> que para el caso de ensayos cuasi-estáticos. Por ello, es importante destacar que el hecho de elevar la velocidad de deformación hasta valores de impacto no hace menguar de forma importante la capacidad de absorción de energía del NiTi.

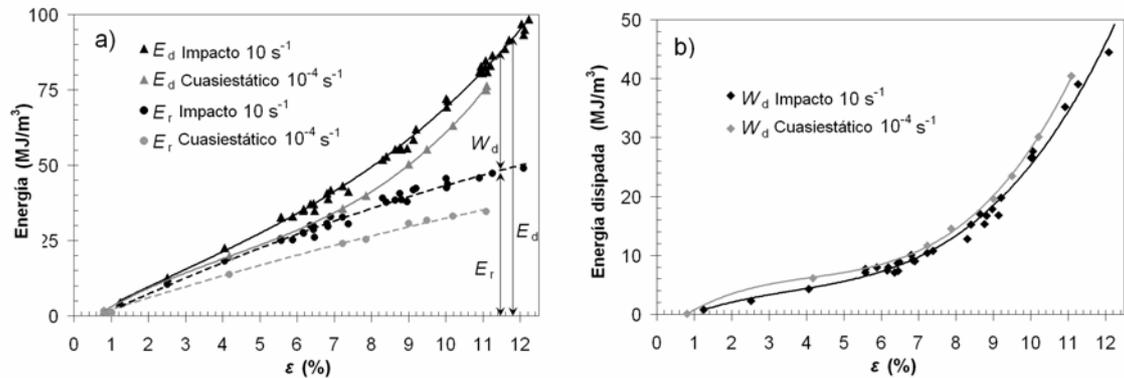


Figura 3.34: Evolución de energías en función de la máxima deformación alcanzada durante la deformación del NiTi, a) energía de deformación ( $E_d$ ) y recuperable ( $E_r$ ), b) energía disipada ( $W_d$ ).

### 3.3.5 Efecto de la velocidad de deformación sobre los mecanismos de deformación y fractura

La mayoría de los trabajos consultados en la bibliografía revisada, que analizan los mecanismos de deformación y las superficies de fractura en hilos deformados de NiTi, los hacen a bajas velocidades de deformación, en el rango cuasi-estático  $10^{-4} - 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Gall et al., 2001; Paula et al., 2006; Weidong et al., 2007], llegando como máximo a los  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [Dayananda et al., 2008].

En estos trabajos no se han encontrado evidencias de diferencias en los mecanismos de deformación al variar la velocidad de deformación. Sin embargo, en el caso de impacto, ésta puede llegar al orden de los  $10^2 \text{ s}^{-1}$ , es decir 4 órdenes de magnitud por encima de lo observado hasta ahora, por lo que no se tienen evidencias de los mecanismos de deformación actuantes a impacto, ni de su implicación en las diferencias observadas a lo largo de este capítulo entre el comportamiento mecánico del NiTi a bajas velocidades y a impacto.

Por ello, en este apartado se presenta una comparativa de los mecanismos de deformación actuantes durante la deformación plástica de la fase martensítica inducida por tensión. Las superficies de fractura han sido analizadas mediante un microscopio electrónico de barrido JEOL-JSM 5600LV.

En la figura 3.35 se muestran dos superficies de fractura representativas de los ensayos realizados tanto a bajas velocidades como a impacto. Para el caso cuasi-estático, figura 3.35(a), se observa una fractura tipo copa-cono en la que se diferencian dos superficies de fractura:

- ✓ Una cercana a la periferia del hilo, en la que se observa una rotura transgranular frágil donde apenas se aprecia deformación plástica.
- ✓ Otra en el interior del hilo que muestra una serie de micro-cavidades con una gran deformación plástica características de una rotura dúctil, originada por la nucleación, crecimiento y coalescencia de los vacíos provenientes de precipitados o partículas de segunda fase [Gall et al., 2001].

En el caso de impacto, las superficies de fractura son muy similares, figura 3.35(b), y no se observan diferencias ni en la distribución, ni en la orientación, ni en la profundidad de las cavidades formadas en el interior del hilo, por lo que los mecanismos de deformación y fractura no dependen de la velocidad de deformación al menos en el rango  $10^{-4} - 10^2 \text{ s}^{-1}$ .

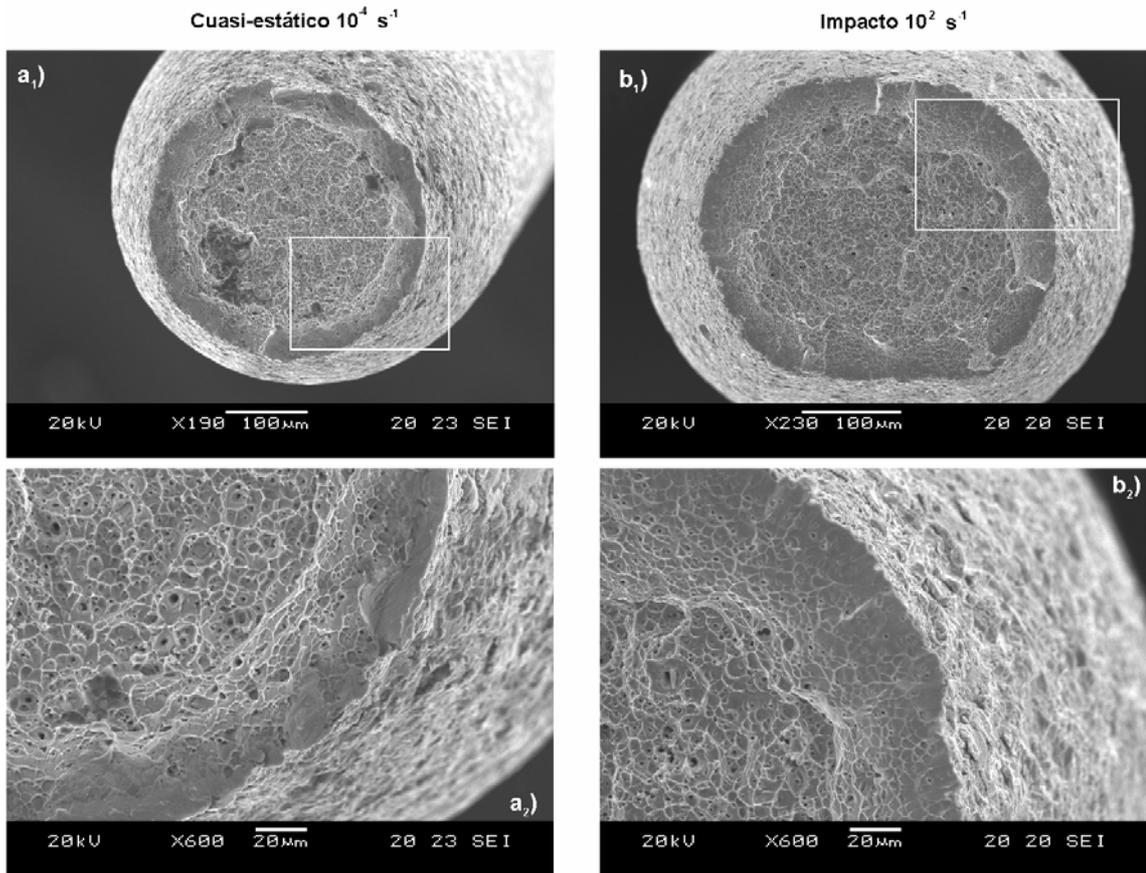


Figura 3.35: Superficies de fractura representativas del NiTi ensayado a tracción, a) a velocidad de deformación cuasi-estática, b) a impacto.



## 3.4 Nucleación y evolución de los frentes de transformación durante la transformación

### 3.4.1 Introducción

La caracterización termomecánica del NiTi desarrollada en capítulos anteriores ha sido obtenida mediante la correlación entre la evolución de las propiedades mecánicas y la temperatura en las zonas donde se produce la transformación martensítica inducida por tensión. Sin embargo, se conoce que esta transformación no se produce de forma homogénea en toda la probeta, y que por lo tanto, la temperatura puede variar considerablemente de unas zonas a otras, siendo además esta variación fuertemente dependiente de la velocidad de deformación, tal y como se describe en diferentes estudios [Leo et al., 1993; Shaw y Kyriakides, 1995]. Estos trabajos, sucesores del estudio pionero en relacionar el efecto de la velocidad de deformación con la temperatura [Mukherjee et al., 1985], son considerados como trabajos referencia en cuanto al estudio de la relación entre las propiedades mecánicas y la evolución de la temperatura, cuando el material es ensayado a bajas velocidades de deformación. En ellos se obtuvieron medidas de la evolución de la temperatura durante la deformación de hilos de NiTi para diferentes puntos de la probeta, mediante el uso de pequeños termopares de contacto. Esto limitaba no sólo la resolución espacial, sino también la máxima velocidad de deformación a la que se podían realizar los ensayos obteniendo suficiente número de datos, y se limitaba al orden de los  $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Posteriormente, la aplicación de las nuevas tecnologías, como el uso de la termografía infrarroja, hizo posible aumentar la resolución espacial en la medición de la temperatura; no obstante, la reducida frecuencia de adquisición de la nueva tecnología limitaba también la velocidad de deformación a la que se podía estudiar la evolución de la temperatura y los frentes de transformación al orden de los  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1997]. Posteriores trabajos utilizaron provechosamente la evolución de esta tecnología y obtuvieron mediciones de temperatura a mayores velocidades, no sólo para hilos [Chang et al., 2006; Pieczyska et al., 2006a] (velocidades hasta los  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), sino también para probetas en forma de cinta [Pieczyska et al., 2006b] (velocidades hasta los  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ). Sin embargo, no se tiene constancia en la bibliografía revisada de trabajos que estudien la dinámica de la nucleación y propagación de frentes de transformación durante la transformación martensítica, cuando ésta es inducida por tensión a velocidades de deformación de impacto.

El hecho de que la transformación martensítica no ocurra de manera homogénea, divide la probeta en segmentos transformados y no transformados, en cuyas zonas intermedias de interacción, denominadas frentes de transformación, se produce la distorsión de la malla cristalina que da origen a la transformación entre la fase austenítica de alta simetría y la martensítica de baja simetría. Estos frentes, que se desplazan a lo largo de la probeta hasta completar la transformación, pueden ser observados de diversas maneras. Por ejemplo, mediante la medición de la evolución de la deformación a lo largo de una probeta en diferentes puntos por medio de pequeñas galgas extensométricas [Shaw y Kyriakides, 1995]. La evolución de los frentes puede ser localizada gracias a los saltos en deformación ocurridos al pasar estos. Otra forma consistiría en la medición de la evolución de la temperatura a lo largo de las probetas. En este caso, los frentes serían localizados

gracias a las variaciones de temperatura que se producen debido al carácter exotérmico/endotérmico de la transformación martensítica. Esta información puede ser obtenida mediante pequeños termopares de contacto [Shaw y Kyriakides, 1995], o mediante termografía infrarroja [Shaw y Kyriakides, 1997]. En este último caso, el número de puntos cuya temperatura es conocida es mucho mayor que con medidas discretas, por lo que aumenta considerablemente la resolución en cuanto a la ubicación y evolución de los frentes de transformación. En cualquier caso, la velocidad de deformación máxima a la que puede ser observada la evolución de los frentes está íntimamente ligada a la frecuencia de adquisición de los sistemas de medida. En los trabajos más recientes la velocidad máxima medida se sitúa en torno a los  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [Pieczyska et al., 2006b]. La observación de los frentes de transformación a mayores velocidades ha sido tratada por muy pocos grupos. Por ejemplo, en el reciente trabajo de [Ravi-Chandar y Niemczura, 2006] se realiza un estudio de la dinámica de los frentes de transformación a velocidades de deformación de impacto, entre  $4 \times 10^1$  y  $9 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ , gracias a la monitorización de la deformación en el tiempo mediante la instrumentación de una probeta plana con múltiples galgas, cuando ésta es deformada mediante el impacto de un proyectil entre los 2,8 y 6,3 m/s. Sin embargo, no se tiene constancia de ningún trabajo, en la revisión bibliográfica realizada, en el que se hayan obtenido medidas de evolución de la temperatura, ni medidas de los frentes de transformación con mediciones simultáneas de tensión y deformación a velocidades de deformación de impacto. En la presente tesis, gracias a los recientes avances desarrollados en cuanto a la frecuencia de adquisición de los nuevos equipos de cámaras de termografía, ha sido posible la observación de los frentes de transformación a velocidades de deformación de impacto [Zurbitu et al., 2009d]. El montaje experimental presentado en el capítulo 3.2 (figura 3.11), posibilita la medición de la temperatura a lo largo de la probeta para diferentes instantes de tiempo mientras ésta es deformada a velocidades de impacto ( $10^1$ - $10^2 \text{ s}^{-1}$ ), siendo en todo momento conocido el estado de tensiones y de deformaciones de la misma. La observación de la evolución de los frentes de transformación puede ayudar a la mejor comprensión de la evolución de la transformación martensítica en el NiTi, cuando esta se inducida por tensión en condiciones dinámicas. Además, el empleo de la tecnología de termografía infrarroja de forma simultánea con máquinas convencionales de ensayos universales, permite la observación de los frentes en el rango de bajas velocidades de deformación ( $10^{-4}$ - $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), lo que amplía el rango de velocidades en el que los frentes pueden ser observados posibilitando la comprensión de su evolución al variar la velocidad a la que son deformados.

#### 3.4.2 Evolución de los frentes a velocidades de deformación de impacto

Primeramente se ha observado la dinámica de los frentes de transformación a velocidades de deformación de impacto cuando se induce la transformación martensítica completa, es decir, limitando la deformación de tal forma que se eviten deformaciones elásticas o plásticas de la fase martensítica que puedan originar defectos en la malla cristalina y afectar a la evolución de los frentes de transformación durante la descarga. Para ello se han obtenido imágenes de termografía cada 0,8 ms a lo largo de un hilo de NiTi traccionado a una velocidad de  $10^1 \text{ s}^{-1}$  hasta un nivel de deformación del 6,5%, figura 3.36. Mientras la fase austenítica permanece a una temperatura cercana a la ambiental, la de la fase martensítica es mayor debido al carácter exotérmico de la

transformación directa. Durante la descarga, el carácter endotérmico de la transformación reversa hace disminuir la temperatura de la fase austenítica otra vez hasta valores cercanos al ambiente, mientras que la fase martensítica continúa a mayor temperatura debido a que la rapidez del evento de impacto impide la evacuación del calor del material. Por ello, la diferencia de temperaturas entre la fase austenítica (baja temperatura) y la fase martensítica (alta temperatura), hace claramente visibles los frentes de transformación y su evolución en la figura 3.36. En ella se observa que tras la deformación elástica de la fase austenítica, para  $t=1,3$  ms, comienza la inducción de la fase martensítica a un nivel de tensión constante. La nucleación de esta fase surge casi de forma simultánea en ambos extremos de la probeta debido a la concentración de tensiones ocurrida inevitablemente en la zona cercana a los amarres. A medida que aumenta la deformación, los dos frentes originados avanzan hacia el centro de la probeta hasta completarse la transformación. Durante la descarga, la nucleación de la transformación reversa ocurre para  $t=14,65$  ms, y tiene lugar en el punto donde la transformación directa finalizó. La confluencia de los frentes de transformación directa origina una discontinuidad en la malla cristalina que favorece la nucleación de la transformación reversa. Los dos frentes surgidos de ésta única nucleación recorren el material hasta completar la transformación reversa a un nivel de tensión constante. En ningún momento se observa otro foco de calor en punto alguno de la probeta, por lo que se puede decir que no se originan nuevas nucleaciones, al menos lejos de los frentes existentes. Por lo tanto, a velocidades de deformación de impacto, la transformación martensítica inducida por tensión ocurre de manera inhomogénea, tal y como sucede a muy bajas velocidades de deformación,  $<10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1995], entrando en contradicción con la tendencia observada hasta el momento, por la que el número de nucleaciones surgidas lejos de los frentes activos se multiplica al aumentar la velocidad de deformación en el rango  $10^{-4} - 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1997; Chang et al., 2006]. Más adelante se analiza y discute en detalle este cambio de tendencia, apartado 3.4.3.

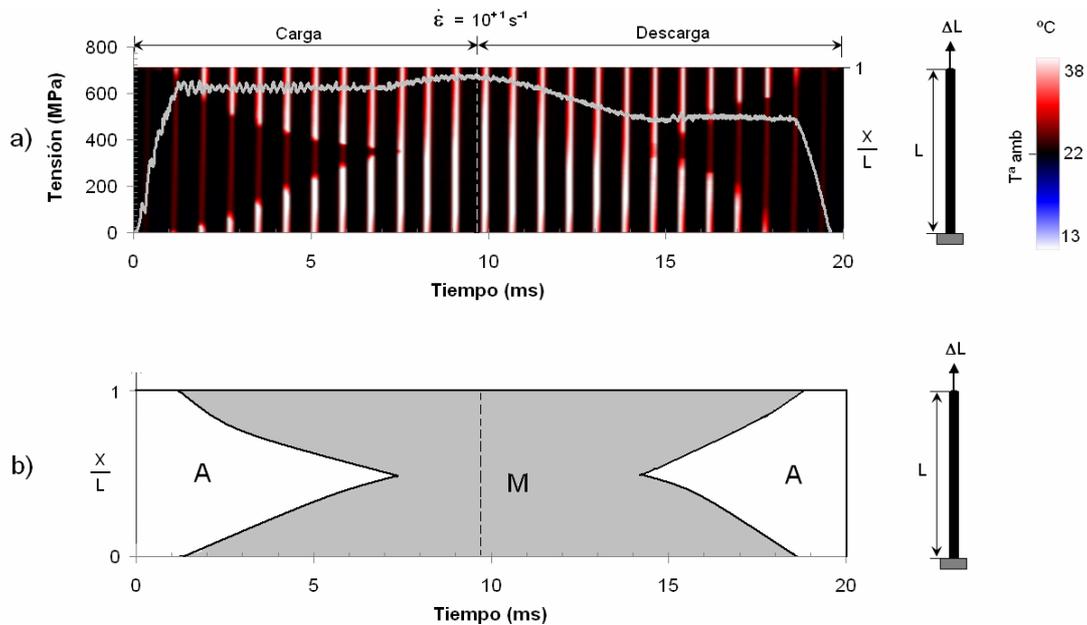


Figura 3.36: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para un ensayo de impacto con deformación máxima del 6,5%, b) ,diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

Con el fin de observar más detalladamente el movimiento de los frentes y el gradiente de temperaturas entre las fases durante la transformación, se han obtenido los perfiles de temperatura de cada imagen termográfica de la figura 3.36 medidos a lo largo de la parte central de la probeta, de tal forma que unidos entre sí forman una imagen figurada tridimensional que representa la evolución de los frentes de transformación. Cada uno de estos perfiles, representados con una línea negra en la figura 3.37(b) y (c), corresponden a un estado de tensiones y deformaciones concreto durante la transformación mostrada en la figura 3.37(a). El reducido tiempo en el que se induce la transformación a impacto, del orden de unos pocos milisegundos, impide que se pueda alcanzar un régimen estacionario en la distribución de la temperatura a lo largo de la probeta. El tiempo es tan reducido que la conducción de calor se limita a una zona muy pequeña situada entre las fases, mientras que la zona transformada permanece a mayor temperatura debido a la imposibilidad de que el calor originado durante la transformación directa sea evacuado de la probeta. Esto da lugar a un régimen transitorio en el que se evidencia un gradiente de temperaturas entre la zona transformada y la que permanece en fase austenítica.

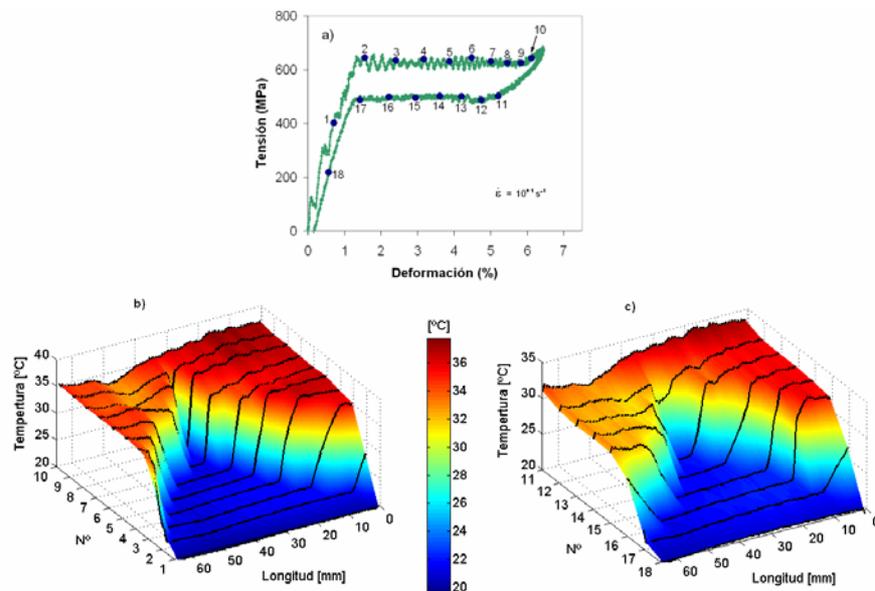


Figura 3.37: Mapa de temperaturas de la evolución de los frentes de transformación a velocidades de impacto, para un ciclo de carga y descarga hasta el 6,5% de deformación, a) diagrama tensión-deformación, b) evolución de los frentes durante la transformación directa, c) evolución de los frentes durante la transformación reversa.

Cuando la deformación es suficientemente alta como para deformar elásticamente o plásticamente la fase martensítica, se pueden originar pequeños defectos en la malla cristalina. Estos defectos no afectan a la evolución de los frentes durante la transformación directa, ya que su formación es posterior, pero pueden modificar la evolución de la transformación reversa. Los pequeños campos de tensiones creados alrededor de los defectos actúan a favor de la transformación reversa disminuyendo la tensión necesaria para su nucleación y propagación, lo que puede dar origen a nucleaciones adicionales durante la descarga, tal y como se observa en el ejemplo de la figura 3.38. En este caso, además de la nucleación inicial de la transformación reversa donde finalizó la directa ( $t=16$  ms), aparece otra adicional hacia mitad de la transformación en una de las zonas de

amarre, (para  $X/L=1$  y  $t=17,5$  ms). El nuevo frente creado avanza hasta confluir con otro de los generados a partir de la nucleación inicial en el centro de la probeta. Este hecho es claramente visible en el mapa de temperaturas de la figura 3.39. Mientras durante la carga sólo son visibles dos frentes de transformación, durante la descarga aparece un nuevo gradiente de temperaturas en el punto 11 y para  $x=0$  mm, que avanza hasta confluir con otro de los frentes en  $x=15$  mm.

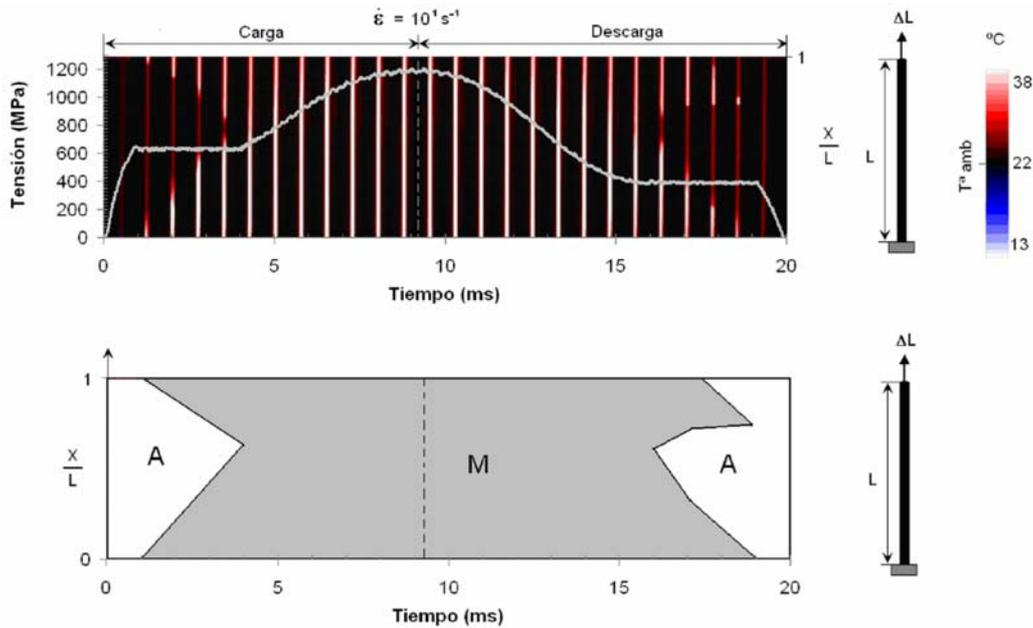


Figura 3.38: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para un ensayo de impacto con deformación máxima del 10%, b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

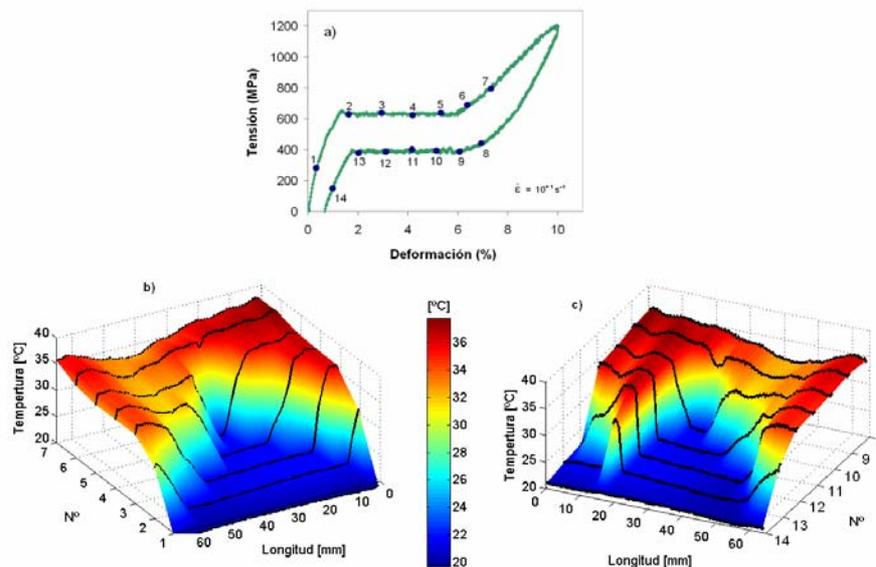


Figura 3.39: Mapa de temperaturas de la evolución de los frentes de transformación a velocidades de impacto, para un ciclo de carga y descarga hasta el 10% de deformación, a) diagrama tensión-deformación, b) evolución de los frentes durante la transformación directa, c) evolución de los frentes durante la transformación reversa.

### 3.4.3 Evolución del número de frentes en función de la velocidad de deformación

En este apartado se analiza y discute la cualidad de homogeneidad de la transformación martensítica en función de la velocidad de deformación a la que es inducida la transformación por aplicación de carga. Esta cualidad puede ser evaluada en términos de número de nucleaciones y número de frentes de transformación. La tendencia de los datos obtenidos en este aspecto en la literatura indican que la transformación pasa de ser totalmente inhomogénea a velocidades menores a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1995], a multiplicarse el número de nucleaciones al aumentar la velocidad de deformación (entre los  $10^{-4}$  y los  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) [Shaw y Kyriakides, 1997; Chang et al., 2006], entrando así en contradicción con lo observado a impacto donde se ha observado una transformación completamente inhomogénea. Para estudiar en mayor profundidad esta evolución, se ha analizado la evolución del número de nucleaciones durante la transformación directa, a diferentes velocidades de deformación en el rango  $10^{-4} - 10^1 \text{ s}^{-1}$ .

Efectivamente, cuando la velocidad es suficientemente baja,  $10^{-4} - 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , la transformación es inhomogénea y sólo se observan una o dos nucleaciones durante la fase de carga, figura 3.40 y figura 3.41. Una vez ocurrida la nucleación de la fase martensítica, la tensión necesaria para la propagación del frente es menor que la necesaria para originar una nueva nucleación por lo que el frente inicial se propaga y la transformación tiene lugar de manera inhomogénea, tal y como se puede corroborar en la literatura [Shaw y Kyriakides, 1995].

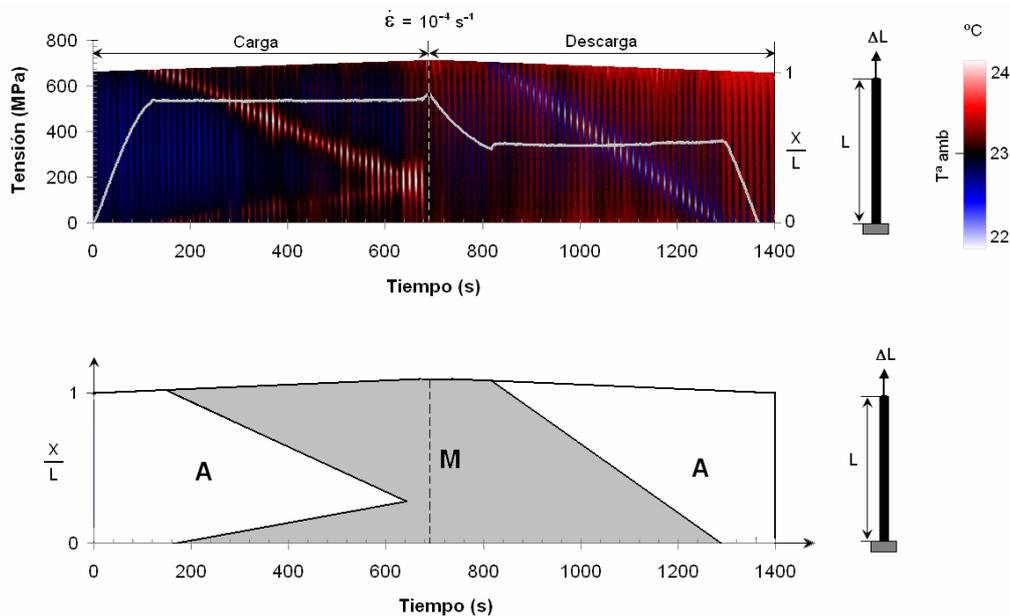


Figura 3.40: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

Al aumentar la velocidad de deformación, la temperatura aumenta localmente en las zonas transformadas, ya que se reduce el tiempo en el que el calor de la transformación puede ser

evacuado al ambiente. Este aumento local de temperatura hace aumentar la tensión necesaria para la propagación del frente de transformación debido a la inherente sensibilidad de la transformación martensítica con la temperatura. Si la velocidad de deformación es lo suficientemente alta, la temperatura puede llegar a aumentar hasta una magnitud tal que la tensión de propagación del frente existente sea mayor que la tensión de nucleación en una zona de la probeta más lejana al frente existente y por lo tanto más fría, permitiendo así la nucleación de un nuevo frente en ese punto, tal y como ocurre en el ensayo de la figura 3.41 para  $t=20$  s (velocidad de deformación  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). De forma análoga se explica la aparición de un nuevo frente durante la descarga. Los datos obtenidos concuerdan con los observados en la bibliografía revisada, donde la velocidad a la que comienzan a aparecer nucleaciones adicionales debido al aumento de la velocidad de deformación se sitúa en el rango  $10^{-3} \text{ s}^{-1} - 5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Shaw y Kyriakides, 1997; Chang et al., 2006].

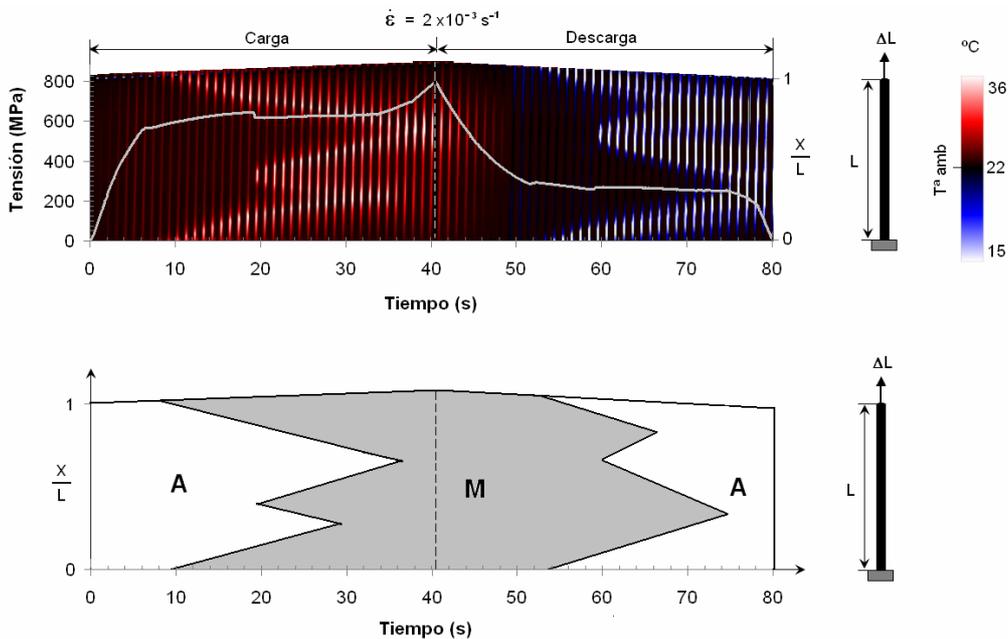


Figura 3.41: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

A medida que continúa aumentando la velocidad de deformación, este efecto se acentúa, y surgen nucleaciones adicionales, figura 3.42. Además se observa que, en el momento exacto en el que se produce una nueva nucleación, la respuesta en tensión sufre un pequeño y repentino descenso, figura 3.41(a) y 3.42(a), similar a las variaciones en tensión observadas en otros trabajos [Leo et al., 1993; Shaw y Kyriakides, 1997; Chang et al., 2006]. Este hecho, repetible en todos los casos, se debe a lo siguiente. La creación de un nuevo frente de transformación implica un repentino y pequeño aumento localizado de la deformación tal que, para mantener la coherencia tensional global, descarga ligeramente la tensión del resto de la probeta, mostrando así un pequeño y abrupto salto en tensión. Por otra parte, la multiplicación de frentes implica una reducción en velocidad de todos ellos para mantener la coherencia de la velocidad de deformación global, lo que provoca un auto-calentamiento menor, disminuyendo así la posibilidad inmediata de aparición de una nueva nucleación, que se pospone hasta que el material se vuelve a calentar.

### 3.4. Nucleación y evolución de los frentes de transformación durante la transformación

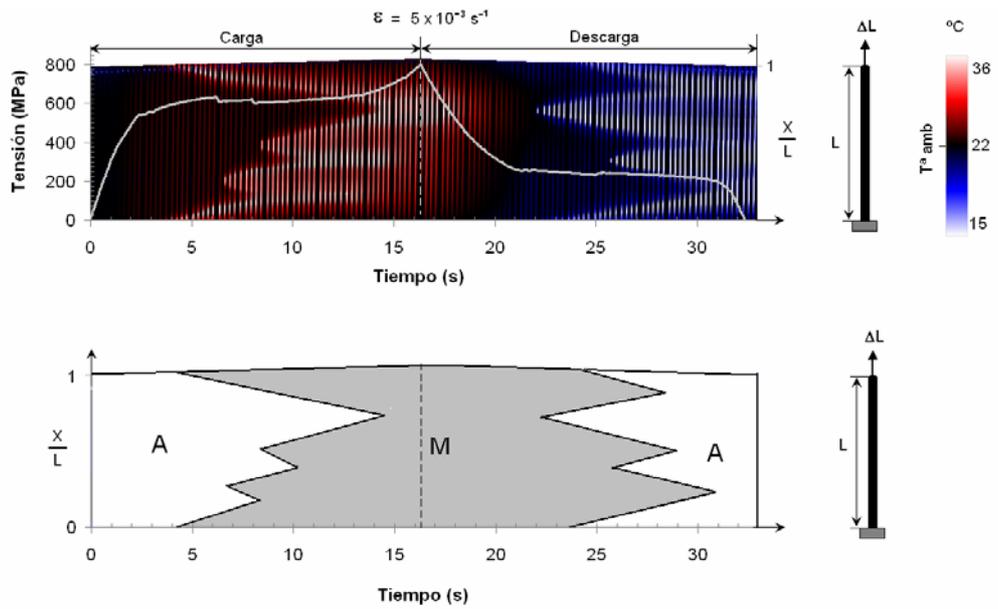


Figura 3.42: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

A medida que aumenta la velocidad de deformación, el tiempo en el que el calor de la transformación puede ser evacuado al ambiente es cada vez más reducido. Este hecho potencia el efecto de auto-calentamiento y la temperatura al comienzo de la transformación reversa puede ser incluso mayor que la temperatura inicial de la probeta, figura 3.43. En este caso, la velocidad es tan alta que la aparición de nuevas nucleaciones no reduce suficientemente la velocidad de los frentes, por lo que su número continúa multiplicándose.

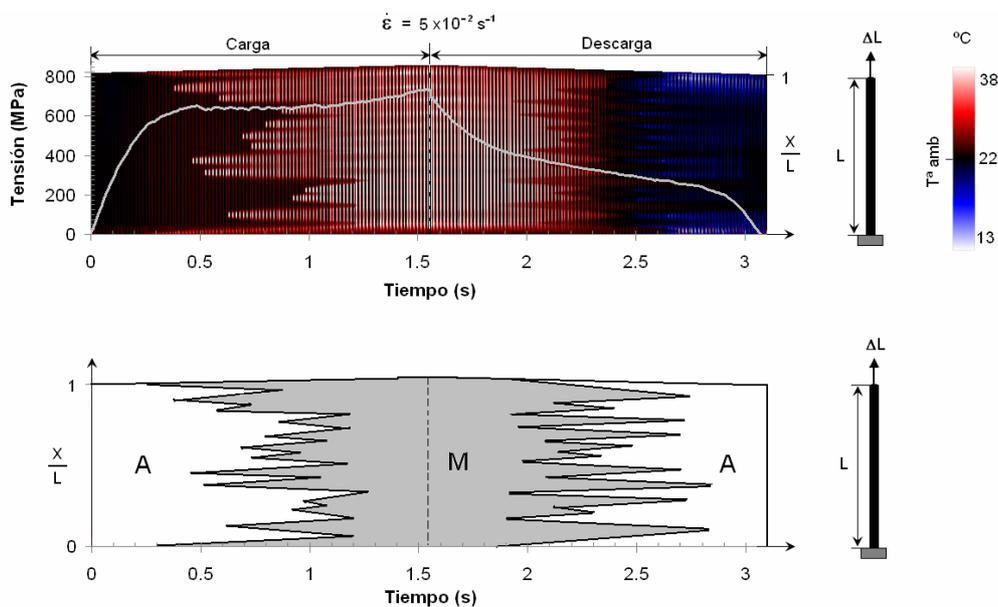


Figura 3.43: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

A cierta velocidad de deformación,  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , el proceso de auto-calentamiento es suficientemente significativo como para que la temperatura durante toda la transformación reversa sea mayor que la ambiental y el número de frentes continúe multiplicándose. Sin embargo, se observa que las nuevas nucleaciones tienden a aparecer cerca de los frentes activos de forma encadenada, figura 3.44. Cuando la velocidad de deformación aumenta hasta niveles de impacto,  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , la transformación ocurre en unos pocos ms, figura 3.36, por lo que prácticamente la totalidad del calor de la transformación se emplea en aumentar la temperatura de la zona de la probeta transformada, y el proceso de deformación puede considerarse cercano a las condiciones adiabáticas. Al continuar aumentando la velocidad de deformación hasta los  $5 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ , el comportamiento descrito no varía, figura 3.45. En estos casos, sólo se observan sendas nucleaciones en ambos extremos de la probeta y dos frentes que recorren ésta hasta completar la transformación.

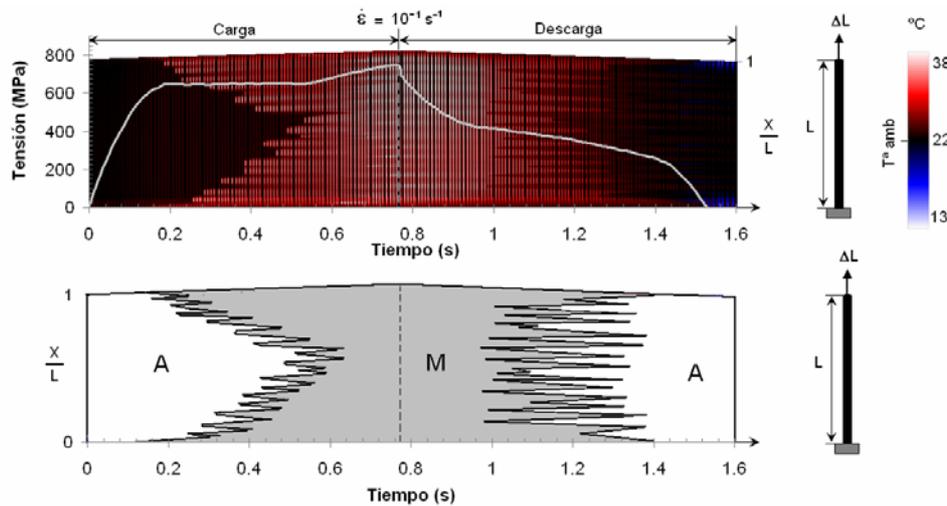


Figura 3.44: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

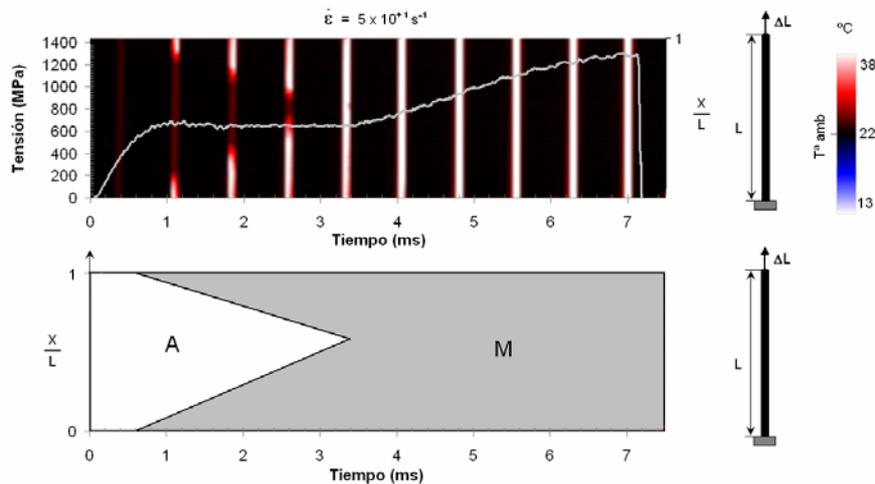


Figura 3.45: a) Evolución simultánea de los frentes de transformación y la tensión a largo del tiempo para una velocidad de deformación de  $5 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ , b) diagrama esquemático de las fases A (austenita)-M (martensita).

Esto contradice la tendencia observada de los frentes de transformación a multiplicarse al aumentar la velocidad de deformación. Esta contradicción podría ser debida a que a impacto, realmente sí que existen múltiples frentes de transformación pero que se forman tan cerca del frente activo que son observados como uno único, como se evidencia en la evolución entre las figuras 3.44 y 3.45. Para verificar experimentalmente esta afirmación se necesitarían equipos con una frecuencia de adquisición mayor que los aquí empleados, lo cuál queda lejos de la actual tecnología. Sin embargo podría explicarse de la siguiente manera. Cuanto menor es la velocidad de deformación, mayor es el tiempo para que el calor de la transformación sea conducido a lo largo de la probeta, por lo que las zonas “frías” donde se forman las nuevas nucleaciones quedan lejos de los frentes activos. Al aumentar la velocidad de deformación, el tiempo en el que se produce la deformación es tan reducido que la conducción de calor se limita únicamente a la zona más próxima al frente de transformación, dejando por lo tanto cerca del frente activo la zona “fría”, donde se producirían las múltiples nuevas nucleaciones, figura 3.46. La mayor tensión observada durante las transformaciones a altas velocidades podría deberse a que la tensión de propagación de la zona “caliente” es similar a la de nucleación de la zona “fría”. Sin embargo, también podría indicar que los frentes de transformación deberían encontrarse en la zona “caliente” siendo similares las tensiones de nucleación y propagación en esas condiciones, por lo que este aspecto debe ser estudiado con mayor profundidad a partir, por ejemplo, de mediciones simultáneas de campos de temperatura y campos de deformación que ubicarían los frentes con mayor precisión.

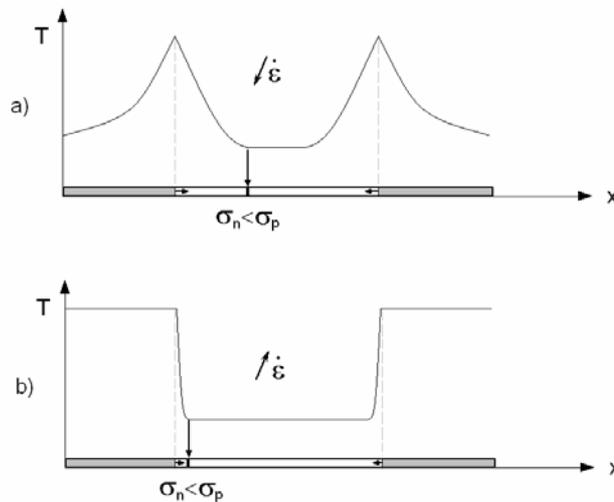


Figura 3.46: Ubicación de una nueva nucleación en función de la velocidad de deformación, a) a bajas velocidades, b) a altas velocidades.

## 3.5 Comportamiento a impacto-fatiga

### 3.5.1 Introducción

A partir de los ensayos realizados en la presente tesis se deduce que las AMF de NiTi son unos materiales muy prometedores de cara a ser utilizados en aplicaciones de impacto, ya que se ha demostrado que incluso a altas velocidades, estas aleaciones son capaces de disipar una gran cantidad de energía. Sin embargo, en muchas de estas aplicaciones se exige trabajar a estas aleaciones bajo condiciones de fatiga, como puede ser el caso de materiales sujetos a múltiples impactos, cargas sísmicas, etc., que reduzcan su vida útil o modifiquen las propiedades en función del número de ciclos al que sean sometidos. Además, las AMF son a menudo “entrenadas” antes de su uso para obtener un comportamiento más estable y conocido. Este entrenamiento consiste en deformar repetidamente el material hasta que se alcanza el comportamiento deseado [Miyazaki et al., 1986]. Por todo ello, y con el fin de desarrollar el conocimiento necesario para poder utilizar las AMF en aplicaciones de impacto, se hace necesario un mayor conocimiento del comportamiento mecánico de éstas cuando son sometidas a condiciones de fatiga a altas velocidades.

En la bibliografía revisada, existen diversos trabajos que tratan acerca del comportamiento a fatiga del NiTi para diferentes condiciones. Algunos de estos trabajos estudian la respuesta cíclica del NiTi para la transformación entre la fase martensítica B19' demaada y sin demaclar [Huang y Lim, 2003], pero la mayoría de ellos tratan la respuesta cíclica de la transformación inducida por tensión entre la fase martensítica B2 y austenítica B19' [Tanaka et al., 1996; Naito et al., 2001; Gong et al., 2002; Desroches et al., 2004; Malecot et al., 2006; Yawny et al., 2008]. Estos trabajos se centran en la utilización de probetas en forma de hilo, de diámetros entre los 0,7 y los 2 mm, ya que este tipo de probetas muestran una mayor resistencia específica y capacidad de disipar energía que las de mayor diámetro [Yawny et al., 2008]; y llegan a estudiar por lo general el comportamiento en los 100 primeros ciclos, que es por lo general suficiente para obtener un comportamiento estable del material [Gong et al., 2002], aunque algunos llegan hasta los 1000 ciclos [Naito et al., 2001].

En cuanto a la velocidad de deformación a la que se produce la fatiga, la mayoría del trabajo de investigación llevado a cabo hasta ahora se ha centrado en la configuración de tracción para el rango de bajas velocidades, esto es entre los  $10^{-4}$  y los  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , siendo superada esta velocidad por muy pocos trabajos [Wolons et al., 1998; Dolce y Cardone, 2001; Desroches et al., 2004], y limitándose como máximo a los  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Se han alcanzado mayores velocidades, del orden de los  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , mediante el ensayo de barra *Hopkinson*, pero únicamente en la configuración de compresión [Miller et al., 2000a; Nemat-Nasser y Guo, 2006]. Por lo tanto, se observa que existe una carencia en cuanto al conocimiento del comportamiento mecánico a fatiga del NiTi, a velocidades de deformación de impacto,  $10^{-1} - 10^2 \text{ s}^{-1}$ , especialmente en la configuración de tracción.

Los efectos de la fatiga a bajas velocidades de deformación sobre el comportamiento mecánico del NiTi son bien conocidos, y se observan principalmente en que las tensiones de transformación disminuyen, la directa en mayor medida que la reversa, y que aumenta la deformación plástica residual a medida que el número de ciclos de deformación aumenta [Miyazaki et al., 1986; Miyazaki,

1990; Lin et al., 1994]. Como consecuencia de ello, la histéresis de la transformación disminuye disipando una menor cantidad de energía en cada ciclo adicional de deformación. Estos efectos son más evidentes para los primeros ciclos de deformación, y la respuesta mecánica tiende a la estabilización a partir de cierto número de ciclos, por lo general entre los 20 y 50 ciclos. Esta degradación de propiedades se produce como consecuencia de la creación de campos de tensión locales y de la estabilización de cierto porcentaje de martensita debido al aumento de la densidad de dislocaciones que se produce alrededor de los defectos durante el movimiento repetitivo de la intercara entre las fases austenítica y martensítica [Miyazaki et al., 1986; Miyazaki, 1990].

De la bibliografía revisada se desprende que existe un amplio conocimiento del comportamiento a fatiga de las aleaciones de NiTi cuando éstas son deformadas a velocidades cuasi-estáticas; sin embargo, no existe información del efecto de la deformación cíclica cuando la naturaleza del proceso de deformación se acerca a las condiciones adiabáticas. Es por ello que sería de interés el estudio del proceso de deformación cíclica a impacto de la transformación B2-B19', con el fin de mejorar y optimizar el diseño de aplicaciones en los que este efecto se produzca. Por lo tanto, el objetivo del presente capítulo es estudiar el comportamiento a fatiga de las aleaciones de NiTi a impacto y compararlo con la respuesta obtenida a bajas velocidades, en términos de evolución de tensiones de transformación y energía disipada en función del número de ciclos.

Para ello, se han realizado tres baterías de ensayos diferentes. En cada una de ellas se ha deformado un hilo de la aleación de NiTi seleccionada de 0,5 mm de diámetro hasta los 100 ciclos de deformación de carga y descarga, para tres deformaciones máximas diferentes, 4%, 6% y 9%. Este esquema ha sido repetido para dos velocidades de formación diferentes; una a impacto, en el orden de los  $10 \text{ s}^{-1}$ , y otra a baja velocidad de deformación, pero en el límite superior de lo estudiado hasta ahora en la bibliografía, esto es en el límite de la capacidad que ofrecen las técnicas de caracterización convencionales,  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . De esta manera es posible estudiar la evolución del comportamiento a fatiga del NiTi dos órdenes de magnitud en términos de velocidad por encima del comportamiento conocido hasta el momento.

Los ensayos de impacto y las correspondientes curvas tensión-deformación han sido obtenidas mediante la técnica modificada de impacto-tracción instrumentado descrito en el capítulo 3.1, sobre probetas de 80 mm de longitud entre mordazas, utilizando una masa impactora de 1,098 kg y tres velocidades de impacto diferentes (0,77 m/s, 1,01 m/s y 1,21 m/s) necesarias para alcanzar las diferentes deformaciones detalladas anteriormente. Para los ensayos de baja velocidad se ha utilizado probetas de 50 mm de longitud entre mordazas, y han sido llevados a cabo en una máquina de ensayos universales ZWIK Z100 mediante el control de la velocidad de desplazamiento del cabezal (5 mm/s). Todos los ensayos han sido realizados a temperatura ambiente. Además, y con el fin de estudiar los mecanismos de deformación que intervienen durante la fatiga a impacto, se han realizado medidas de difracción sobre 3 tipos de probetas. La primera, una probeta de control sin deformar para que sirva de referencia; otra tras 100 ciclos de deformación hasta el 10% a una velocidad de deformación de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ; y una tercera tras 50 ciclos de deformación hasta el 11% a una velocidad de impacto de  $10 \text{ s}^{-1}$ , [Zurbitu et al., 2009e].

### 3.5.2 Deformación cíclica a impacto

Las tres baterías de ensayos correspondientes a las tres deformaciones máximas quedan resumidas en las figuras 3.47, 3.48 y 3.49. Los ciclos hasta el 4% de deformación, figura 3.47, corresponden a la mitad de la transformación martensítica inducida por tensión; los correspondientes al 6%, figura 3.48, representan la transformación completa; mientras que los de la figura 3.49, que llegan hasta el 9% de deformación, incluyen la deformación elasto-plástica de la fase martensítica.

En estas figuras se puede observar que durante el primer ciclo de deformación, el comportamiento durante la carga es similar tanto a velocidades de impacto,  $10 \text{ s}^{-1}$ , como a velocidades dos órdenes de magnitud inferior sea cual sea la máxima deformación del ciclo; sin embargo, la respuesta difiere durante la descarga siendo mayor la tensión para el caso de impacto. En el capítulo 3.2, se ha observado que este comportamiento es debido a la diferente evolución de la temperatura en la probeta durante la descarga. Sin embargo, a medida que aumenta el número de ciclos, las tensiones de transformación durante la carga varían, y evolucionan de manera diferente según sea la velocidad a la que son deformados. Para estudiar con más detalle la evolución de las tensiones de transformación a medida que aumenta el número de ciclos, éstas han sido medidas para el 3% de deformación durante la carga (*UPS*) y el 2,5% durante la descarga (*LPS*) [ASTM F2516-06], y los resultados discutidos en el siguiente apartado. Por otra parte, se observa que para los ensayos con deformación elasto-plástica de la figura 3.49, se hace evidente un aumento de la deformación permanente tras la descarga en los ensayos de impacto. Este hecho es achacable a un aumento de la densidad de dislocaciones que inhiben parte de la transformación reversa y que se originan porque las tensiones alcanzadas durante la deformación plástica de la fase martensítica son mayores en los ensayos de impacto.

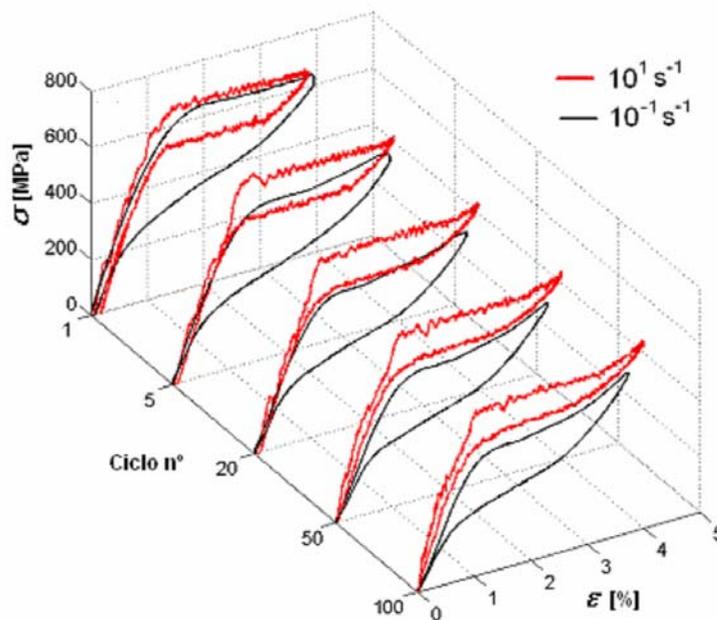


Figura 3.47: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 4% en deformación.

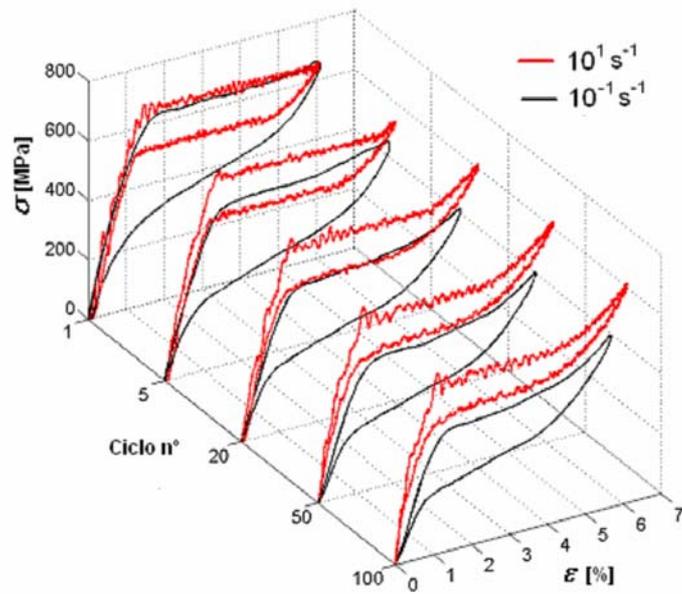


Figura 3.48: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 6% en deformación.

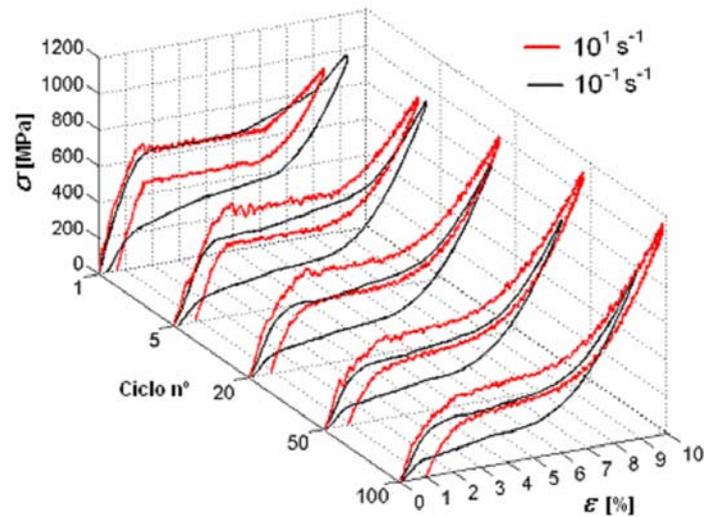


Figura 3.49: Comportamiento a impacto-fatiga del NiTi para ciclos de carga y descarga hasta el 9% en deformación.

### 3.5.3 Efecto de la fatiga a impacto sobre las tensiones de transformación

Las tensiones de transformación disminuyen al aumentar el número de ciclos de deformación, figura 3.50, tal y como se describe en la literatura para velocidades de deformación cuasi-estáticas,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [Tanaka et al., 1996; Tobushi et al., 1998; Eggeler et al., 2004]. Además, esta disminución es más acusada a medida que aumenta la deformación máxima de los ciclos previos. Sin embargo, se

puede observar que esta degradación se mitiga en cierto grado cuando la velocidad de deformación aumenta hasta los niveles de impacto. A altas velocidades, la degradación de la tensión sólo es significativa para deformaciones máximas elevadas, como por ejemplo cuando se produce la deformación elasto-plástica de la fase martensítica. Este comportamiento indica que los mecanismos de degradación no sólo dependen de la deformación máxima de los ciclos previos, sino que además también está influida por la velocidad de deformación. Por otra parte, en impacto, la disminución de la tensión de transformación tras 100 ciclos es solamente un poco mayor para la transformación directa que para la reversa, figura 3.50, mientras que los resultados obtenidos en la bibliografía para velocidades de deformación en el rango  $10^{-4} - 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , muestran una disminución mucho más evidente de la transformación directa [Tanaka et al., 1996].

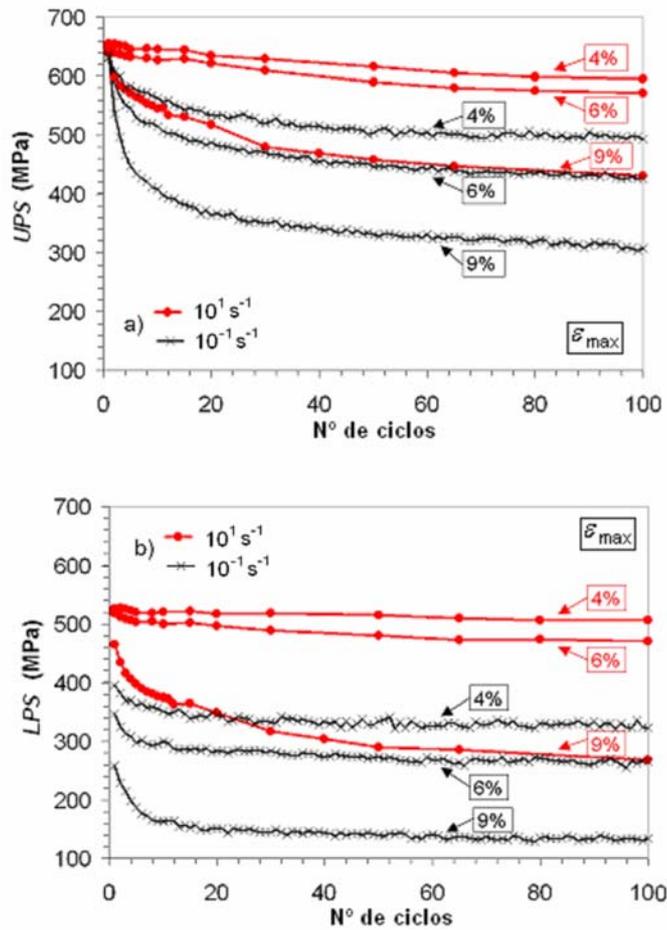


Figura 3.50: Efecto de la deformación cíclica sobre las tensiones de transformación, para diferentes velocidades y máximas amplitudes de ciclo, a) durante la transformación directa, b) durante la reversa.

El mecanismo de degradación de las tensiones de transformación cuando el proceso de deformación es isoterma, baja velocidad de deformación  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , se relaciona con la estabilización de cierta cantidad de martensita que hace disminuir la tensión necesaria para las sucesivas transformaciones [Miyazaki et al., 1986; Miyazaki, 1990]. El aumento de la densidad de dislocaciones durante el movimiento cíclico de la intercara austenita-martensita, crea campos de tensiones que permiten la estabilización de parte de la fase martensítica.

Sin embargo, en el presente trabajo se observa que, a pesar de que la degradación de las tensiones a impacto es menor, los pequeños picos de martensita estabilizada principalmente observables alrededor de los planos (110)<sub>B2</sub> en el patrón de difracción de la figura 3.51, muestran un mayor grado de estabilización de martensita para el caso de impacto que para el caso de deformación a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Además, se observa que el mayor grado de estabilización de martensita ocurre en las probetas en las que el ciclo de deformación ha sido mayor, incluso aunque éstas hayan sido deformadas un menor número de ciclos. La mayor amplitud del ciclo origina mayores tensiones máximas que dan lugar a una mayor deformación plástica y, por lo tanto, un aumento de la deformación permanente tras el ensayo, como se puede observar en los ensayos de impacto de la figura 3.49. Esto es indicativo de que la estabilización de martensita no está tan directamente ligada con la degradación de las tensiones de transformación, sino que más bien con la aparición de deformaciones permanentes tras los ensayos; y se origina cuando las tensiones son suficientemente altas como para propiciar un alto grado de deformación plástica de la fase martensítica.

Los campos de tensiones originados durante la deformación sí que se pueden relacionar de forma más directa con la disminución de la tensión de transformación al aumentar el número de ciclos. Estos campos de tensiones pueden asistir el crecimiento de ciertas variantes de martensita a lo largo de direcciones favorables a la tensión externa disminuyendo así las tensiones necesarias para las posteriores transformaciones. Este hecho es observable en el patrón de difracción de la figura 3.51, que muestra un ancho mayor del pico principal (110)<sub>B2</sub> para la probeta ciclada a  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  que para la de impacto. Esto puede estar asociado a la existencia de mayores campos de tensiones internas para el caso de la probeta deformada a baja velocidad, que pueden hacer disminuir en mayor medida las tensiones de transformación a pesar de que sea menor la cantidad de martensita estabilizada.

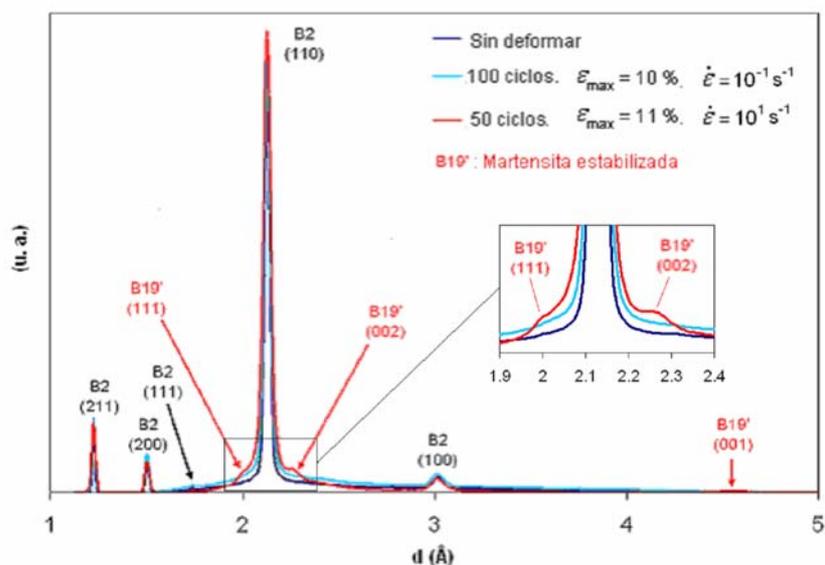


Figura 3.51: Patrón de difracción del NiTi antes y después de la inducción de daño por fatiga para diferentes velocidades de deformación.

La principal reducción de las tensiones de transformación ocurre para los 20 primeros ciclos, mientras que el comportamiento se estabiliza a partir del ciclo 50. Se observa por lo tanto una saturación en cuanto a la degradación por ciclado, en la que tras cada ciclo se hace más complicado el incremento de la densidad de dislocaciones dando lugar a un comportamiento estable. La tensión final que se alcanza al estabilizarse el comportamiento depende de la amplitud del ciclo y de la velocidad de deformación, figura 3.50. Estas consideraciones adquieren una gran importancia cuando el material debe ser entrenado para obtener un comportamiento estable antes de su puesta en servicio o de cara al diseño de aplicaciones de impacto.

### 3.5.4 Efecto de la fatiga a impacto sobre la energía disipada

La energía disipada en cada ciclo de deformación se reduce al aumentar el número de ciclos sea cual sea la velocidad de deformación, pero esta reducción es menor para el caso de impacto, figura 3.52. Esto es debido a que a bajas velocidades, la rapidez con que disminuyen las tensiones directas es mayor que las reversas, mientras que en impacto no lo es tanto, figura 3.50. En cualquier caso, la energía disipada se estabiliza a partir del ciclo 50 de deformación, mientras que la principal degradación ocurre en los primeros 20 ciclos, de forma similar que las tensiones de transformación.

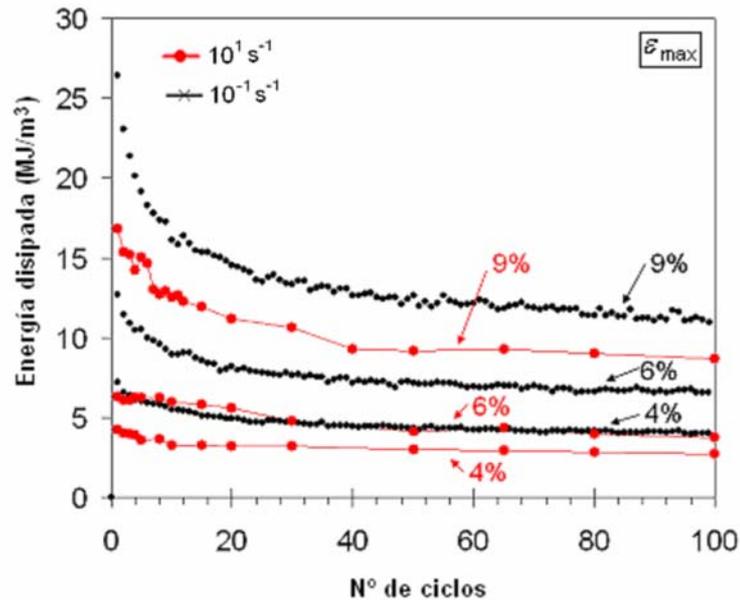


Figura 3.52: Efecto de la deformación cíclica sobre la energía disipada en un ciclo de carga y descarga para diferentes velocidades y máximas amplitudes de ciclo.



## 3.6 Modelo de material

### 3.6.1 Introducción

El estudio del comportamiento termomecánico del NiTi, adquiere su mayor importancia cuando este conocimiento es utilizado como herramienta de diseño para el desarrollo y mejora de cualquier aplicación en la que estos materiales estén presentes. Hoy en día, la utilización de herramientas informáticas se muestra como una pieza clave en cuanto a la explotación de los conocimientos adquiridos experimentalmente debido a su eficiencia en términos de coste y tiempo. Por ello, es necesario el desarrollo de modelos que relacionen las características de los materiales con la respuesta de los mismos para su implementación en herramientas de análisis explícitas y, cuando se habla de aplicaciones ante impacto, adquiere especial relevancia la implementación en esos modelos del efecto de la velocidad de deformación.

Existe una notable cantidad de trabajos en la bibliografía que abordan el tema de la modelización del comportamiento termomecánico de las AMF. En el reciente trabajo de [Lagoudas, 2008] se ofrece una interesante recopilación de los más importantes. El interés ingenieril centra su atención en los modelos fenomenológicos que describen el comportamiento macromecánico del material. Estos modelos relacionan mediante ecuaciones constitutivas variables termodinámicas y/o mecánicas de un sistema físico, como pueden ser la tensión, deformación, temperatura, etc., de tal forma que a partir de parámetros cuantificables experimentalmente y una serie de condiciones iniciales o de contorno, sea posible la observación de la evolución de dichas variables. La formulación original de este tipo de modelos fenomenológicos basada en la energía libre de Helmholtz, parte del trabajo de [Tanaka, 1986]. Liang y Rogers formularon un modelo basado en la ecuación constitutiva desarrollada por Tanaka pero proponiendo una ley cosenoidal de la evolución de la martensita [Liang y Rogers, 1990], frente a la exponencial del modelo de Tanaka. Más tarde, Brinson introdujo una nueva variable que permitía la diferenciación entre martensita inducida por temperatura e inducida por tensión [Brinson, 1993]. Posteriormente [Auricchio y Sacco, 1997] describieron la superelasticidad en condiciones isotérmicas utilizando un modelo basado en la plasticidad. Para ello utilizaron el diagrama de fases tensión-temperatura. A partir de estos modelos y otros similares se han desarrollado multitud de trabajos que capturan diversos aspectos del comportamiento de las AMF. Sin embargo, el complejo comportamiento de estas aleaciones dificulta en gran medida la implementación del efecto de la velocidad de deformación, pieza clave para el diseño y desarrollo de aplicaciones de impacto. La dificultad radica principalmente en la expresión, mediante ecuaciones constitutivas, de la interacción entre la temperatura, velocidad de deformación y tensión. La transformación martensítica es una transformación de primer orden con un carácter exotérmico durante la transformación directa y endotérmico durante la reversa. Este hecho unido a la extremada sensibilidad de la respuesta en tensión de estas aleaciones con la temperatura, provoca que la variación de la velocidad de deformación afecte de manera inequívoca a la respuesta mecánica del material, ya que cualquier estado fuera de las condiciones de deformación isotérmicas modifica la temperatura y, por lo tanto la tensión. El problema radica en que la cantidad de calor que permanece en el material, no sólo depende de la velocidad de deformación, sino que también está

también influido por factores ajenos al comportamiento del material como pueden ser factores geométricos o ambientales. Algunos trabajos han optado por la introducción de ecuaciones adicionales de balance energético para relacionar la velocidad de deformación con la variación de la temperatura y así poder obtener la respuesta del material [Ivshin y Pence, 1994; Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006]. El problema estriba en conocer qué porcentaje del calor de la transformación se emplea realmente en calentar el material. En general estos trabajos resuelven este inconveniente teniendo en cuenta el intercambio de calor con el medio debido a la convección. Sin embargo, el coeficiente de convección es extremadamente variable y difícil de medir con exactitud, y generalmente se considera dentro de un amplio rango incluso para las mismas condiciones ambientales. Debido a esto, el problema acaba reduciéndose en la práctica al ajuste de un valor de coeficiente de convección tal que la respuesta del modelo se acerque lo más posible a los valores experimentales, sin que el modelo plasme de forma fenomenológica el comportamiento real.

Por otra parte, no se ha observado en la bibliografía consultada, ningún modelo que tenga en cuenta de forma global los suficientes aspectos del comportamiento de las AMF como para reproducir de forma fiable el comportamiento histerético de la propiedad superelástica de estas aleaciones hasta velocidades de deformación de impacto. Algunos modelos sólo son capaces de captar la sensibilidad de la tensión con la temperatura [Auricchio y Sacco, 1997]. Otros implementan el efecto de la velocidad de deformación como se ha comentado anteriormente [Vitiello et al., 2005; Schmidt, 2006], pero los resultados no reproducen con precisión el comportamiento a impacto. De cara a reproducir con mayor precisión la histéresis de la transformación inducida por tensión, algunos modelos modifican la tensión reversa en función de la deformación máxima [Graesser y Cozzarelli, 1991] mientras que otros tienen en cuenta la deformación plástica residual por deformación plástica/estabilización de martensita [Govindjee y Kasper 1999].

A partir de esta problemática, se ha observado la necesidad de obtener un modelo de material, capaz de reproducir con precisión el comportamiento histerético superelástico de las AMF en forma de hilo incorporando el efecto de la velocidad de deformación, y su implementación numérica en un programa comercial de cálculo. En general, las ecuaciones constitutivas se derivan de leyes universales de la física, aunque este término también se utiliza para cualquier relación entre magnitudes físicas específicas de un problema dado. Por ello, los modelos macromecánicos han sido desarrollados bien mediante argumentos clásicos de las leyes de la física, mediante datos experimentales macroscópicos o bien mediante una mezcla de los dos.

#### **3.6.2 Descripción del modelo**

A partir de los datos experimentales obtenidos en los capítulos anteriores, se ha desarrollado un modelo cuatrilíneo de carácter fenomenológico, en el que se diferencian los estados austenítico, martensítico, de transformación y de deformación plástica de la fase martensítica. Éste se basa en el diagrama de fases tensión-temperatura y, además de tener en cuenta el efecto de la temperatura, incorpora el efecto de la velocidad de deformación sobre las tensiones de transformación y el efecto de la deformación máxima sobre las tensiones de transformación reversas, mediante la modificación del diagrama de fases, figura 3.53. Además, se ha tenido en cuenta la variación de módulos

elásticos entre la fase martensítica durante la carga y la descarga debido a los distintos mecanismos de deformación, y el endurecimiento por deformación y la deformación permanente debidos a la plasticidad de la fase martensítica. Para la calibración del modelo son necesarios 17 parámetros cuantificables experimentalmente, y obtenibles a partir del diagrama tensión-temperatura, de ensayos de tracción con transformación completa y hasta la rotura para condiciones de deformación isotérmicas y adiabáticas, tabla 3.2.

Tabla 3.2: Parámetros necesarios para la calibración del modelo.

<b>A partir del diagrama tensión-temperatura [figura 3.53]</b>		
$C_M$	Variación de la tensión con la temperatura (Transformación directa)	5,9 MPa·K <sup>-1</sup>
$C_A$	Variación de la tensión con la temperatura (Transformación reversa)	6,7 MPa·K <sup>-1</sup>
<b>A partir del ensayo de tracción con transformación completa</b>		
<b>Para condiciones de deformación isotérmicas [figura 3.54(a)]</b>		
$\sigma_{iso}^M$	Tensión de transformación directa	540 MPa
$\sigma_{iso}^A$	Tensión de transformación reversa	353 MPa
$E_A$	Módulo de Young de la fase austenítica	63 GPa
$E_{M_{Iso}^{Carga}}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de carga	21,2 GPa
$E_{M_{Descarga}^L}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de descarga	34,5 GPa
$\epsilon_{iso}^L$	Deformación para la transformación completa extrapolada a tensión nula	0,042 mm/mm
<b>A partir del ensayo de tracción hasta la rotura</b>		
<b>Para condiciones de deformación isotérmicas [figura 3.54(b)]</b>		
$\sigma_0^M$	Límite de tensión elástica para la fase martensítica	1138 MPa
$\epsilon_0^M$	Límite de deformación elástica para la fase martensítica	0,1 mm/mm
$n$	Coefficiente de endurecimiento por deformación	0,67
$K$	Coefficiente de resistencia	2,614 GPa
$\sigma_u^M$	Tensión de rotura	0,133 mm/mm
<b>A partir del ensayo de tracción con transformación completa</b>		
<b>Para condiciones de deformación adiabáticas [figura 3.55(a)]</b>		
$\sigma_{ad}^M$	Tensión de transformación directa	647 MPa
$\sigma_{ad}^A$	Tensión de transformación reversa	510 MPa
<b>A partir del ensayo de tracción hasta la rotura</b>		
<b>Para condiciones de deformación adiabáticas [figura 3.55(b)]</b>		
$E_{M_{ad}^{Carga}}$	Módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de carga	15,1 GPa
$\epsilon_{ad}^L$	Deformación para la transformación completa extrapolada a tensión nula	0,021 mm/mm

### 3.6.3 Obtención de parámetros para el modelo

#### A partir del diagrama tensión-temperatura

La variación de las tensiones de transformación con la temperatura queda definida mediante la ecuación de Clausius–Clapeyron, ecuación 3.11, donde  $C_M$  define la evolución de la transformación directa y  $C_A$  la de la transformación reversa.

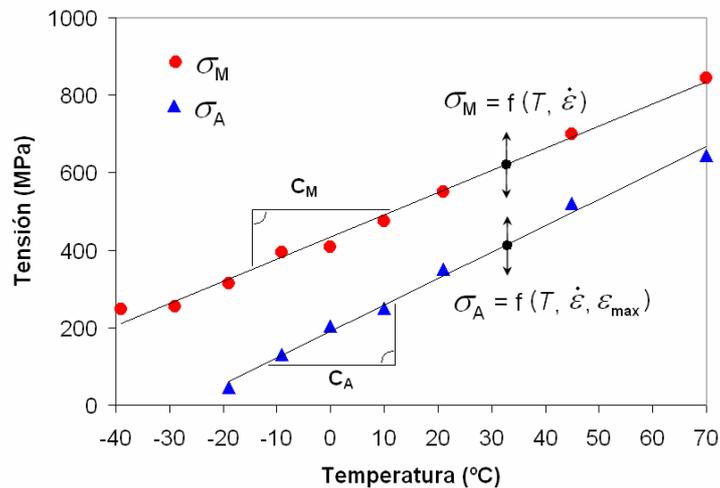


Figura 3.53: Diagrama de fases NiTi.

#### A partir del ensayo de tracción en condiciones de deformación isotérmicas

Al igual que para la obtención del diagrama de fases, obtenido en el apartado 3.2.3, en los ensayos realizados para la obtención de parámetros en condiciones de deformación isotérmicas, la velocidad de deformación debe ser suficientemente baja como para asegurar que no se producen variaciones de temperatura en la probeta. Por lo tanto, para la obtención de estos parámetros se han llevado a cabo diversos ensayos en una máquina de ensayos universales INSTRON 4206 mediante control de la velocidad de desplazamiento a una velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Del ensayo con transformación completa sin deformación permanente, figura 3.54(a), se obtienen por ajuste lineal tanto los valores de módulo elástico de la fase austenítica  $E_A$ , la deformación para la transformación completa extrapolada a tensión cero en condiciones isotérmicas  $\epsilon_{\text{iso}}^L$ , así como los módulos de la fase martensítica durante la carga  $E_{M^{\text{Carga}}}$  y la descarga  $E_{M^{\text{Descarga}}}$ . De este mismo ensayo se obtienen también las tensiones de transformación directa  $\sigma_{\text{iso}}^M$  y reversa  $\sigma_{\text{iso}}^A$  en condiciones isotérmicas, como las correspondientes al 3% en deformación durante la carga para la transformación directa y al 2,5% durante la descarga para la transformación reversa, según la norma [ASTM F2516-06]. Del ensayo de rotura, llevado a cabo en las mismas condiciones que el de transformación completa, figura 3.54(b), se obtiene tanto la tensión a la rotura  $\sigma_u^M$ , como los valores  $K$ ,  $n$ ,  $\sigma_0^M$  y  $\epsilon_0^M$  para el cálculo de la plasticidad de la fase martensítica descrita con la ley de

Ludwik [Hill, 1998]. La temperatura de las condiciones isotérmicas  $T_{iso}$  será tomada como referencia para el cálculo de la variación de la tensión al variar la temperatura ambiental.

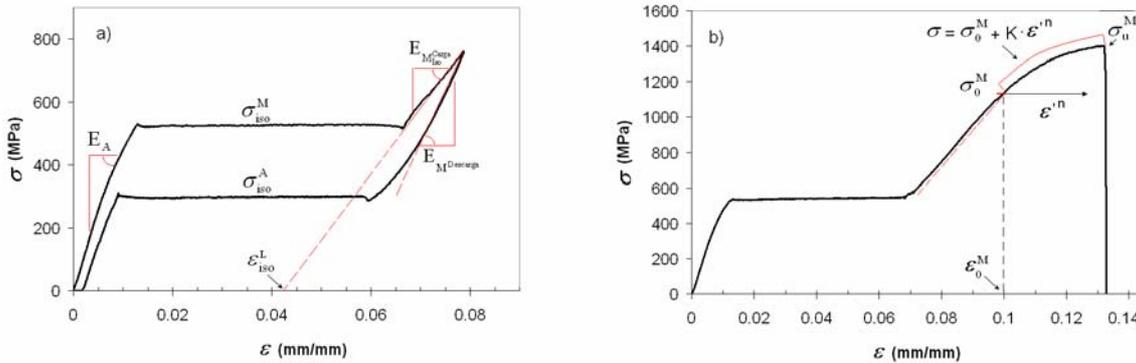


Figura 3.54: Parámetros obtenibles a partir del ensayo de tracción en condiciones de deformación isotérmicas ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

### A partir del ensayo de tracción con transformación completa en condiciones de deformación adiabáticas

En este caso, la velocidad de deformación durante el ensayo debe ser lo suficientemente alta como para asegurar que el proceso de deformación se encuentra cerca de las condiciones adiabáticas. En el capítulo 3.2, se demuestra que esta condición se alcanza a velocidades de impacto a partir de los  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , por lo que para la obtención de estos parámetros se han llevado a cabo diversos ensayos de impacto instrumentado descritos en el capítulo 3.1, a velocidades de deformación de  $10^1 \text{ s}^{-1}$ . A partir del ensayo con transformación completa, figura 3.55(a), se obtienen las tensiones de transformación directa  $\sigma_{ad}^M$  y reversa  $\sigma_{ad}^A$  en condiciones de adiabáticas [ASTM F2516-06], mientras que el módulo de Young de la fase martensítica durante la fase de carga en condiciones adiabáticas  $E_{M_{ad}^{Carga}}$ , y la deformación para la transformación completa extrapolada a tensión cero también en condiciones adiabáticas  $\epsilon_{ad}^L$ , se obtienen mediante ajuste lineal de la zona de deformación elástica de la fase martensítica del ensayo de rotura, figura 3.55(b).

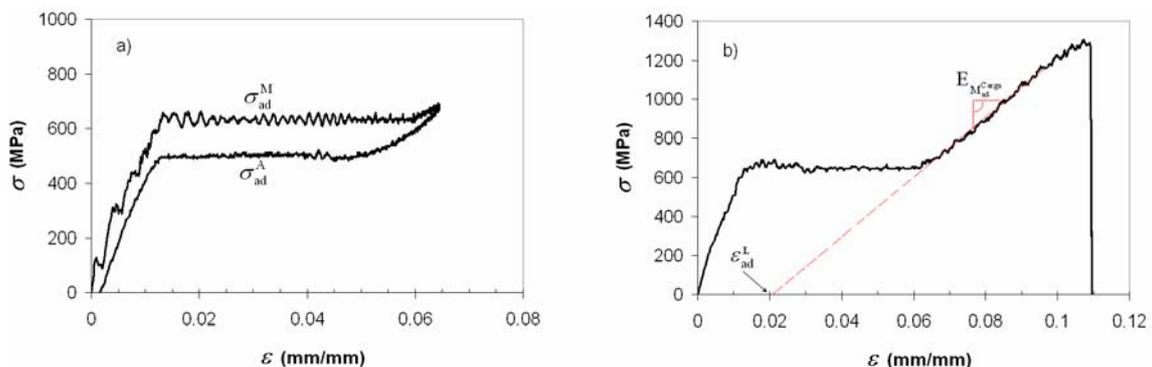


Figura 3.55: Parámetros obtenibles a partir del ensayo de tracción en condiciones de deformación adiabáticas ( $\dot{\epsilon} = 10^1 \text{ s}^{-1}$ ).

### 3.6.4 Fenómenos tenidos en cuenta por el modelo

#### 1.- Efecto de la velocidad de deformación sobre las tensiones de transformación

El efecto de la velocidad de deformación ha sido incorporado de manera desacoplada de la temperatura, mediante el ajuste directo por aproximación experimental de la evolución del diagrama de fases al variar la velocidad de deformación. Para ello se han obtenido diferentes expresiones de la variación de las tensiones de transformación, tanto para la transformación directa inicial ( $\sigma^{M_i}$ ) y final ( $\sigma^{M_f}$ ), como para la reversa inicial ( $\sigma^{A_i}$ ) y final ( $\sigma^{A_f}$ ), en función de la velocidad de deformación. De esta manera se modifica la tensión en función de parámetros obtenibles a partir de ensayos experimentales, tal y como se detalla a continuación, sin tener en cuenta los cambios de temperatura debidos a las variaciones en velocidad.

#### 1a.- Efecto de la velocidad de deformación sobre las tensiones de transformación directas

A partir de los ensayos experimentales desarrollados en el capítulo 3.3, la variación de la tensión de transformación directa ( $\sigma^M$ ) en función de la velocidad de deformación ha sido ajustada según la ecuación 3.16 con el criterio de minimización del error cuadrático medio. En la figura 3.56 se puede observar la comparación entre los datos experimentales y el ajuste obtenido.

$$\Delta\sigma^M f(\dot{\epsilon}) = \frac{2}{\pi} (\sigma_{ad}^M - \sigma_{iso}^M) \cdot \arctg(A \cdot \dot{\epsilon}); \quad A = (\dot{\epsilon}_{ad} \cdot \dot{\epsilon}_{iso})^{-1/2} \quad (3.16)$$

La variación de la tensión debido al efecto de la velocidad de deformación se produce entre el límite isotérmico ( $\dot{\epsilon}_{iso}$ ) y adiabático ( $\dot{\epsilon}_{ad}$ ), con una amplitud máxima correspondiente a la diferencia de tensiones entre ambos casos ( $\sigma_{ad}^M - \sigma_{iso}^M$ ). Estos valores de tensión se definen en ambos casos como las tensiones de transformación directas tomadas para el 3% de deformación, durante un ensayo de tracción a la velocidad de deformación correspondiente en cada caso, es decir, por debajo y encima de los límites isotérmico y adiabático respectivamente. Estos valores dependen principalmente de la composición química y del tratamiento térmico aplicado a la aleación, por lo que deben ser recalculados cuando estas condiciones varíen. En cuanto al parámetro A, éste depende fundamentalmente de la velocidad a la que el calor de la transformación es disipado de la probeta, es decir, de la geometría de la misma y las condiciones ambientales, y se define como el inverso de la media geométrica entre los límites de deformación isotérmico y adiabático. En la presente tesis ha sido calculado para el caso de un hilo de diámetro 0,5 mm en unas condiciones ambientales de convección natural, para la transformación directa inicial  $\Delta\sigma^{M_i}$  y para la final  $\Delta\sigma^{M_f}$ , tabla 3.3. En el caso de que la geometría de la probeta o las condiciones ambientales varíen considerablemente estos parámetros deben ser recalculados. En el apartado 3.6.7, se discute la validez de estos valores cuando el diámetro del hilo varía entre 0,2 y 1,2 mm.

Tabla 3.3: Parámetros para la obtención de la variación de la tensión de transformación directa ( $\sigma^M$ ) en función de la velocidad de deformación.

	A [s]
$\Delta\sigma^{M_i} f(\dot{\epsilon})$	245
$\Delta\sigma^{M_f} f(\dot{\epsilon})$	1916

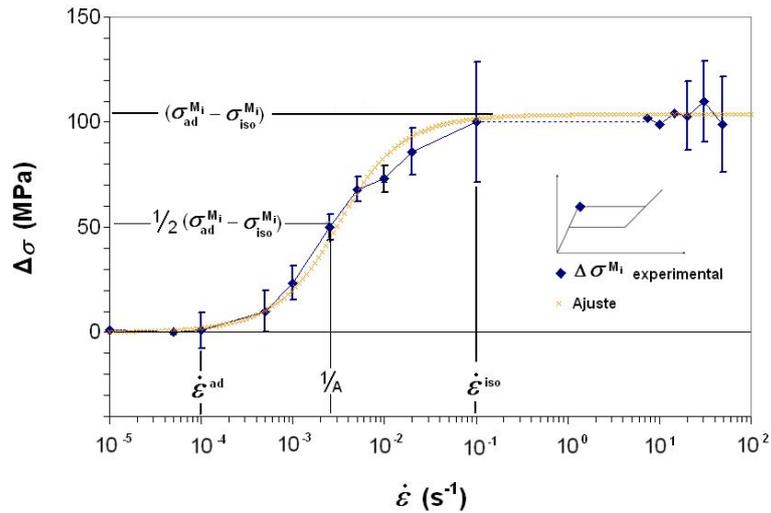


Figura 3.56: Variación de la tensión de transformación directa inicial ( $\sigma^{M_i}$ ) en función de la velocidad de deformación y parámetros de ajuste.

### 1b.- Efecto de la velocidad de deformación sobre las tensiones de transformación reversas

De la misma manera, la variación de la tensión de transformación reversa ( $\sigma^A$ ) en función de la velocidad de deformación ha sido ajustada mediante la ecuación 3.17, también con el criterio de minimización del error cuadrático medio. Igualmente se puede observar la comparación entre los datos experimentales y el ajuste obtenido, figura 3.57.

$$\Delta\sigma^A f(\dot{\epsilon}) = \frac{\sigma_{ad}^A \cdot \dot{\epsilon}^2 + B \cdot \dot{\epsilon} + D \cdot \sigma_{iso}^A}{\dot{\epsilon}^2 + C \cdot \dot{\epsilon} + D} \quad (3.17)$$

En este caso, los valores dependientes de la composición química y del tratamiento térmico aplicado a la aleación son  $\sigma_{iso}^A$  y  $\sigma_{ad}^A$ , y se definen como las tensiones de transformación directas reversas para el 2,5% de deformación, tomadas durante un ensayo de tracción a una velocidad de deformación por debajo del límite isotérmico y por encima del adiabático respectivamente. Los parámetros  $B$ ,  $C$  y  $D$  son los dependientes de la velocidad a la que el calor de transformación es disipado de la probeta, y han sido calculados tanto para la tensión reversa inicial como para la final, tabla 3.4. Si la geometría de la probeta cambia o las condiciones ambientales varían

considerablemente, estos parámetros deberían ser recalculados. Posteriormente, en el apartado 3.6.7, se evalúa y discute la validez de estos valores para diámetro de hilo entre 0,2 y 1,2 mm.

Tabla 3.4: Parámetros para la obtención de la variación de la tensión de transformación reversa ( $\sigma^A$ ) en función de la velocidad de deformación.

	$B$ [MPa s <sup>-1</sup> ]	$C$ [s <sup>-1</sup> ]	$D$ [s <sup>-2</sup> ]
$\Delta\sigma^{A_i} f(\dot{\varepsilon})$	0,88	0,007	$1.90 \times 10^{-5}$
$\Delta\sigma^{A_r} f(\dot{\varepsilon})$	81	0,39	0,0003

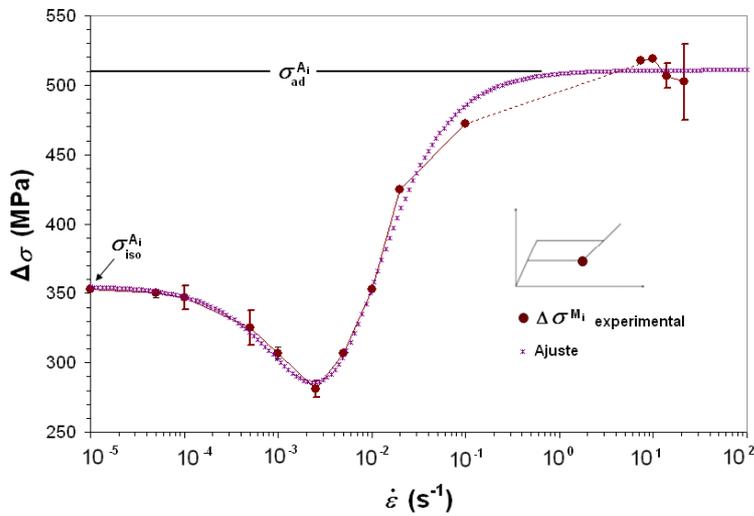


Figura 3.57: Variación de la tensión de transformación directa inicial ( $\sigma^{A_i}$ ) en función de la velocidad de deformación y parámetros de ajuste.

**2.- Efecto de la deformación máxima sobre las tensiones de transformación reversas.**

Como se ha observado en el apartado 3.3.4, las tensiones de transformación reversas disminuyen de forma lineal con el aumento de la deformación máxima del ciclo debido a los campos de tensiones creados durante la deformación plástica de las fase martensítica, que asisten la transformación reversa. Para tener en cuenta este efecto, se ha incorporado un término que modifica la tensión de transformación reversa del diagrama de fases en función de la máxima deformación del ciclo, ecuación 3.18. En la figura 3.58 se puede observar la comparación entre los datos experimentales y el ajuste obtenido de la variación de tensiones debida a la máxima deformación del ciclo.

$$\Delta\sigma^A f(\varepsilon_{\max}) = -3830 \cdot (\varepsilon_{\max} - 0,068); \quad \text{para } \varepsilon_{\max} > 0,068 \quad (3.18)$$

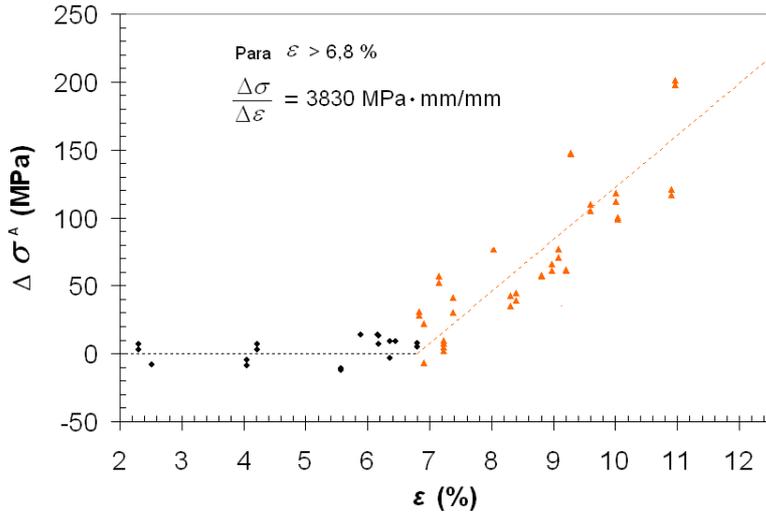


Figura 3.58: Variación de la tensión de transformación reversa ( $\Delta\sigma^M$ ) en función de la deformación máxima del ciclo de carga.

### 3.- Efecto de la deformación máxima sobre la deformación permanente

A medida que aumenta la deformación máxima del ciclo aumenta la deformación plástica y la estabilización de martensita, inhibiendo la transformación reversa. Este hecho provoca la aparición de deformación permanente tras un ciclo de carga y descarga. Se observa que para deformaciones máximas menores a la de transformación completa, <7%, apenas aparece deformación permanente, sin embargo, a partir de ahí la deformación permanente aumenta exponencialmente, figura 3.59. El resultado puede aproximarse a la ecuación 3.19.

$$\varepsilon_p = (5,69 \cdot 10^{-5})^{43,538 \cdot \varepsilon_{\max}} \quad (3.19)$$

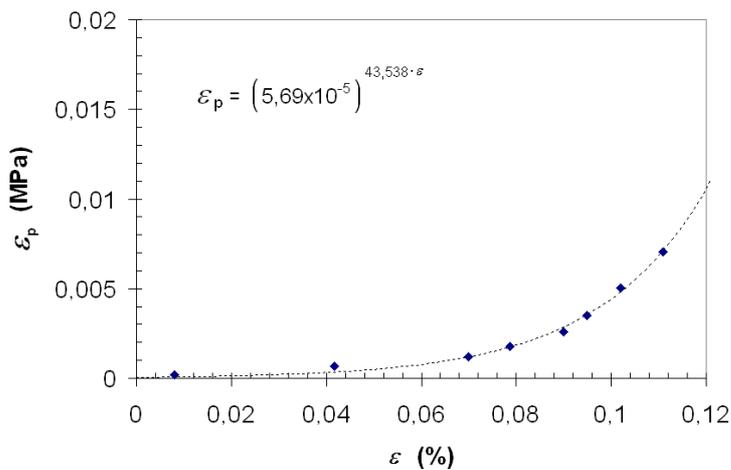


Figura 3.59: Evolución de la deformación permanente ( $\varepsilon_p$ ) en función de la deformación máxima del ciclo.

#### 4.- Diferenciación entre el módulo elástico de la fase martensítica durante el proceso de carga y descarga

Los módulos elásticos de la fase martensítica durante la carga  $E_{M_{Iso}^{Carga}}$  y la descarga  $E_{M^{Descarga}}$  han sido diferenciados ya que, mientras durante el proceso de descarga el único mecanismo de deformación presente se atribuye a la recuperación elástica de la fase martensítica, durante la carga además de los procesos de deformación elástica, aparecen también fenómenos de transformación residual de austenita, tal y como observan [Liu et al., 2002], e incluso pequeñas deformaciones plásticas. Esto da lugar a evidentes diferencias en la respuesta del material entre la carga y la descarga que afectan sensiblemente a la histéresis de la transformación, por lo que se ha optado por la incorporación de este efecto en el modelo.

#### 5.- Efecto de la velocidad de deformación sobre la transformación martensítica residual

Tal y como se ha comentado, la deformación elástica de la fase martensítica va acompañada de una transformación residual de austenita [Liu et al., 2002]. Al aumentar la velocidad de deformación, la cantidad de austenita que necesita un nivel de tensión creciente para transformarse es mayor, lo que modifica la respuesta tensional en la zona de deformación elástica de la fase martensítica, figura 3.60. Esto queda reflejado en dos aspectos, el adelanto del comienzo de la deformación elástica de la fase martensítica y la disminución del módulo aparente de ésta al aumentar la velocidad de deformación.

Para tener en cuenta estos aspectos a la hora de modelizar el comportamiento de las AMF, se ha determinado experimentalmente tanto la evolución del comienzo de la deformación elástica de la fase martensítica, ecuación 3.20, como la de su módulo elástico, ecuación 3.21, ambas en función de la velocidad de deformación. Los parámetros  $F$  y  $G$  han sido determinados experimentalmente siendo 27 s y 15 s respectivamente.

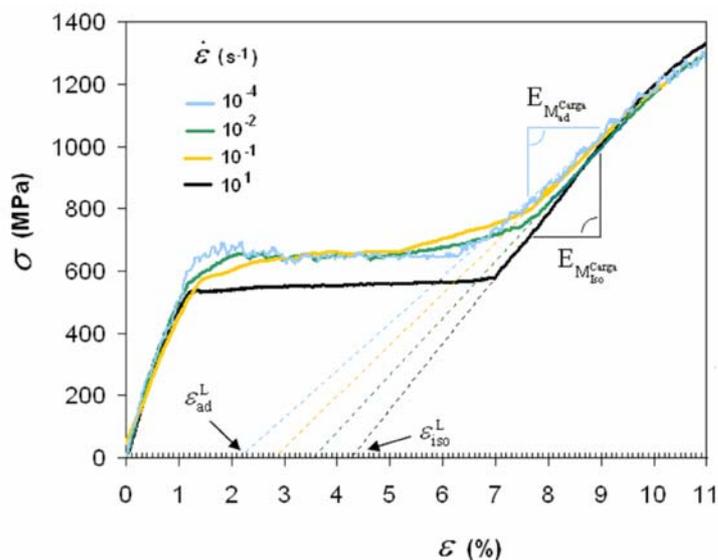


Figura 3.60: Influencia de la velocidad de deformación sobre la deformación de la fase martensítica y parámetros de ajuste.

$$E_{M_{Carga}} f(\dot{\varepsilon}) = E_{M_{iso}^{Carga}} - \frac{2}{\pi} (E_{M_{iso}^{Carga}} - E_{M_{ad}^{Carga}}) \cdot \arctg(F \cdot \dot{\varepsilon}) \quad (3.20)$$

$$\varepsilon^L f(\dot{\varepsilon}) = \varepsilon_{iso}^L - \frac{2}{\pi} (\varepsilon_{iso}^L - \varepsilon_{ad}^L) \cdot \arctg(G \cdot \dot{\varepsilon}) \quad (3.21)$$

## 6.- Plasticidad de la fase martensítica

En el modelo también se ha tenido en cuenta el cálculo de plasticidad de la fase martensítica ya que afecta de manera notable tanto al cálculo de tensiones como al de energía disipada. Para ello se ha empleado la ecuación de Ludwik [Hill, 1998], ecuación 3.22, en la que la deformación queda definida por la ecuación 3.23, siendo la conversión entre las tensiones y deformaciones reales e ingenieriles las mostradas en las ecuaciones 3.24 y 3.25.

$$\text{para } \sigma > \sigma_0^M; \quad \sigma_{real} = \sigma_0^M + K \cdot (\varepsilon'_{real})^n \quad (3.22)$$

$$\varepsilon'_{real} = \varepsilon_{real} - \varepsilon_0^M \quad (3.23)$$

$$\sigma_{real} = \sigma(\varepsilon+1) \quad (3.24)$$

$$\varepsilon_{real} = \ln(\varepsilon+1) \quad (3.25)$$

### 3.6.5 Implementación numérica

La implementación numérica ha sido realizada en un programa comercial de cálculo MATLAB® v 7.0.1. Para ello, a partir de los parámetros definidos anteriormente, otras constantes como diámetro del hilo, longitud inicial y número de hilos, y una serie de variables de entrada, se puede calcular la tensión para cada incremento de deformación. Las variables de entrada serían la temperatura ambiental  $T$ , (donde  $T_{iso}$  es igual a la temperatura ambiental durante los ensayos isotérmicos, en este caso 22 °C), velocidad de deformación  $\dot{\varepsilon}$  y la deformación máxima  $\varepsilon_{max}$ , aunque la implementación numérica se ha llevado a cabo de tal forma que estas dos últimas variables de entrada pueden ser calculadas a partir de la velocidad de impacto y masa de impacto. A partir de estos parámetros y variables se calculan las tensiones y deformaciones de transformación según las ecuaciones 3.26 a 3.31.

$$\sigma^M = \sigma_{iso}^M + \Delta\sigma^M f(\dot{\varepsilon}) + C_M (T - T_{iso}) \quad (3.26)$$

$$\sigma^A = \sigma_{iso}^A + \Delta\sigma^A f(\dot{\varepsilon}) + \Delta\sigma^A f(\varepsilon_{max}) + C_A (T - T_{iso}) \quad (3.27)$$

$$\varepsilon_i^M = \frac{\sigma_i^M}{E_A} \quad (3.28)$$

$$\varepsilon_f^M = \varepsilon^L f(\dot{\varepsilon}) + \frac{\sigma_f^M}{E_{M_{Carga}} f(\dot{\varepsilon})} \quad (3.29)$$

$$\varepsilon_i^A = \varepsilon_{\max} + \frac{(\sigma_{\max} - \sigma_i^A)}{E_{M^{\text{Descarga}}}}; \quad \text{para } \varepsilon_{\max} > \varepsilon^L \quad (3.30)$$

$$\varepsilon_f^A = \frac{\sigma_f^A}{E_A} + \varepsilon_{\text{perm}} \quad (3.31)$$

Y estos valores alimentan un modelo cuatrilíneo en el que se diferencian los estados austenítico, martensítico, de transformación y de deformación plástica de la fase martensítica durante la fase de carga, ecuaciones 3.32 a 3.35, y durante la descarga, ecuaciones 3.36 a 3.39.

$$\text{Si } 0 \leq \sigma \leq \sigma_i^M \quad \sigma = E_A \cdot \varepsilon \quad (3.32)$$

$$\text{Si } \sigma_i^M \leq \sigma \leq \sigma_f^M \quad \sigma = \sigma_i^M + \left( \frac{\sigma_f^M - \sigma_i^M}{\varepsilon_f^M - \varepsilon_i^M} \right) \cdot (\varepsilon - \varepsilon_i^M) \quad (3.33)$$

$$\text{Si } \sigma_f^M \leq \sigma \leq \sigma_0^M \quad \sigma = \sigma_f^M + E_{M^{\text{Carga}}} (\varepsilon - \varepsilon_f^M) \quad (3.34)$$

$$\text{Si } \sigma_0^M \leq \sigma \leq \sigma_u^M \quad \sigma_{\text{real}} = \sigma_0^{\text{real}M} + K \cdot (\varepsilon_{\text{real}} - \varepsilon_0^{\text{real}M})^n \quad (3.35)$$

$$\text{Si } \sigma_i^A \leq \sigma \leq \sigma_u^M \quad \text{Para transformaciones completadas} \quad (3.36)$$

$$\sigma = \sigma_{\max} + E_{M^{\text{Descarga}}} (\varepsilon - \varepsilon_{\max})$$

Para transformaciones incompletas

$$\sigma = \sigma_{\max} + \left[ \frac{E_A (\varepsilon_f^M - \varepsilon_{\max}) + E_{M^{\text{Descarga}}} (\varepsilon_{\max} - \varepsilon_i^M)}{(\varepsilon_f^M - \varepsilon_i^M)} \right] \cdot (\varepsilon - \varepsilon_{\max}) \quad (3.37)$$

$$\text{Si } \sigma_i^A \leq \sigma \leq \sigma_f^A \quad \sigma = \sigma_f^A + \left( \frac{\sigma_f^A - \sigma_i^A}{\varepsilon_f^A - \varepsilon_i^A} \right) \cdot (\varepsilon_f^A - \varepsilon) \quad (3.38)$$

$$\text{Si } 0 \leq \sigma \leq \sigma_i^M \quad \sigma = E_A \cdot (\varepsilon - \varepsilon_p) \quad (3.39)$$

### 3.6.6 Correlaciones teórico-experimentales

Para comprobar la efectividad del modelo propuesto, a continuación se presentan y comentan diferentes comparaciones entre resultados experimentales y simulaciones. En general, se observa una correcta aproximación teórico-experimental al variar la temperatura ambiente del ensayo, figura 3.61. Sin embargo, se observa que el modelo no reproduce la superelasticidad de la transformación austenita-fase R que presentan las aleaciones de NiTi bajo ciertas condiciones. La transformación austenita-fase R, que sólo es termodinámicamente estable por debajo de cierta temperatura, consiste en una distorsión romboédrica de la estructura cúbica que ocurre de manera gradual al deformarse la fase austenítica. Esto da lugar a deformaciones recuperables de hasta el 0,8% [Miyazaki y Otsuka, 1986], tal y como se puede observar en la zona inicial del ensayo a -10 °C de la figura 3.61. Sin embargo, esta transformación no ha sido tenida en cuenta en el modelo ya que,

tanto su deformación recuperable como su histéresis son un orden de magnitud inferior respecto a la transformación de la fase martensítica, y por tanto se han considerado despreciables frente a ésta.

Otro aspecto que no tiene en cuenta el modelo es la variación de la tensión durante los comienzos tanto de la transformación directa como de la reversa. En el caso de la figura 3.61, el pico de inicio de la transformación sólo es visible durante la transformación reversa ya que, durante la directa, la concentración de tensiones que ocurre en las mordazas enmascara el pico de inicio de la transformación directa. En cualquier caso, este efecto no ha sido incluido en el modelo ya que la histéresis adicional que aporta se puede despreciar frente a la histéresis de la transformación martensítica.

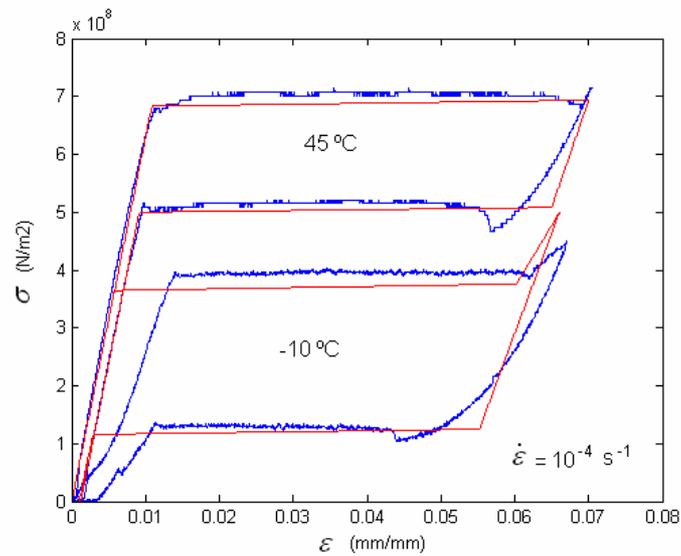


Figura 3.61: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para diferentes temperaturas.

En cuanto al efecto de la velocidad de deformación, el modelo es capaz de predecir la respuesta para un amplio rango de velocidades y amplitudes de ciclo, figura 3.62(a). Igualmente es sensible al efecto de la velocidad de deformación sobre la zona de transformación residual, figura 3.62(b).

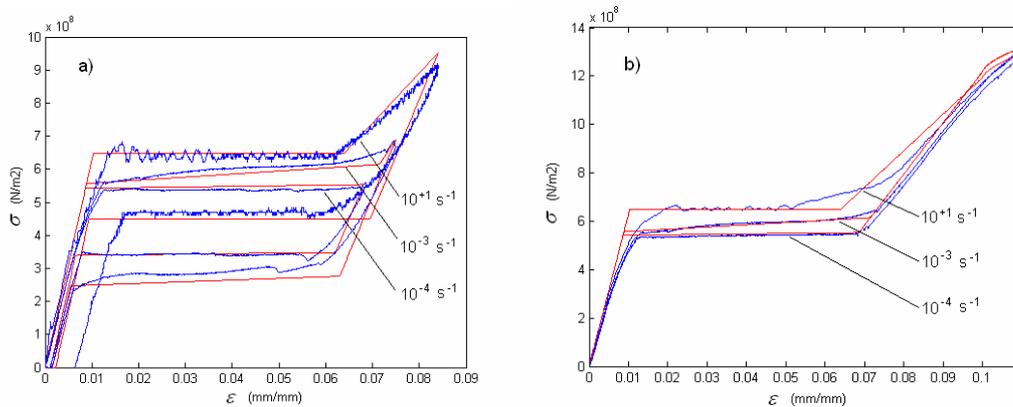


Figura 3.62: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para diferentes velocidades de deformación, a) con transformación reversa, b) hasta la rotura.

El modelo también es capaz de representar ciclos de carga y descarga para diferentes deformaciones máximas tanto a bajas velocidades de deformación, figura 3.63(a), como a impacto, figura 3.63(b); así como las diferencias entre la carga elástica de la fase martensítica y la descarga. En la figura 3.63 se puede observar otra de las desviaciones del modelo, ya que éste supone que la descarga de la fase martensítica es totalmente lineal hasta el comienzo de la transformación reversa, cuando en la realidad la parte final de la descarga ocurre de manera más gradual. Mientras la histéresis asociable a la diferencia de módulos entre la carga y la descarga no puede ser despreciada por su considerable magnitud, el error que se comete al suponer la descarga totalmente lineal sí que se ha considerado despreciable frente a la histéresis total de la transformación.

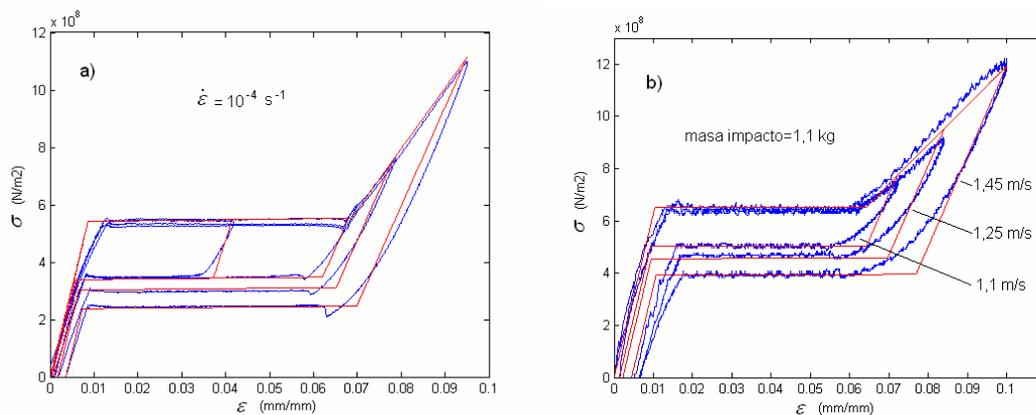


Figura 3.63: Correlación teórico-experimental de la respuesta del NiTi para ciclos con diferentes amplitudes máximas, a) a bajas velocidades, b) a impacto.

### 3.6.7 Validez del modelo para otros diámetros

La precisión en el cálculo de la variación de las tensiones de transformación al variar la velocidad de deformación, ecuaciones 3.16 y 3.17, queda supeditada al correcto cálculo de los parámetros de las tablas 3.3 y 3.4. Estos parámetros gobiernan la evolución de las tensiones de transformación debidas a la variación de temperatura, por lo que adquieren sentido físico ya que dirigen la evolución transitoria del calor de las transformaciones. Es por esto que corresponden a unas geometrías y condiciones ambientales concretas, siendo los valores de las tablas 3.3 y 3.4, los correspondientes al caso de un hilo de diámetro 0,5 mm en unas condiciones ambientales de convección natural. Estos valores deberían ser recalculados cuando estas condiciones varíen en consideración, sin embargo, su cálculo es costoso en términos de necesidad de datos experimentales. Es evidente que la distribución de calor en geometrías complejas variará considerablemente, por lo que la validez del modelo propuesto únicamente puede ser considerado para el caso de hilos o formas similares. Sin embargo, se presenta la incógnita de los límites de validez en cuanto al diámetro del hilo. Por ello en este apartado se discute la validez del modelo para ensayos de impacto sobre hilos de diferentes diámetros, entre 0,2 y 1,2 mm, representativos de las geometrías en forma de hilo que actualmente ofrecen las casas comerciales y de la gran mayoría de estudios en los que se utiliza este tipo de material.

Para diámetros mayores a 0,5 mm, esto es 0,9 y 1,2 mm, se observa una correcta correlación teórico-experimental tanto en el valor de tensiones de transformación como en la respuesta tensión-deformación en general, figura 3.64 y figura 3.65. Esto indica que el intercambio de calor de las transformaciones y la evolución de la temperatura ocurre de forma similar independientemente del diámetro del hilo, y que los parámetros de las tablas 3.3 y 3.4, son validos también para mayores diámetros, al menos hasta los 1,2 mm. Merece la pena destacar que existen ciertas desviaciones entre la respuesta teórica y la real, principalmente observables en la deformación permanente y en la amplitud de la respuesta transitoria durante la transformación directa, achacables a la complejidad del amarre de probetas de este diámetro en ensayos de impacto, y a posibles pequeños deslizamientos ocurridos en los amarres.

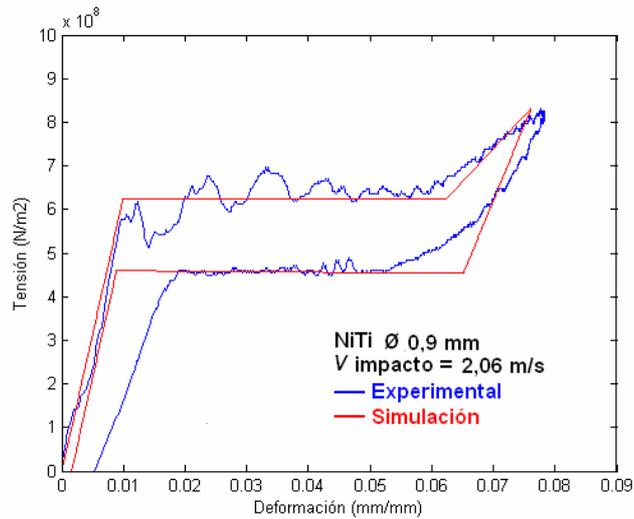


Figura 3.64: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 0,9 mm de diámetro.

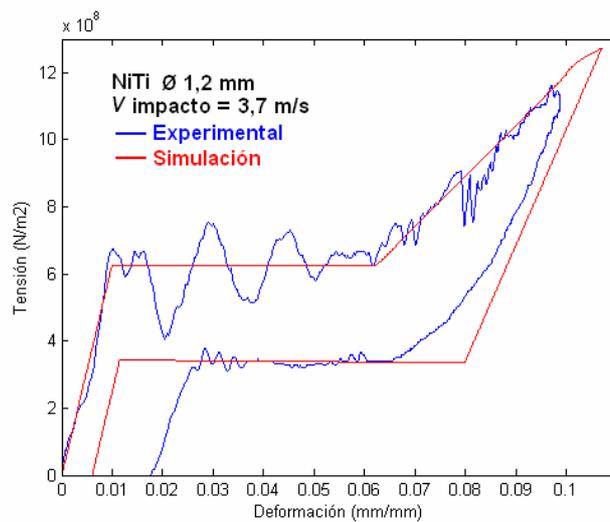


Figura 3.65: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 1,2 mm de diámetro.

Para diámetros menores, en este caso 0,2 mm, el valor teórico se desvía del experimental, figura 3.66(a). Sin embargo, esto no es achacable a que cambie la manera en que el calor de las transformaciones es intercambiado, sino que las tensiones de transformación  $\sigma^M$  y  $\sigma^A$  son menores, figura 3.66(b). Conocida la gran sensibilidad de las tensiones de transformación a pequeñas variaciones en la composición química o al tratamiento térmico, y dado que en este caso la composición es la misma, la variación de tensiones es achacable a que el hilo recibe un tratamiento térmico lo suficientemente diferente como para provocar que las tensiones de transformación sean menores, concretamente 46 MPa. Una vez corregidas a la baja esta cantidad en los cuatro parámetros de tensiones de transformación, estos son  $\sigma_{iso}^M$ ,  $\sigma_{iso}^A$ ,  $\sigma_{ad}^M$  y  $\sigma_{ad}^A$ , la correlación teórico-experimental para el caso de impacto mejora considerablemente, figura 3.66(a). De este hecho se deduce que los parámetros de las tablas 3.3 y 3.4 también son válidos también para diámetros menores, al menos hasta los 0,2 mm. Sin embargo, las temperaturas de transformación son extremadamente sensibles a pequeñas variaciones de la composición o el tratamiento térmico, por lo que cuando estos varían es necesaria la corrección de los parámetros que rigen las tensiones de transformación  $\sigma_{iso}^M$ ,  $\sigma_{iso}^A$ ,  $\sigma_{ad}^M$  y  $\sigma_{ad}^A$ .

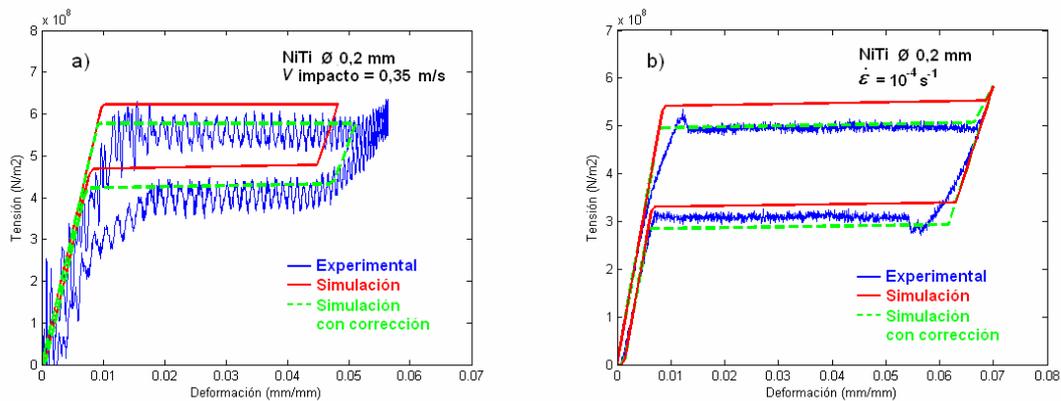


Figura 3.66: Correlación teórico-experimental de la respuesta de un hilo de NiTi de 0,2 mm de diámetro, a) a impacto, b) a bajas velocidades.

### 3.6.8 Campo de aplicación

El conocimiento del potencial de las AMF en cuanto a disipación de energía se refiere, revaloriza la utilización de modelos y herramientas informáticas para la mejora y optimización de recursos en el desarrollo de aplicaciones. Por ejemplo, en la figura 3.67 se puede observar la evolución de la energía que se disiparía en un ciclo de carga y descarga para una deformación máxima determinada, en este caso del 7,75%, en función de la velocidad de deformación. La comparativa con varios casos experimentales indica una buena correlación teórico-experimental, y el resultado teórico permite conocer datos como la velocidad a la que se disiparía la máxima cantidad de energía o cuáles serían las necesidades en el caso de aplicaciones de impacto.

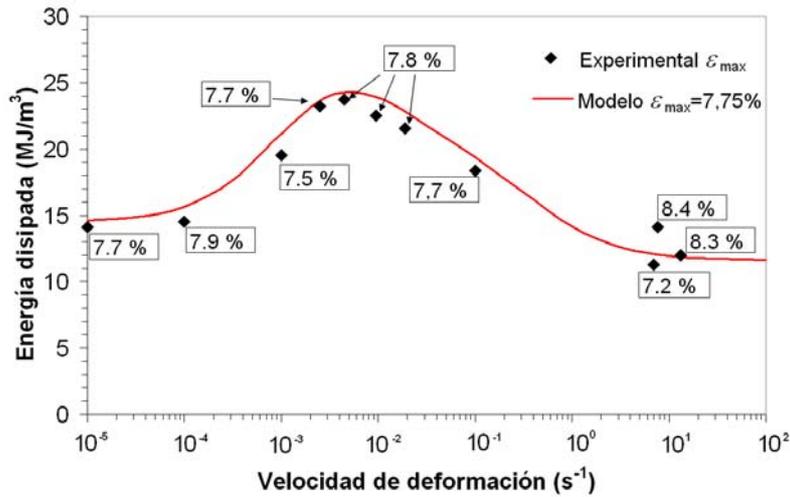


Figura 3.67: Correlación teórico-experimental de la energía disipada en un ciclo de carga y descarga en función de la velocidad de deformación.

El modelo también permitiría simular el comportamiento global de una estructura formada por varios hilos como puede ser el ejemplo de la figura 3.68. Aquí se puede observar la respuesta global que tendrían, en términos energéticos en función de la deformación, una estructura formada por 100 hilos de diámetro 2 mm y longitud 1,5 m que trabaja de forma uniaxial a atracción cuando una masa de 400 kg impacta sobre ella.

La estructura sería capaz de frenar esta masa a una velocidad de impacto de 15 m/s, figura 3.68(b), disipando 22 kJ de los 45 kJ del impacto y devolviendo el resto a la masa impactora. El proceso de frenado se desarrollaría a lo largo de 178,5 mm, lo que permitiría unos valores de desaceleración bajos durante el impacto, mientras que los daños sobre la estructura serían mínimos ya que la deformación permanente final sería tan sólo del 1,012%, tabla 3.5. A mayores velocidades, por ejemplo 16,67 m/s figura 3.68(c), la energía de impacto sería mayor que la que es capaz de almacenar la estructura por lo que ésta superaría el límite de rotura.

Tabla 3.5: Resultado de la simulación de una estructura integrada por 100 hilos de 2 mm de diámetro y 1,5 m de longitud, ante un impacto de una masa de 400 kg.

Velocidad de impacto		Velocidad de deformación	Energía de impacto	Energía disipada	Deformación máxima	Deformación permanente
m/s	km/h	s <sup>-1</sup>	kJ	kJ	mm	%
10	36	6,67	20	4,3	105,5	0,12
15	54	10	45	22,1	178,5	1,012
16,7	60	11,1	55,6	54,1	199,5	Rotura

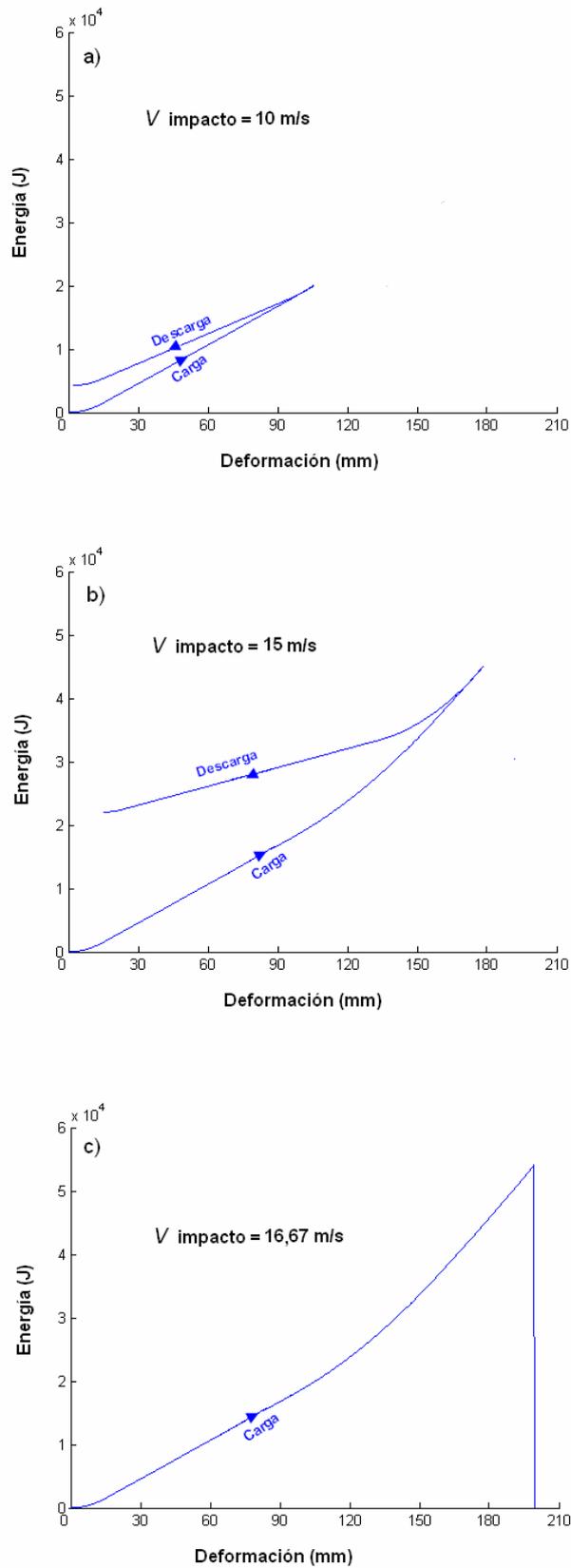


Figura 3.68: Simulación de la evolución energía-deformación de una estructura integrada por 100 hilos de 2 mm de diámetro y 1,5 m de longitud soportando el impacto de una masa de 400 kg a diferentes velocidades, a) 10 m/s, b) 15 m/s, c) 16,67 m/s.

## 3.7 Resistencia de la intercara de unión entre el NiTi y la matriz termoplástica pCBT

### 3.7.1 Introducción

Las excelentes características mecánicas que presentan las AMF de NiTi cuando son sometidas a cargas de impacto hacen de estos materiales unos buenos candidatos para ser utilizados como refuerzos en materiales compuestos con el fin de mejorar el comportamiento del material para impactos de baja energía. En la bibliografía revisada se han encontrado diversos trabajos que tratan este tema [Paine y Rogers, 1994a; Tsoi et al., 2003; Kang et al., 2007]. La mayoría de los materiales compuestos realizados hasta la fecha que utilizan como refuerzo AMF lo hacen sobre una matriz termoendurecible, sin embargo, en la presente investigación se ha utilizado una matriz termoplástica debido a su mayor ductilidad y resistencia, y a su baja viscosidad durante el procesado tal y como se describe en el apartado 2.1.2. Se trata de un oligómero cíclico de tereftalato de butileno (CBT), cuyo procesado se realiza mediante polimerización reactiva a muy baja viscosidad y que tras el procesado se obtiene una matriz de polibutilén tereftalato (pCBT).

Un aspecto muy importante a tener en cuenta a la hora de fabricar un material compuesto, es la adhesión de la intercara entre la matriz y la AMF, que debe ser lo suficientemente resistente como para transmitir los esfuerzos a las fibras. En la bibliografía se han encontrado diversos trabajos sobre ensayos de *pull-out* y modelización de los mismos [Jonnalagadda, 1997; Schrooten et al., 2002; Poon et al., 2005] a bajas velocidades de deformación. Sin embargo, la utilización de este ensayo cuasi-estático no puede considerarse válido para la caracterización de la intercara en nuevos materiales compuestos para aplicaciones de impacto, ya que tanto las propiedades mecánicas de los materiales poliméricos como las de las AMF de NiTi son enormemente dependientes de la velocidad a la que son deformados, tal y como se ha comprobado en la presente tesis. Además, se desconoce el efecto que produce el aumento de temperatura que se produce durante la transformación inducida por tensión a impacto sobre la integridad de la intercara. Por todo ello, es esencial la obtención de las propiedades mecánicas de la intercara entre el NiTi y la matriz termoplástica pCBT no sólo a velocidades cuasi-estáticas si no también cuando la decohesión entre ellas se produce a velocidades de impacto. Además, es necesario tener en cuenta el acabado superficial del refuerzo, ya que éste influye en la resistencia de la intercara refuerzo-matriz [Jonnalagadda, 1997]. Jonnalagadda analizó en este trabajo la adherencia del NiTi sobre distintos materiales y comparó las tensiones de delaminado del NiTi en matrices poliméricas concluyendo que el mejor tratamiento superficial para una mayor adherencia es el *sandblasted*, que consiste en un atomizado de finas partículas de arena sobre el material para aumentar la rugosidad superficial. Otras posibilidades para una buena unión consistirían en la adherencia mediante una capa de óxido [Schrooten et al., 2002], o realizando un decapado de la superficie con ácido [Gabry et al., 2000].

Teniendo en cuenta todas estas consideraciones, y con el fin de evaluar el efecto de la velocidad de deformación sobre la resistencia de la intercara NiTi/pCBT para diferentes acabados, en el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos de resistencia de la intercara tanto a

velocidades de deformación cuasi-estáticas,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , como a impacto,  $10^2 \text{ s}^{-1}$ , para dos acabados superficiales diferentes, *sandblasted*, o decapado mediante chorro de arena, y *pickled*, o decapado con ácido [Zurbitu et al., 2009f]. En los ensayos de baja velocidad, ésta ha sido seleccionada de manera que exista suficiente tiempo para permitir que el calor de la transformación se evacue de la probeta sin influir sobre las tensiones de transformación, 0,0025 mm/s, y han sido llevados a cabo en una máquina de ensayos universales Instron 4206. Para los ensayos de impacto se ha empleado en método de impacto-tracción instrumentado presentado en el capítulo 3.1, y se ha empleado la máxima velocidad que permite la instrumentación, 3700 mm/s. Todos los ensayos han sido realizados a una temperatura de 22 °C.

### 3.7.2 Probetas *Pull-out*

En la figura 3.69 se muestran las dimensiones de las probetas utilizadas y se puede observar una muestra de las mismas. Éstas han sido diseñadas teniendo en cuenta las medidas de los utillajes de amarre de la máquina convencional de tracción y la máquina de impacto-tracción instrumentada. En la fabricación se controla la longitud embebida, 8 mm, y se ha dejado material suficiente de matriz para poder realizar el amarre sin ejercer compresión sobre la longitud embebida.

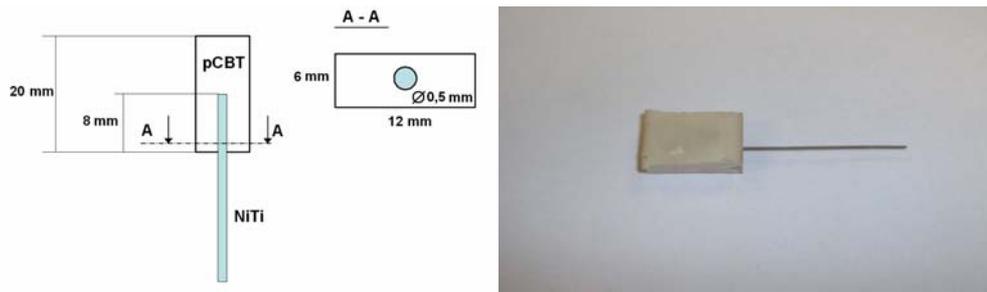


Figura 3.69: Probeta utilizada para el ensayo *pull-out*.

El proceso de fabricación ha sido el siguiente. En un molde de aluminio de tres placas, figura 3.70, se colocan los refuerzos de NiTi entre las dos placas superiores de forma que queden centrados respecto a la cavidad del molde y la longitud embebida sea controlada. La tercera placa ejercería de base del molde. Entre todas las placas se colocan tiras de teflón expandido para asegurar la estanqueidad de la cavidad y finalmente se mantienen unidas mediante tornillos.

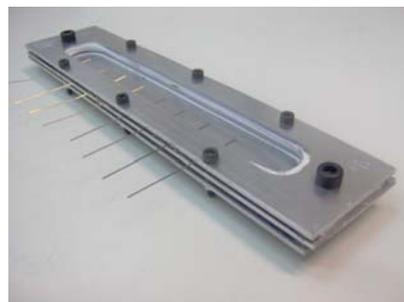


Figura 3.70: Molde de aluminio para la fabricación de las probetas para los ensayos *pull-out*.

El conjunto se introduce en un horno a una temperatura de 240 °C hasta su completa homogeneización. Se vierte la resina CBT en la cavidad del molde y se mantiene la temperatura de 240 °C durante 20 minutos para que polimerice. Tras ello, se realiza un templado al agua para minimizar el grado de cristalización disminuyendo así la fragilidad de la matriz. En la figura 3.71 se muestra la probeta retirada del molde, que se corta para obtener las probetas de la figura 3.69.

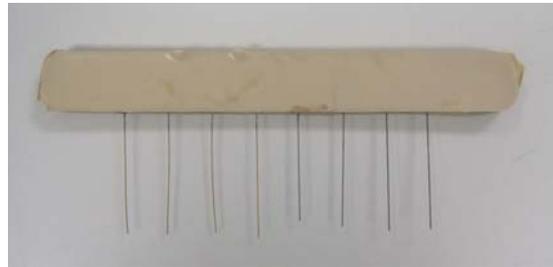


Figura 3.71: Probeta de pCBT reforzada con hilos de NiTi.

### 3.7.3 Efecto de la velocidad de deformación y acabado superficial

La resistencia de la intercara NiTi/pCBT es mayor a impacto que a velocidades de deformación cuasi-estáticas, figura 3.72, y en cualquier caso la fuerza que soporta es mayor que la necesaria para inducir la transformación martensítica por tensión en el refuerzo de NiTi, como evidencia la aparición de una zona de transformación a tensión constante. Este *plateau* de transformación es mayor a impacto debido al proceso de auto-calentamiento que se produce durante el proceso exotérmico de la transformación directa. Mientras a bajas velocidades de deformación existe suficiente tiempo para permitir que el todo el calor de la transformación sea evacuado del refuerzo, a velocidades de impacto el tiempo se reduce drásticamente ( $< 1\text{ms}$ ), el proceso de deformación se aproxima a las condiciones adiabáticas y el calor no puede ser evacuado del refuerzo empleándose en aumentar la temperatura del mismo, aumentando por lo tanto la tensión de transformación. A partir de los ensayos realizados se observa que este aumento es de  $194 \pm 33\text{ MPa}$ , lo que correspondería a un aumento de temperatura de  $32,9 \pm 5,6\text{ °C}$  según la ecuación 3.11.

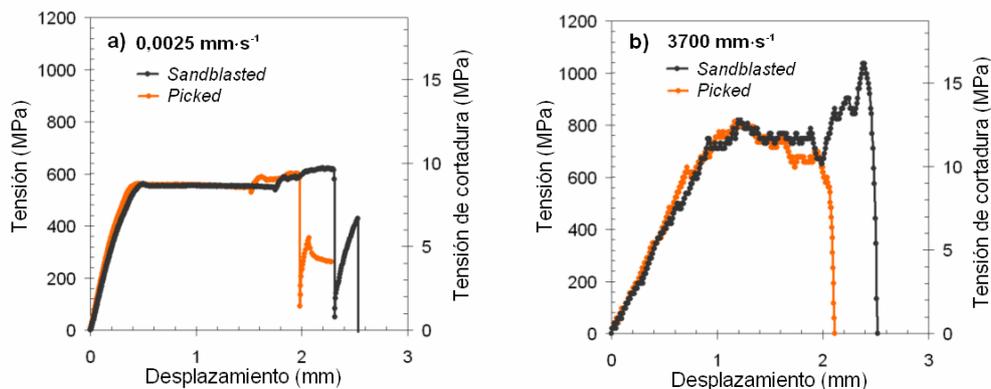


Figura 3.72: Ensayos de *pull-out* de hilos de NiTi embebidos en matriz pCBT, a) a velocidades cuasi-estáticas, b) a velocidades de impacto.

En lo que se refiere a la evolución de la velocidad de deformación durante el ensayo de *pull-out* merece la pena resaltar lo siguiente. En los ensayos realizados a bajas velocidades mediante máquinas de ensayos universales, el desplazamiento puede ser controlado alcanzándose una velocidad de deformación constante. Sin embargo, en los ensayos de impacto-tracción instrumentado, sólo es posible establecer la velocidad de deformación inicial, quedando ésta incontrolada y con una tendencia decreciente a merced de las pérdidas energéticas, figura 3.73. Para la configuración aplicada en los ensayos de impacto, la energía es lo suficientemente elevada como para que las pérdidas no sean significativas y la caída de la velocidad durante el ensayo de *pull-out* es menor al 2%, por lo que puede considerarse constante a lo largo de todo el ensayo.

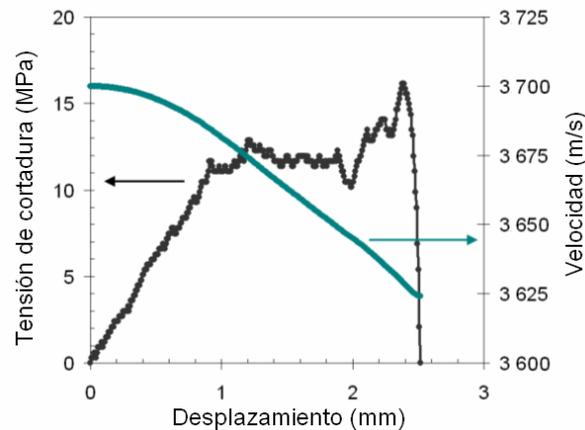


Figura 3.73: Evolución de la velocidad durante un ensayo de *pull-out* a impacto.

En cuanto al efecto del acabado superficial sobre la resistencia de la intercara NiTi/pCBT, la mayor resistencia observada para el caso de impacto corresponde al acabado *sandblasted*, figura 3.72(b), y puede ser consecuencia de la mayor rugosidad mostrada en la dirección longitudinal o de aplicación de la carga observada en la figura 3.74. Mientras la rugosidad del hilo con el acabado *pickled* aparece preferentemente a lo largo de la dirección circunferencial, en el acabado *sandblasted* ésta es más uniforme.

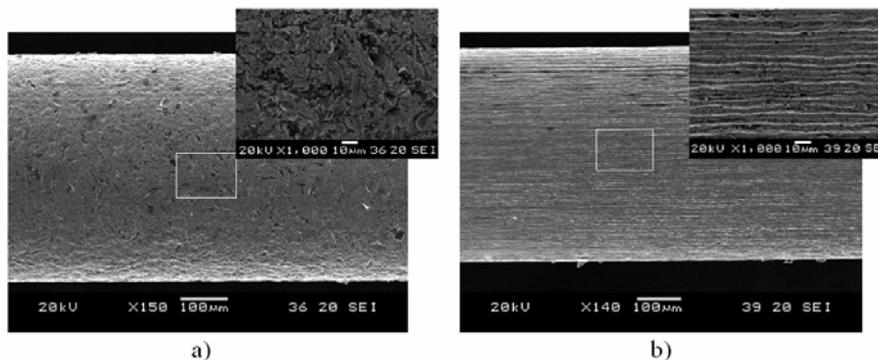


Figura 3.74: Rugosidad del refuerzo de NiTi sin embeber, a) *sandblasted*, b) *pickled*.

Sin embargo, cuando la velocidad de deformación se sitúa en el rango cuasi-estático, la resistencia de la intercara no parece depender en gran manera del acabado superficial del refuerzo, tal y como se evidencia en la figura 3.72(a). Esto puede ser debido a que a pesar de la mayor

rugosidad mostrada por el refuerzo en la dirección longitudinal para el acabado *sandblasted*, la matriz que queda adherida al refuerzo tras el ensayo se distribuye de una forma muy similar independientemente del acabado superficial. En cualquiera de los casos, la matriz de pCBT, mostrada en blanco en la figura 3.75, es arrancada del refuerzo con una distribución homogénea, dejando ver zonas de longitud menor a 200  $\mu\text{m}$ , donde la matriz ha sido totalmente arrancada del refuerzo. Por el contrario, el pCBT que queda adherido al refuerzo tras los ensayos de impacto muestra una distribución muy diferente a los ensayos realizados a bajas velocidades, mostrando fibras de matriz deformadas pero todavía adheridas al del refuerzo, figura 3.76. Por una parte se observa una menor cantidad de matriz adherida al refuerzo, lo que indica un mayor consumo de energía durante la decohesión de la intercara. Y por otra parte, el alto grado de deformación plástica de las fibras de matriz todavía adheridas al refuerzo, que hacen pensar en una mayor resistencia de la matriz a ser arrancada. Esto puede explicar las diferencias, en cuanto a resistencia de la intercara, entre los ensayos de impacto y los llevados a cabo a velocidades cuasi-estáticas. Además, y a diferencia de lo ocurrido para bajas velocidades, la distribución de la matriz observada en la figura 3.76 es diferente para cada acabado superficial variando así la resistencia de la intercara en cada caso, tal y como se puede observar en la figura 3.72(b). La menor rugosidad del refuerzo en la dirección longitudinal para el acabado *pickled*, puede ayudar a que la matriz se despegue del refuerzo tal y como se observa en el detalle de la figura 3.76(b).

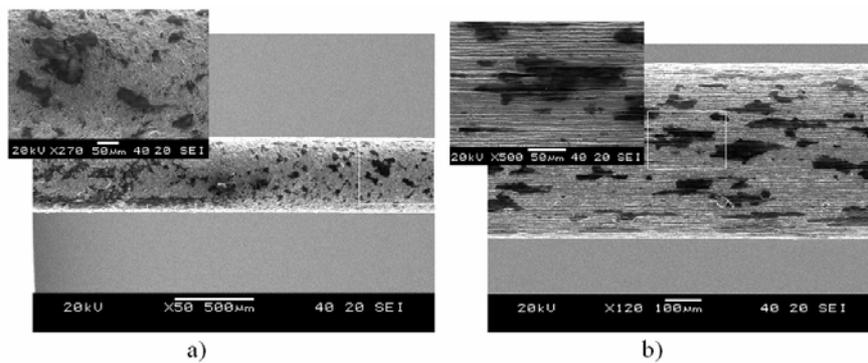


Figura 3.75: Rotura de la intercara NiTi/pCBT a velocidades cuasi-estáticas (0,0025 mm/s), a) *sandblasted*, b) *pickled*.

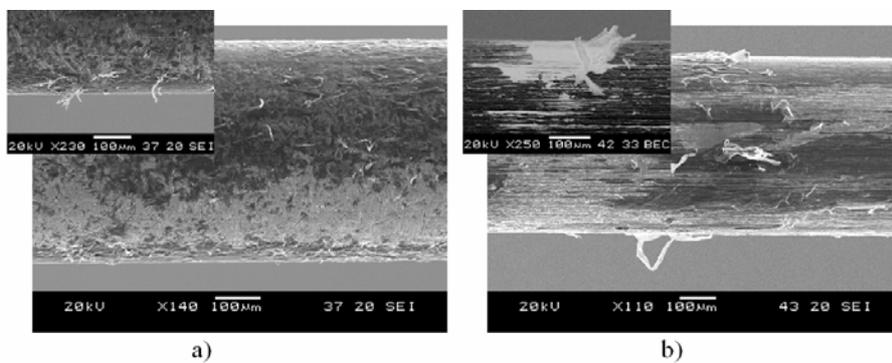


Figura 3.76: Rotura de la intercara NiTi/pCBT a velocidades de deformación de impacto (3700 mm/s), a) *sandblasted*, b) *pickled*.



## 3.8 Material compuesto NiTi/pCBT

### 3.8.1 Introducción

La reciente incorporación de AMF como refuerzo en materiales compuestos para la mejora de propiedades ante impacto ha sido tratada por muy pocos equipos, por lo que el número de publicaciones al respecto es muy reducido. De entre estos trabajos cabe destacar los siguientes.

Como pioneros en la materia, Paine y Rogers embebieron AMF de NiTi en forma de hilos de 0,3 mm de diámetro en un material compuesto de fibra de carbono y epoxy [Paine y Rogers, 1994a]. La idea que emplearon fue utilizar la capacidad de disipar energía mediante la transformación inducida por tensión de las AMF, con lo que mejoraban la resistencia ante impacto mediante la reducción del área delaminada y el aumento de la energía absorbida.

Posteriormente Tsoi y sus colaboradores embebieron hilos de 0,15 mm de diámetro de NiTi en una matriz epoxy reforzada con fibra de vidrio [Tsoi et al., 2003]. En este caso estudiaron la influencia del volumen de fibra del hilo embebido y su posición respecto a la fibra neutra en el comportamiento ante impacto mediante ensayos de caída de dardo. Concluyeron que para impactos de baja velocidad, la adición de AMF apenas era eficaz, aunque para ciertas condiciones concretas se observaba un aumento de la resistencia al impacto en los compuestos.

En paralelo, Lau y sus colaboradores también embebieron hilos de AMF de NiTi, en este caso de 0,22 mm diámetro, en una matriz epoxy reforzada con fibra de vidrio para reducir el riesgo de delaminación y mejorar el comportamiento ante impactos de baja velocidad [Lau et al, 2004]. Los resultados, ensayando las probetas mediante caída de dardo, muestran que la adición de AMF ofrece algunas ventajas como son el aumento de la resistencia del material, la reducción del número de roturas translaminares y minimización de la zona dañada en el impacto así como un aumento de la rigidez del compuesto.

En el estudio de Meo y sus colaboradores de 2005, se emplearon como refuerzo hilos de NiTi de 0,5 mm de diámetro, en una estructura compuesta de fibra de carbono y epoxy para reducir el daño ante impacto [Meo et al., 2005]. Al introducir las AMF, consiguieron aumentos de la resistencia al daño con la conclusión de que cuanto más cerca se encontraban los hilos de AMF a la zona de impacto y mayor era su densidad, la delaminación se reducía en mayor medida y aumentaba la cantidad de energía absorbida en el impacto. Además, se corroboró que cuanto mayor era la energía de impacto, mayor era la influencia del refuerzo de las AMF.

En el trabajo más reciente Pappadà y sus colaboradores, emplearon también una resina epoxy reforzada con hilos de NiTi de 0,1 mm de diámetro [Pappadà et al., 2009]. Concluyeron que la principal mejora de la utilización de AMF es el aumento de la resistencia a impacto-fatiga. El empleo de refuerzo adicional de fibra de carbono aumenta el índice de ductilidad a la rotura (razón entre la energía absorbida durante la propagación de la fisura y la formación de la misma), mientras que el refuerzo con fibra de vidrio mejora la resistencia a fatiga.

Tal y como se destaca en la revisión del estado del arte, las AMF han sido comúnmente embebidas en matrices termoestables, más frágiles que las termoplásticas y dotadas de una menor resistencia específica ante impacto. Este hecho indica que es posible que todavía no se haya podido aprovechar todo el potencial que poseen estas aleaciones en aplicaciones de impacto, por lo que se observa la oportunidad de indagar en el estudio de la incorporación de AMF como refuerzo en matrices termoplásticas, para la mejora de la resistencia al daño ante cargas de impacto y el aumento de la absorción de energía, ya que en ningún caso se han empleado para ello matrices termoplásticas.

#### 3.8.2 Materiales y fabricación de las probetas

El escaso empleo de matrices termoplásticas en la fabricación de materiales compuestos reforzados con AMF estriba en la dificultad de procesamiento debido a la alta viscosidad que poseen en estado fundido. Este hecho dificulta la integración de los refuerzos, ya que para la transformación son necesarias altas presiones, que pueden dar origen a arrastres de las fibras; y altas temperaturas, que pueden modificar las propiedades de los refuerzos de AMF.

Para superar estas dificultades, se ha empleado como matriz una resina termoplástica capaz de polimerizar reactivamente, y cuya principal característica es que puede ser procesada a muy baja viscosidad, lo que permite que estos materiales puedan ser transformados como las resinas termoestables mediante procesos de transformación de infusión de baja presión, como puede ser el moldeo por transferencia de resina *Resin Transfer Moulding (RTM)*. Esto permitiría la correcta impregnación de las fibras de refuerzo sin que sean arrastradas optimizando así la integridad de la intercara para la correcta transmisión de las cargas. Concretamente se ha optado por un oligómero cíclico de tereftalato de butileno (CBT) que permite ser transformado mediante polimerización reactiva y que tras su procesamiento se obtiene un termoplástico ingenieril, polibutilen tereftalato (pCBT). En el capítulo 2.1.2, se puede encontrar una descripción más detallada de las características del material seleccionado. También se ha empleado un refuerzo de fibra de carbono de tejido plano de alta resistencia ( $0^\circ/90^\circ$ ) y  $200 \text{ g/m}^2$  (ref. 43199) suministrado por Hexcel.

En cuanto al material con memoria de forma para el refuerzo, se ha optado por emplear una aleación equiatómica de NiTi, en forma de hilo, con comportamiento superelástico a temperatura ambiente. De la misma manera, en el capítulo 2.1.1 se presenta de forma detallada tanto la descripción completa del material de refuerzo como la justificación de la elección del mismo.

A partir de los materiales seleccionados, se han fabricado diferentes probetas de material compuesto por pCBT reforzado con un 34% en volumen de fibra de carbono (volumen calculado según la norma ASTM D 3171-76), en los que han sido embebidos hilos de NiTi siguiendo las disposiciones de la tabla 3.6, de tal forma que se han obtenido diferentes porcentajes de AMF para diferentes configuraciones de colocación del refuerzo. De esta manera han sido obtenidos cuatro tipos de probeta:

- ✓ pCBT + FC 34% sin refuerzo de NiTi.
- ✓ pCBT + FC 34% con un 2,5% de refuerzo de hilos de NiTi colocados lejos de la fibra neutra y únicamente a un lado de ésta.
- ✓ pCBT + FC 34% con un 5,1% de refuerzo de NiTi posicionado a la misma distancia de la fibra neutra que en el caso anterior pero esta vez colocado de forma simétrica respecto de ésta.
- ✓ pCBT + FC 34% con un 9,7% de refuerzo de NiTi colocado en la fibra neutra.

Tabla 3.6: Disposición de los refuerzos de AMF y los laminados de fibra de carbono para los diferentes materiales compuestos fabricados.

Material	FC(%Vol.)	AMF(%Vol.)	Disposición	Probeta
pCBT + FC	34% 10 Capas Tejido (0°/90°)	0		
pCBT + FC + NiTi		2,5±0,25 (0°)		
		5,1±0,47 (0°)		
		9,7±0,13 (0°)		

Estas probetas fueron fabricadas mediante el proceso RTM (*Resin transfer moulding*) [Agirregomezkorta et al., 2008]. El oligómero precursor (CBT) fundido a 230 °C, se inyectó mediante vacío en un molde cerrado precalentado también a 230 °C, donde habían sido colocados previamente los refuerzos de carbono y NiTi según lo indicado en la tabla 3.6. Posteriormente se

bajó la temperatura del molde hasta los 190 °C, y se mantuvo durante 30 minutos seguido de un enfriamiento al aire. Tras el desmoldeo se obtuvieron laminados de NiTi/pCBT/FC de dimensiones 235 x 235 x 3,5 mm<sup>3</sup>, figura 3.77(a). En cada placa se dispone una zona en la que se prescinde de la colocación de los refuerzos de NiTi, lo que garantiza la producción de probetas con y sin refuerzo obtenidas de la misma placa, eliminando así la influencia de la variabilidad del proceso y permitiendo obtener resultados comparables entre los diferentes tipos de probeta. Las dimensiones finales de las probetas 100 x 13,5 x 3,5 mm<sup>3</sup>, figura 3.77(b), fueron obtenidas mediante corte por chorro de agua.

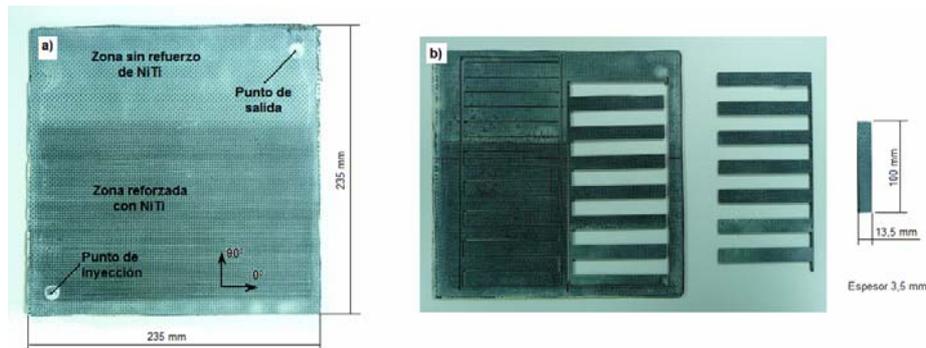


Figura 3.77: a) Placa de NiTi/pCBT/FC obtenida mediante RTM, b) obtención de las probetas a partir de la placa inicial y dimensiones finales.

Por otra parte, se ha evaluado el efecto del ciclo térmico que se sigue durante el procesado sobre la posible variación de las propiedades mecánicas de los refuerzos de NiTi. Para ello se ha sometido a varios hilos de NiTi a un ciclo térmico algo más restrictivo que el de procesado, 240 °C durante 30 minutos, y se han medido posteriormente tanto las tensiones de transformación como la deformación superelástica de los mismos durante un ciclo de deformación con transformación completa. Estos valores han sido comparados con los resultantes sin el ciclo térmico obteniéndose las siguientes conclusiones. Las tensiones de transformación se mantienen invariables, mientras que la deformación superelástica se reduce ligeramente (un 2,5% en valor relativo), figura 3.78. Por ello se puede considerar que, el ciclo térmico empleado durante el procesado no altera las propiedades de los refuerzos de NiTi.

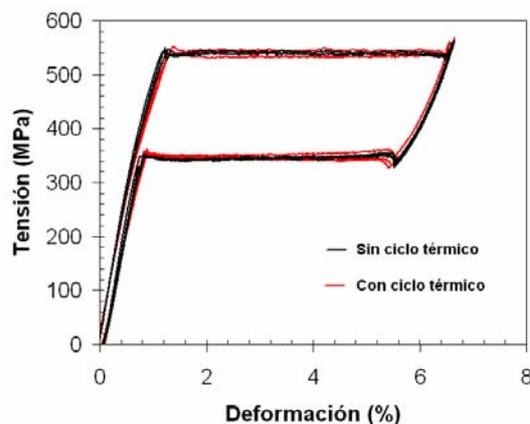


Figura 3.78: Efecto del ciclo térmico (240 °C/30 min) sobre las tensiones de transformación y deformación superelástica.

### 3.8.3 Efecto del refuerzo de NiTi

Para la evaluación del efecto del refuerzo de NiTi, se han realizado diversos ensayos de flexión en tres puntos a velocidades de impacto sobre los diferentes laminados sin el refuerzo de NiTi y con diferentes porcentajes de refuerzo. Para ello se ha empleado el ensayo de flexión instrumentado descrito en el apartado 2.2.2 cuyo procedimiento queda esquematizado en la figura 3.79. Para cada uno de los 4 tipos de laminado fabricados, se han realizado ensayos a diferentes velocidades de impacto entre los 0,33 y los 2,32 m/s en intervalos de aproximadamente 0,2 m/s, manteniendo constante tanto la masa impactora (2,513 kg), como la distancia entre apoyos (50,5 mm).

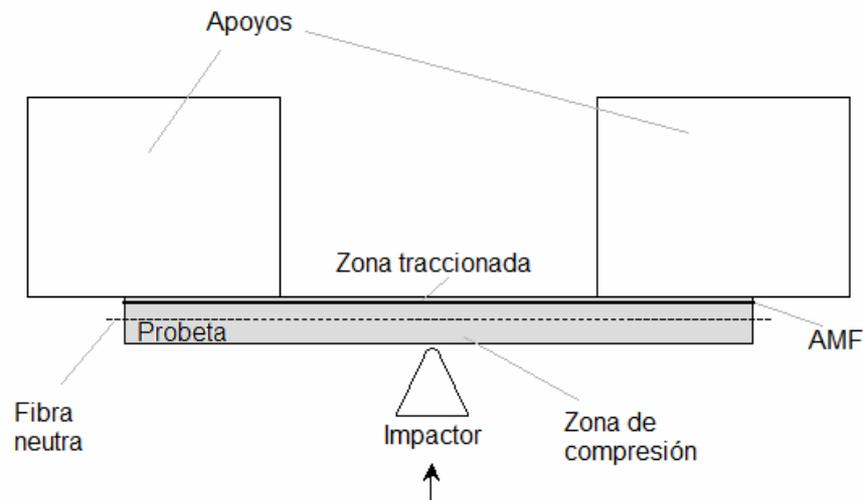


Figura 3.79: Diagrama esquemático del ensayo de impacto-flexión instrumentado y la disposición de la probeta.

En la figura 3.80, se puede observar la influencia del refuerzo de NiTi sobre la respuesta del material compuesto en función de la energía de impacto. Por debajo de cierto nivel de energía,  $23,5 \text{ kJ/m}^2$  de sección de material compuesto, la forma del gráfico fuerza-tiempo de las figuras 3.80(a) indica que no se produce ningún daño visible, y no se aprecia la influencia del refuerzo de NiTi.

Para mayores niveles de energía,  $34 \text{ kJ/m}^2$ , figuras 3.80(b), la curva del compuesto de referencia (sin el refuerzo de NiTi), se corresponde a la de una rotura frágil, ya que la fuerza cae bruscamente tras llegar al máximo. Sin embargo, la caída es escalonada, lo que se asocia a la rotura sucesiva de las láminas hasta que no queda ninguna sección resistente. En este caso se observa que la adición de pequeños porcentajes de NiTi (2,5%) evita la rotura catastrófica del material, ya que tras la brusca caída del pico de fuerza, figura 3.80(b<sub>2</sub>) se observa una zona posterior redondeada que se atribuye a la descarga de la sección resistente restante.

En los compuestos con mayores porcentajes de NiTi (5,1 y 9,7%) no se observa prácticamente caída de la fuerza, si bien se puede apreciar el comienzo del daño, figuras 3.80(b<sub>3-4</sub>).

A partir de los 47 kJ/m<sup>2</sup> de energía de impacto, la aparición de daño es inevitable, figuras 3.80(c-e), sin embargo, el refuerzo de NiTi evita la decohesión de la probeta, por lo que tras la generación del daño continúa la absorción de energía ya que los refuerzos de NiTi siguen deformándose, tal como se puede observar en las “colas” formadas tras los picos de fuerza máxima en los gráficos fuerza-tiempo.

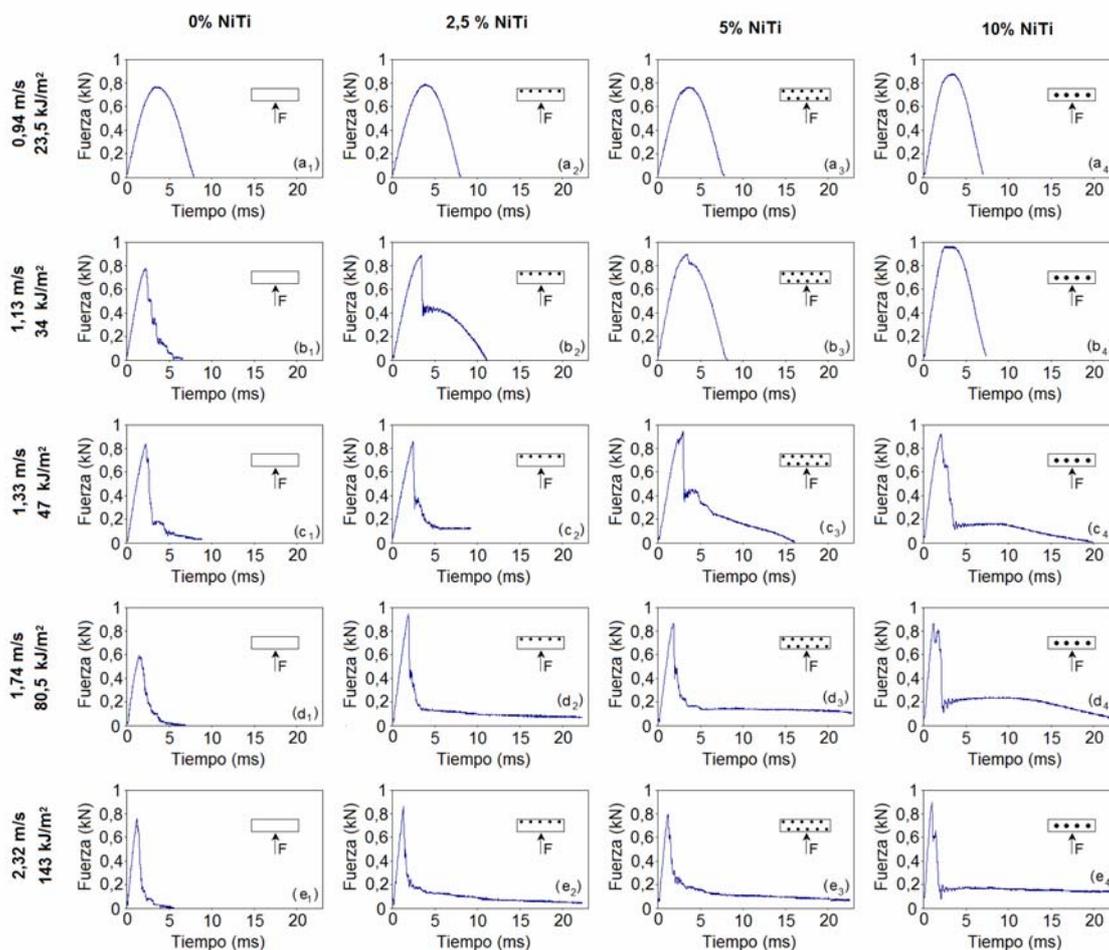


Figura 3.80: Curvas fuerza-tiempo resultado del ensayo de flexión instrumentado a distintas velocidades de impacto, para los diferentes laminados reforzados con NiTi.

Por lo tanto se observa que, en régimen subcrítico (anterior a la generación de daño), la aportación de la incorporación del refuerzo de NiTi consiste únicamente en un aumento de la rigidez del material, tal y como se puede observar en la figura 3.81(a); y se justifica porque los bajos niveles de deformación desarrollados durante estos impactos no son suficientes para inducir la transformación martensítica, origen de la capacidad para disipar energía de las AMF. Además, se muestra que este aumento de la rigidez depende únicamente de la distancia del NiTi a la fibra neutra y no del porcentaje de refuerzo.

La aportación más relevante del refuerzo se observa en los impactos supercríticos, en los que el compuesto resulta dañado. La adición de pequeñas cantidades de NiTi (2,5%), figura 3.81(b), evita la rotura frágil y hace posible la recuperación elástica del material incluso una vez ocurrida la generación de daño, debido al efecto superelástico de la transformación inducida por tensión en el

NiTi. La reversibilidad de esta transformación permite recuperar la forma original incluso cuando varias láminas del compuesto han resultado dañadas. En este caso, la mejora es sensible al porcentaje de fibra de refuerzo de NiTi, y se observa que al aumentar éste se puede llegar a absorber suficiente energía como para evitar la rotura del material, figura 3.81(b).

Para mayores energías de impacto, donde la delaminación del material es inevitable, figura 3.81(d-e), la incorporación de AMF actúa manteniendo la cohesión y aumentando la energía absorbida, ya que tras la rotura del material el NiTi continúa deformándose. Se pueden incluso llegar a alcanzar grandes deformaciones sin rotura total del material, observable por ejemplo para un 9,7% de NiTi en figura 3.81(d).

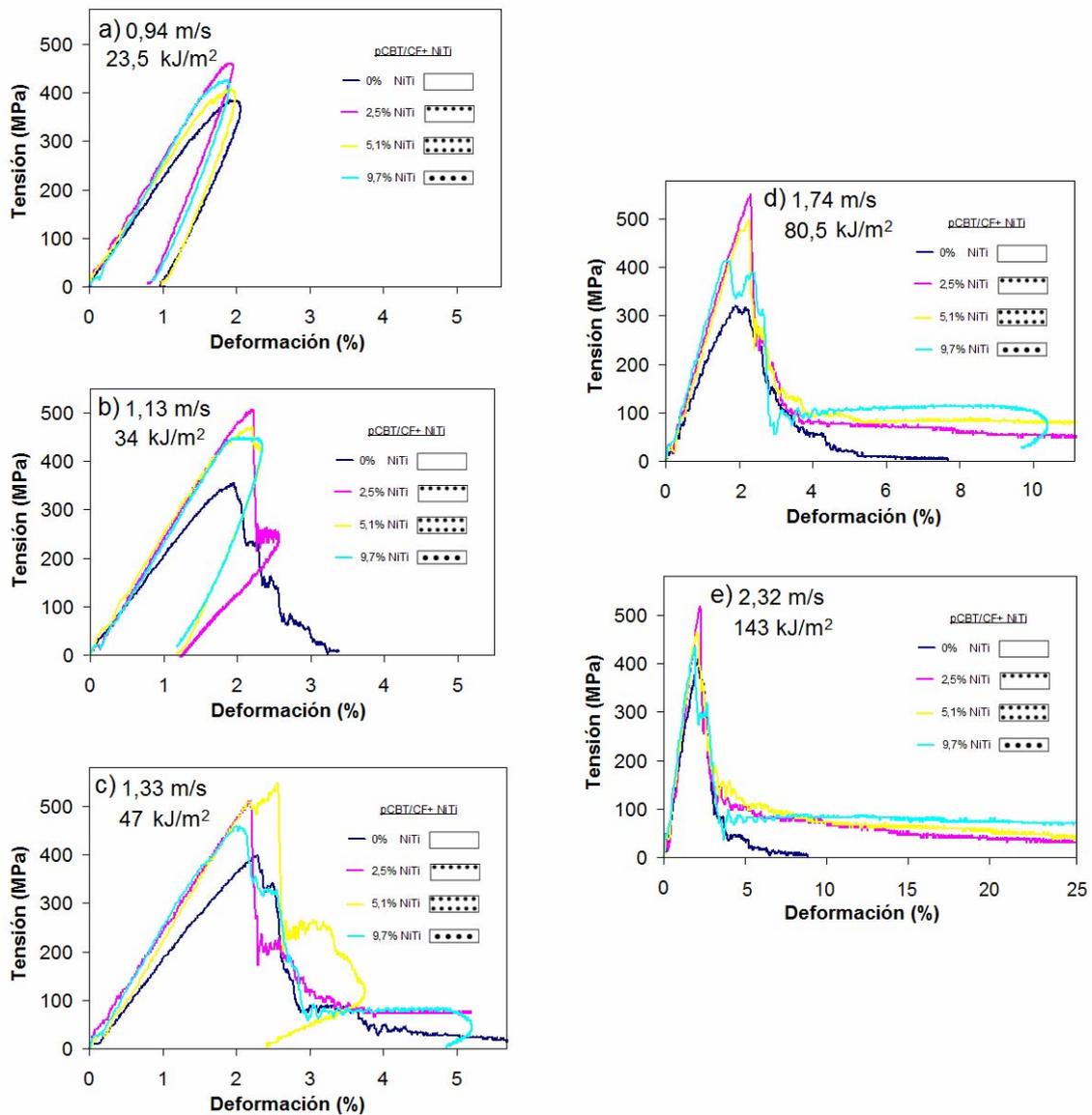


Figura 3.81: Diagramas tensión-deformación de los diferentes laminados reforzados con NiTi, para diferentes velocidades de impacto.

### 3.8.4 Absorción de energía

El efecto de la adición de pequeños porcentajes de NiTi sobre la capacidad del material compuesto para absorber energía se puede observar en la figura 3.82. El material sin refuerzo es capaz de absorber la energía incidente hasta un límite situado en los  $44,3 \pm 4,7$  kJ/m<sup>2</sup>. A partir de ese punto se produce la rotura catastrófica del material por lo que es incapaz de absorber mayores cantidades de energía. Sin embargo, la adición de los refuerzos de NiTi hace posible que se mantenga la integridad de la probeta tras la inducción de daño en la matriz, transmitiéndose así la carga a los refuerzos y permitiendo su deformación, lo que hace aumentar la absorción de energía gracias a la transformación inducida por tensión. Por lo tanto se observa que, la incorporación de pequeñas cantidades de NiTi, en torno al 2,5% en volumen, es suficiente para incrementar en gran manera la energía absorbida por del material, y que mayores incrementos en el porcentaje de NiTi no hacen aumentar sustancialmente la cantidad de energía absorbida. Este hecho denota que la zona idónea para colocar los refuerzos de NiTi, de cara a aumentar la energía absorbida, es la zona que se encuentra traccionada durante el impacto, y que cantidades adicionales de NiTi situados en la zona de compresión o cercanas a la fibra neutra, apenas aportan absorción de energía adicional.

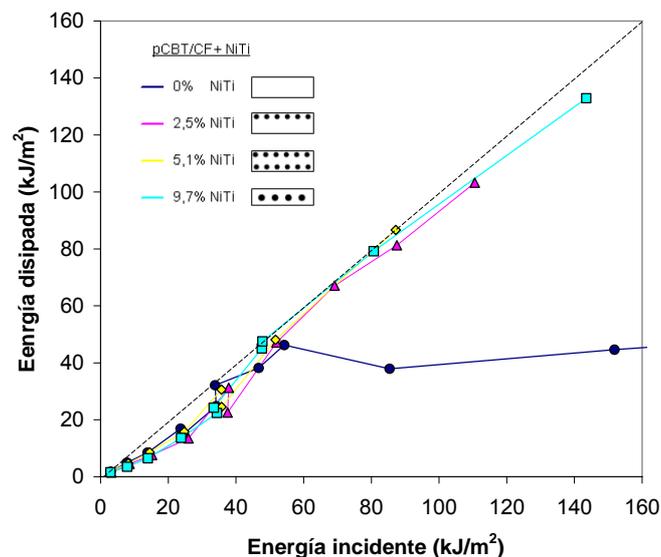


Figura 3.82: Disipación de energía en función de la incidente para los diferentes tipos de laminados reforzados con NiTi.

### 3.8.5 Índice de ductilidad

El conocimiento de la cantidad de energía total disipada es de vital importancia, pero debe complementarse con otros parámetros que permitan identificar la contribución de los diferentes estadios asociados a la fractura por impacto de los compuestos. Este hecho puede ser medido mediante el parámetro conocido como Índice de ductilidad ( $D$ ) [Reid y Zhou, 2000], y se define como el cociente entre la energía de propagación,  $E_p$ , y la de iniciación del daño,  $E_i$ , ecuación 3.40; donde  $E_i$  hace referencia al área encerrada bajo la curva fuerza-desplazamiento desde el comienzo del ensayo hasta la deformación que marca la fuerza máxima; y  $E_p$  representa el área restante hasta la finalización del ensayo. De esta manera, un material de extrema fragilidad, presentará valores de

$D$  muy bajos, que irán aumentando a medida que aumente la energía disipada a partir de la iniciación del daño. La efectividad de la hibridación con los hilos de AMF se argumenta siempre y cuando aumente el parámetro  $D$ , por el contrario se deduciría que el refuerzo ejerce un efecto fragilizante.

$$D = E_p / E_i \quad (3.40)$$

En la figura 3.83 se muestra que la hibridación del material con NiTi favorece el aumento del Índice de ductilidad. Mientras para energías de impacto de hasta  $44,3 \pm 4,7 \text{ kJ/m}^2$ , energía máxima que es capaz de disipar el compuesto de referencia, el efecto de la adición de AMF apenas afecta al Índice de ductilidad, manteniéndose en todo caso en torno a la unidad, esto es, la energía disipada antes de la inducción del daño es similar a la disipada durante la propagación del mismo. Sin embargo, al aumentar la energía incidente, la adición de NiTi adquiere una gran relevancia, haciendo aumentar considerablemente el Índice de ductilidad, y por lo tanto la tolerancia al daño del material compuesto, es decir la cantidad de energía que es capaz de absorber tras la inducción del daño. En este caso, el porcentaje de fibra de NiTi sí que tiene una influencia clara, y marca la evolución del incremento del índice de ductilidad, figura 3.83.

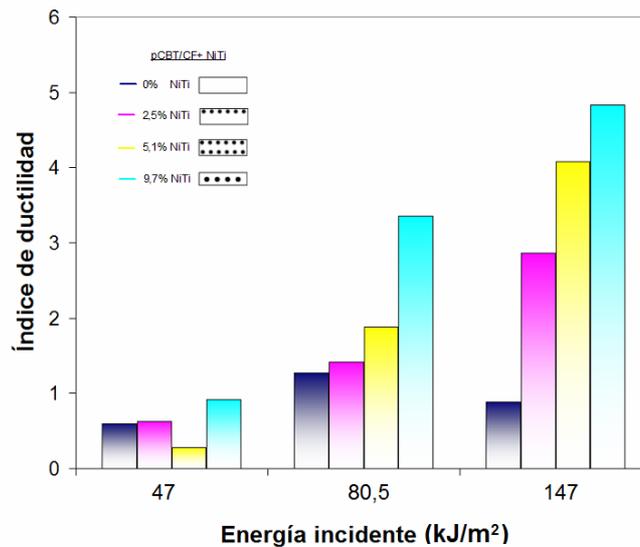


Figura 3.83: Índice de ductilidad en función de la energía incidente para los diferentes laminados reforzados con NiTi.

Durante la fase de generación del daño, es decir para bajas deformaciones, los hilos de AMF no sufren la transformación martensítica, por lo que su aportación es prácticamente nula. Durante la propagación del daño las deformaciones son mayores, lo que unido a la buena adhesión AMF/matriz permite inducir la transformación en los refuerzos de NiTi, aumentando así la energía absorbida y el Índice de ductilidad. La deformación de los hilos de NiTi y la decohesión de la intercara AMF/matriz son los principales mecanismos de disipación de energía, y también soportan gran parte del esfuerzo reduciendo así el nivel de fuerza soportado por la matriz y la fibra de carbono. Todo ello contribuye a que los refuerzos de NiTi mejoren el comportamiento del material compuesto tras el inicio del daño.



## Capítulo 4

---

### **Conclusiones**



## 4 Conclusiones

### 4.1 Conclusiones

A lo largo del presente trabajo de investigación, se ha profundizado en el esclarecimiento de la eficacia del empleo de aleaciones con memoria de forma para la mejora del comportamiento de materiales compuestos ante cargas de impacto. Esta tarea ha sido abordada en dos frentes; por una parte, la profundización en el conocimiento del comportamiento termomecánico a impacto de las aleaciones con memoria de forma, y por otra, el empleo de este conocimiento para aumentar la capacidad de absorber energía ante un impacto y mejorar la tolerancia al daño de un material compuesto. Es necesario destacar que la mayor carga de trabajo ha sido destinada al primer frente, ya que se ha considerado primordial la generación de conocimiento de las propiedades de estas aleaciones a altas velocidades, para su posible empleo no sólo como material de refuerzo en un compuesto sino en cualquier otra aplicación para la mejora de propiedades ante impacto.

➤ Se ha realizado una selección de la aleación que mejores características potenciales presentaba para aplicaciones de impacto. La aleación equiatómica de NiTi con comportamiento superelástico a temperatura ambiente ha sido considerada como la más idónea. Esto es debido a las excelentes propiedades mecánicas que presenta en términos de gran histéresis o altas tensiones y deformaciones a la rotura cuando son deformados tanto a bajas como a altas velocidades, así como buena resistencia a la fatiga y ante la corrosión. Además, se trata de la aleación con memoria de forma más empleada en la bibliografía desde el punto de vista de la aplicabilidad, así como la más comercializada hasta la fecha.

➤ Se ha desarrollado una metodología de caracterización específica para impacto, que permite obtener diagramas tensión-deformación a velocidades de deformación de impacto en el rango ( $1 - 10^3 \text{ s}^{-1}$ ) para cualquier ciclo de deformación; obteniéndose propiedades fundamentales de los materiales con una precisión mayor que en el ensayo de impacto-tracción convencional.

Para ello, se ha propuesto la instrumentación adicional de la velocidad a la que se deforma la probeta. Los resultados muestran que este método es capaz de medir con mayor precisión los parámetros que son dependientes de la deformación como pueden ser, el módulo de elasticidad, la energía disipada, la deformación permanente o la deformación a la rotura.

La mejora introducida por el nuevo método consiste en que, para el cálculo de la deformación, se tiene en cuenta el periodo en el que la probeta es acelerada hasta alcanzar la velocidad de impacto. Este aspecto no es tenido en cuenta en la aplicación del ensayo convencional de impacto-tracción instrumentado que introduce un error por exceso en el cálculo de la deformación.

Además, se han conseguido realizar medidas simultáneas de tensión-deformación-temperatura, para un amplio rango de velocidades de deformación,  $10^{-4} - 10^2 \text{ s}^{-1}$ , mediante el empleo de una cámara termográfica de alta velocidad sincronizada con el nuevo método de impacto-tracción instrumentado propuesto.

➤ Mediante esta nueva metodología, se ha esclarecido que el mecanismo de deformación del NiTi a velocidades de deformación de impacto, continúa siendo la inducción de martensita demaada inducida por tensión; con la diferencia respecto al comportamiento ocurrido a bajas velocidades de deformación, de que las tensiones de transformación aumentan a impacto entre 100 y 150 MPa, debido a un aumento de la temperatura durante la transformación entre 18 y 25 °C.

➤ También se ha realizado una caracterización del NiTi en función de la velocidad de deformación, y se ha evaluado la evolución de diferentes parámetros a lo largo de siete órdenes de magnitud, entre los  $10^{-5}$  y los  $10^2$  s<sup>-1</sup>. Los más relevantes son, la tensión de transformación directa, la tensión de transformación reversa y la capacidad para disipar energía durante la transformación inducida por tensión.

La tensión de transformación directa aumenta entre 100 y 125 MPa en el rango  $10^{-4} - 10^{-1}$  s<sup>-1</sup>, debido al aumento de la temperatura de la zona a transformar por el carácter exotérmico de la transformación directa. Fuera de ese rango de velocidades, tanto por defecto como por exceso, no se producen cambios significativos de temperatura por lo que el valor de la tensión de transformación directa es independiente de la velocidad de deformación.

La tensión de transformación reversa tiende a disminuir entre 70 y 120 MPa al aumentar la velocidad de deformación desde los  $10^{-4}$  hasta el rango de los  $10^{-3} - 10^{-2}$  s<sup>-1</sup>, debido al enfriamiento de la zona a transformar por el carácter endotérmico de la transformación reversa. Para mayores incrementos de velocidad, hasta niveles de impacto  $10^2$  s<sup>-1</sup>, la tensión de transformación reversa cambia su tendencia y aumenta entre 220 y 270 MPa, ya que en este caso la temperatura del frente de transformación durante la descarga es mayor que la ambiental.

La energía que es capaz de disipar el NiTi en un ciclo de deformación con transformación completa a impacto, en el rango  $10^1 - 10^2$  s<sup>-1</sup>, es similar que la disipada a bajas velocidades de deformación, en el rango  $10^{-5} - 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, y se sitúa en el orden de los 10 MJ/m<sup>3</sup>. Para velocidades intermedias, la energía disipada es mayor, llegando a valores de 20-25 MJ/m<sup>3</sup> a velocidades en torno a los  $10^{-3} - 10^{-2}$  s<sup>-1</sup>. Cuando el material es deformado hasta la rotura la energía disipada aumenta hasta valores del orden de los 90 MJ/m<sup>3</sup>.

La tensión de transformación reversa disminuye linealmente con la deformación máxima del ciclo, siempre que ésta sea mayor que la necesaria para completar la transformación martensítica inducida por tensión. Este hecho ocurre tanto a bajas velocidades de deformación como a impacto, y se atribuye a la generación de tensiones internas durante el proceso de carga, que actúan a favor de la transformación reversa durante la descarga.

➤ Se ha observado que a velocidades de impacto,  $10^1 - 10^2$  s<sup>-1</sup>, la transformación martensítica inducida por tensión ocurre de manera inhomogénea, de forma similar que a bajas velocidades,  $10^{-5} - 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, esto es, únicamente se observan nucleaciones en los puntos de concentración de tensiones, como los amarres, o en zonas donde se originan defectos.

A velocidades intermedias, los frentes de transformación se multiplican, debido a que se generan calentamientos localizados del material que dejan zonas más frías donde la tensión

de nucleación es menor que la necesaria para continuar con la propagación de los frentes activos. Sin embargo, a medida que la velocidad se acerca a niveles de impacto, se observa que las nuevas nucleaciones aparecen cada vez más cerca de los frentes activos, ya que se reduce la zona de gradiente de temperaturas entre fases. Esto es indicativo de que a velocidades de impacto, lo más probable es que continúe la multiplicación de los frentes de transformación, aunque tan cerca de los frentes activos que actúan y se visualizan como el avance de un único frente.

➤ También ha sido analizado el efecto de la deformación cíclica a velocidades de impacto. Los efectos de la fatiga a impacto sobre el NiTi muestran, al igual que a bajas velocidades, una disminución de las tensiones de transformación y de la energía disipada según se incrementa el número de ciclos, aunque con una menor intensidad. Esto indica que los mecanismos de degradación no sólo dependen de la deformación máxima de los ciclos previos sino que también está influida por la velocidad de deformación.

Los resultados muestran que la degradación de la tensión por deformación cíclica está relacionada con la generación de tensiones internas que favorecen la disminución de la tensión en posteriores transformaciones, mientras que la estabilización de martensita está más relacionada con la aparición de deformaciones plásticas.

➤ A partir del conocimiento obtenido del trabajo experimental, se ha desarrollado un modelo de material de carácter fenomenológico, que permite predecir el comportamiento mecánico del NiTi a impacto. Para la calibración del modelo, son necesarios diversos parámetros cuantificables experimentalmente, 2 a partir del diagrama de fases tensión-temperatura, 11 de ensayos de deformación convencionales realizados en condiciones de deformación isotérmicas (baja velocidad), y 4 de ensayos de deformación en condiciones adiabáticas (impacto). Este modelo ha sido implementado en un programa de cálculo comercial, MatLab<sup>®</sup>, e incorpora el efecto de los siguientes fenómenos:

- ✓ El efecto de la velocidad de deformación hasta niveles de impacto sobre las tensiones de transformación.
- ✓ El efecto de la temperatura ambiente sobre las tensiones de transformación.
- ✓ El efecto de la deformación máxima sobre las tensiones de transformación reversa y sobre la deformación permanente.
- ✓ La diferencia de módulos de elasticidad de la fase martensítica entre la carga y la descarga.
- ✓ El efecto de la velocidad de deformación sobre la transformación martensítica residual.
- ✓ La plasticidad de la fase martensítica.

Tras correlar los resultados obtenidos mediante el modelo desarrollado y los obtenidos experimentalmente, se ha observado que éste reproduce de una forma correcta el comportamiento de la transformación martensítica inducida por tensión para el NiTi en forma

de hilos, y que es sensible a variaciones de parámetros tales como la temperatura, la deformación máxima y la velocidad de deformación, llegando incluso hasta niveles de impacto.

➤ Se ha evaluado la resistencia de la intercara, entre la matriz termoplástica pCBT y el NiTi, tanto a velocidades de deformación cuasi-estáticas como a impacto, para dos acabados superficiales diferentes, *sandblasted*, o decapado mediante chorro de arena, y *pickled*, o decapado con ácido.

Los resultados muestran que, la resistencia de la intercara NiTi/pCBT es mayor a impacto que a bajas velocidades y que, en cualquiera de los casos, es capaz de soportar una fuerza mayor que la necesaria para inducir la transformación martensítica por tensión en los refuerzos de NiTi.

En cuando al acabado superficial, se observa que el acabado *sandblasted* posee una mayor resistencia que el *pickled* para velocidades de deformación de impacto como consecuencia de la mayor rugosidad mostrada en la dirección longitudinal del refuerzo.

➤ Se ha fabricado un material compuesto de matriz termoplástica pCBT reforzado con un 34% en volumen de fibra de carbono y NiTi. El refuerzo de NiTi utilizado, entre el 2,5 y 10% en volumen, es capaz de aumentar la absorción de energía ante impacto y mejorar la tolerancia al daño del compuesto.

Se ha constatado que el ciclo térmico empleado para el procesado del compuesto no altera las propiedades del material de refuerzo de NiTi.

En régimen subcrítico, la incorporación de NiTi únicamente aporta rigidez al material, siendo este aumento dependiente de la distancia del NiTi a la fibra neutra y no del porcentaje de refuerzo.

Cuando la energía de impacto es suficientemente alta como para inducir daño en el material sin el refuerzo de NiTi, éste actúa aumentando la absorción de energía, evitando la decohesión de la probeta y aumentando la resistencia de la misma.

En cuanto a la absorción de energía, el material sin refuerzo de NiTi es capaz de absorber hasta  $44,3 \pm 4,7$  kJ/m<sup>2</sup>. La adición de NiTi aumenta esta capacidad llegando a triplicar la energía absorbida. Además, se ha observado que ésta depende de la distancia del refuerzo de NiTi a la fibra neutra, y no del porcentaje de refuerzo.

La hibridación del material con NiTi hace aumentar considerablemente la energía disipada tras la inducción de daño, llegando a multiplicar por 5 el índice de ductilidad cercano a la unidad que posee el material sin refuerzo, siendo este aumento función del porcentaje de refuerzo de NiTi.

## 4.2 Aportaciones

Las aportaciones más relevantes derivadas de la investigación desarrollada en esta tesis, han sido las siguientes:

- Desarrollo de una metodología de caracterización específica, modificando el ensayo de impacto-tracción instrumentado, capaz de obtener propiedades fundamentales de los materiales en el rango de velocidades de deformación entre 1 y  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , con una precisión mayor que en el ensayo de impacto-tracción convencional. El planteamiento del método se presentó en una comunicación oral en el X Congreso Nacional de Materiales [Zurbitu et al., 2008a], mientras que el trabajo completo fue publicado en la revista *Materials Science and Engineering A* [Zurbitu et al., 2009a]

- Caracterización del comportamiento mecánico del NiTi a velocidades de deformación de impacto. Los resultados preliminares fueron presentados en una comunicación oral en el congreso internacional *Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST)* [Zurbitu et al., 2008b], cuya versión extendida fue seleccionada para su publicación en la revista *Journal of Materials Engineering and Performance* [Zurbitu et al., 2009b]. El trabajo completo fue posteriormente ampliado y publicado finalmente en la revista *Mechanics of Materials* [Zurbitu et al., 2009c].

- Análisis de la evolución de la temperatura, durante la transformación inducida por tensión a impacto en el NiTi, y correlación con el comportamiento mecánico. Este trabajo incluye la observación de los frentes de transformación durante la transformación inducida por tensión a impacto. Los resultados preliminares de este trabajo fueron presentados en una comunicación oral en el 8º congreso internacional *European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT)* [Zurbitu et al., 2009d], y el trabajo completo se encuentra en revisión para su posible inclusión como capítulo en el libro que será publicado por SCIYO titulado "*Shape Memory Alloy*", 978-953-7619-X-X.

- Evaluación del efecto de la deformación cíclica a velocidades de impacto sobre el NiTi, y análisis de las propiedades mecánicas ante impacto-fatiga. Estos resultados han sido enviados, para la evaluación de su publicación, a la revista *Mechanics of Materials* [Zurbitu et al., 2009e], y se encuentran a la fecha de depósito de este documento en revisión.

- Desarrollo de un modelo de carácter fenomenológico capaz de reproducir el comportamiento superelástico del NiTi a impacto, y sensible a variaciones de parámetros tales como la temperatura, la deformación máxima y la velocidad de deformación, llegando incluso hasta niveles de impacto. Los resultados de este trabajo serán presentados en una comunicación oral en el XI Congreso Nacional de Materiales.

- Caracterización de la resistencia de la intercara entre la matriz termoplástica pCBT/NiTi a velocidades de deformación de impacto, cuyos resultados fueron presentados en una comunicación interactiva en el 17º (ICCM) *International Conference on Composite Materials* [Zurbitu et al., 2009f].

- Fabricación de un material compuesto pCBT/FC reforzado con hilos de NiTi capaz de aumentar la energía absorbida a impacto así como la resistencia y la tolerancia al daño del compuesto.



### 4.3 Líneas futuras

Las principales líneas de investigación que han quedado abiertas tras el desarrollo del presente trabajo de investigación son las siguientes:

➤ Evaluar el potencial del método propuesto de caracterización a impacto con materiales de alta rigidez. La precisión en la obtención de propiedades fundamentales de estos materiales a velocidades de deformación cuasi-estáticas, depende generalmente del empleo de extensómetros para la medición de la deformación. Por lo tanto, sería de interés conocer si las propiedades obtenidas a impacto con el método propuesto para materiales rígidos, se acercarán más a las propiedades equivalentes en estático empleando extensómetros, o si por el contrario serían comparables a las obtenidas sin ellos. Para ello se podría utilizar un material cuyas propiedades no posean una gran dependencia de la velocidad de deformación, y comparar los resultados obtenidos en deformación con la nueva instrumentación y con galgas extensométricas adheridas al material.

➤ Introducir en la cadena de medida propuesta para la medida simultánea de la tensión-deformación-temperatura, los novedosos sistemas de medición de campos de deformación mediante el tratamiento de imágenes de alta velocidad a través de un proceso denominado *3D image correlation photogrammetry*. Esta tecnología permite la obtención de campos de deformación sobre una superficie, mediante la captación del movimiento de múltiples puntos de referencia, empleando para ello cámaras de alta velocidad. Esto permitiría obtener un conocimiento integral del comportamiento del material ensayado a impacto para su explotación en el diseño de aplicaciones ingenieriles. Por ejemplo, se podrían obtener datos del movimiento de los frentes de transformación a impacto de forma simultánea con el gradiente térmico, lo que permitiría arrojar algo más de luz sobre el comportamiento a impacto de las aleaciones con memoria de forma, y corroborar o desmentir algunas de las hipótesis lanzadas en el desarrollo del presente trabajo de investigación.

➤ En cuanto al modelo numérico presentado, continuar con el desarrollo del mismo con el fin de introducir el efecto de la deformación cíclica sobre el comportamiento del NiTi. También sería de interés la verificación de su validez para otro tipo de configuraciones de material como pueden ser en forma de cintas, tubos o materiales porosos. Además se podría implementar en algún programa comercial de elementos finitos mediante la programación de una subrutina.

➤ Continuar con el desarrollo y la caracterización de materiales compuestos reforzados con NiTi. Tras el trabajo desempeñado a nivel de probeta de pequeñas dimensiones, sería interesante aproximarse más al comportamiento real del material en estado de tensiones biaxial, lo que podría lograrse ensayando placas de mayores dimensiones mediante máquinas de caída de dardo. Además, se podría ampliar el trabajo empleando fibra de vidrio en vez de carbono para su comparativa, o explorar otras posibilidades como el empleo de fibra corta de NiTi orientada aleatoriamente.

➤ Emplear el conocimiento adquirido del comportamiento del NiTi a altas velocidades, para el desarrollo de aplicaciones de cara a la mejora de propiedades ante impacto, como pueden ser el desarrollo de piezas de seguridad ante impacto, el desarrollo de estructuras de NiTi diseñadas

específicamente para el control de la deformación y la energía absorbida, o la fabricación de materiales porosos que sean capaces de aumentar la cantidad de material colapsado ante un impacto y así aumentar aún más la energía absorbida.

## Capítulo 5

---

### **Bibliografía**



## 5 Bibliografía

ADHARAPURAPU, R.R.; JIANG, F.; VECCHIO, K.S.; GRAY III, G.T. (2006). Response of NiTi shape memory alloy at high strain rate: A systematic investigation of temperature effects on tension-compression asymmetry. *Acta Materialia*, v 54, n 17, p 4609–4620.

AGIRREGOMEZKORTA, A.; HOYOS, G.; ARETXAGA, G.; SARRIONANDIA, M.; AURREKOETXEA, J. (2008). Propiedades mecánicas de composites pCBT/fibra de carbono fabricados mediante RTM. *Actas del X Congreso Nacional de Materiales*, p 711–714. ISBN: 978-84-608-0768-1.

ARETXABALETA, L.; AURREKOETXEA, J.; URRUTIBEASCOA, I.; SANCHEZ-SOTO, M. (2005). Characterisation of the impact behaviour of polymer thermoplastics. *Polymer Testing* v 24, n 2, p 145–150.

ASTM STP 563. (1973). Instrumented Impact Testing, ASTM STP 563, *American Society for Testing and Materials*.

ASTM D 790–97. (1997). Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.

ASTM, F2516-06. (2006). Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials.

AURICCHIO, F.; SACCO, E. (1997). A one-dimensional model for superelastic shape-memory alloys with different elastic properties between austenite and martensite. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, v 32, n 6, p 1101–1114.

BIRMAN, V.; CHANDRASHEKHARA, K.; SAIN, S. (1996). Approach to optimization of shape memory alloy hybrid composite plates subjected to low-velocity impact. *Composites Part B:Engineering*, v 27, n 5, p 439–446.

BOYCE, B.L.; CRENSHAW, T.B. (2005). Servohydraulic Methods For Mechanical Testing in the Sub-Hopkinson Rate Regime up to Strain Rates of 500 1/s. *Informe técnico, SAND2005-5678*, Sandia National Laboratories.

BRAGOV, A.M.; LOMUNOV, A.K.; SERGEICHEV, I.V. (2006). High-speed behavior of some shape memory alloys. *AIP Conference Proceedings*, v 845, n 1, p 705–708.

BRINSON, L.C. (1993). One-dimensional constitutive behavior of shape memory alloys: Thermomechanical derivation with non-constant material functions and redefined martensite internal variable. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 4, n 2, p 229–242.

BROKMEIER, H.G.; WEISS, B.; YI, S.B.; YI, W.Y.; LISS, K.D.; LIPPMANN, T. (2005). Texture determination of thin Cu-wires by synchrotron radiation. *Materials Science Forum*, v 495–497, pt.1, p 131–136.

BUEHLER, W.J.; GILFRICH, J.V.; WILEY, R.C. (1963). Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics*, v 34, p 1475–1477.

BUEHLER, W.J.; WILEY, R.C. (1965). Nickel-base alloys, U.S. Patent 3.174.851.

BYSTROM, A.; ALMIN, K.E. (1947). X-ray investigation of AuCd alloys rich in Au. *Acta Chemica Scandi- navica*, v 1, n 1, p 76–89.

CHANG, B.C.; SHAW, J.A.; IADICOLA, M.A. (2006). Thermodynamics of shape memory alloy wire: Modeling, experiments, and application. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, v 18, n 1–2, p 83–118.

CHANG, L.C.; READ, T.A. (1951). Plastic deformation and diffusionless phase changes in metals. The AuCd  $\beta$ -phase. *AIME transactions*, v 191, n 1, p 47–52.

CHEN, W.W.; WU, Q.; KANG, J.H.; WINFREE, N.A. (2001). Compressive superelastic behavior of a NiTi shape memory alloy at strain rates of 0.001–750 s<sup>-1</sup>. *International Journal of Solids and Structures*, v 38, n 50–51, p 8989–8998.

CHRYSOCHOOS, A.; LOBEL, M.; MAISONNEUVE, O. (1995). Thermomechanical coupling of pseudoelastic behaviour of CuZnAl and NiTi alloys. *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences, Serie II (Mechanique–Physique–Chimie–Astronomie)*, v 320, n 5, p 217–223.

COLTON, J.; LEACH, D. (1992). Processing parameters for filament winding thick-section PEEK/carbon fiber composites. *Polymer Composites*, v 13, n 6, p 427–434.

DAYANANDA, G.N.; RAO, M.S. (2008). Effect of strain rate on properties of superelastic NiTi thin wires. *Materials Science and Engineering A*, v 486, n 1–2, Jul 15, p 96–103.

DESROCHES, R.; MCCORMICK, J.; DELEMONT, M. (2004). Cyclic properties of superelastic shape memory alloy wires and bars. *Journal of Structural Engineering*, v 130, n 1, p 38–46.

DOLCE, M.; CARDONE, D. (2001). Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications 2. Austenite NiTi wires subjected to tension. *International Journal of Mechanical Sciences*, v 43, n 11, p 2657–2677.

DUERIG, T.W.; PELTON, A.R. (1994). Ti–Ni Shape Memory Alloys. In: *Materials Properties Handbook Titanium Alloys, ASM International*. Boyer, R.; Welsch, G.; Collings, E.W. editors. p 1042.

EGGELER, G.; HORNOGEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. (2004). Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. *Materials Science & Engineering A*, v A378, n 1–2, p 24–33.

ELSPASS, W.J.; KUNZMANN, J. (1996). Design, manufacturing and verification of laminates with embedded SMA actuators. *Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering*, v 2717, p 320–329.

ENTEMEYER, D.; PATOOR, E.; EBERHARDT, A.; BERVEILLER, M. (2000). Strain rate sensitivity in superelasticity. *International Journal of Plasticity*, v 16, n 10–11, p 1269–1288.

FANG, J. (2006). The industrial application of dynamic testing for the study of metallic strength and toughness properties. *Journal de Physique IV (Proceedings)*, v 134, p 641–645.

FITOUSSI, J.; MERAGHNI, F.; JENDLI, Z.; HUG, G.; BAPTISTE, D. (2005) Experimental methodology for high strain–rates tensile behaviour analysis of polymer matrix composites. *Composites Science and Technology*, v 65, n 14, p 2174–2188.

GABRY, B.; THIEBAUD, F.; LEXCELLENT, C. (2000). Topographic study of shape memory alloy wires used as actuators in smart materials. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 11, n 8, p 592–603.

GALL, K.; YANG, N.; SEHITOGLU, H.; CHUMLYAKOV, Y.I. (2001). Fracture of precipitated NiTi shape memory alloys. *International Journal of Fracture*, v 109, n 2, p 189–220.

GONG, J.M.; TOBUSHI, H.; TAKATA, K.; OKUMURA, K.; ENDO, M. (2002). Cyclic superelastic deformation of TiNi shape memory alloy. *Materials Science Forum*, v 394-395, p 245–248.

GOVINDJEE, S.; KASPER, E.P. (1999). Computational aspects of one–dimensional shape memory alloy modelling with phase diagrams. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, v 171, n 3–4, p 309–326.

GRAESSER, E.J.; COZZARELLI, F.A. (1991). Shape–memory alloys as new materials for seismic isolation. *Journal of Engineering Mechanics*, v 117, n 11, p 2590–2608.

GUO, Y.; LIU, F.; DAI, X.; TANG, Z.; YU, J. (2003). Dynamic pseudoelastic behavior of TiNi alloys and a strain rate dependent phase transition constitutive model. *Baozha Yu Chongji/Explosion and Shock Waves*, v 23, n 2, p 105–110.

HAGE, E.; HALE, W.; KESKKULA, H.; PAUL, D.R. (1997). Impact modification of poly(butylene terephthalate) by ABS materials. *Polymer*, v 38, n 13, p 3237–3250.

HENNINGER, F.; FRIEDRICH, K. (2002). Thermoplastic filament winding with online–impregnation. Part A: Process technology and operating efficiency. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v 33, n 11, p 1479–1486.

HILL, R. Ed., (1998). *The mathematical theory of plasticity*. Oxford University Press, USA.

HUANG, W.M.; LIM, H.K. (2003). Evolution of energy dissipation and the Young's modulus in a martensite NiTi shape memory alloy wire upon cyclic loading. *Journal of Materials Science Letters*, v 22, n 20, p 1399–1400.

IADICOLA, M.A.; SHAW, J.A. (2007). An experimental method to measure initiation events during unstable stress–induced martensitic transformation in a shape memory alloy wire. *Smart Materials and Structures*, v 16, n 1, p 155–169.

ISHAK, Z.A.M.; LEONG, Y.W.; STEEG, M.; KARGER-KOCSIS, J. (2007). Mechanical properties of woven glass fabric reinforced in situ polymerized poly(butylene terephthalate) composites *Composites Science and Technology*, v 67, n 3–4, p 390–398.

IVSHIN, Y.; PENCE, T.J. (1994). A constitutive model for hysteretic phase transition behavior. *International Journal of Engineering Science*, v 32, n 4, p 681–704.

JONNALAGADDA, K.D. (1997). Local displacements and load transfer of shape memory alloys in polymeric matrices. Ph.D. thesis, *Department of Theoretical and Applied Mechanics University of Illinois at Urbana-Champaign*. Nancy R. Sottos, Advisor.

KANG, K.W.; KIM, H.J.; KIM, J.H.; KIM, H.S.; KIM, Y.S.; DO, Y.M. (2007). Impact damage resistance of glass/epoxy laminates with embedded shape memory alloy. *Key Engineering Materials*, v 345–346, pt.2, p 1529–1532.

KANG, K.W.; KIM, J.K. (2009) Effect of shape memory alloy on impact damage behavior and residual properties of glass/epoxy laminates under low temperature. *Composite Structures*, v 88, n 3, p 455–460.

KHALILI, S.M.R.; NOORAMIN, A.S.; SHIRAVI, M. (2009). Experimental characterization of composite and smart patching repaired edge cracked plate In Charpy impact. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, v 40, n 3, p 198–203.

KIESLING, T.C.; CHAUDHRY, Z.; PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1996). Impact failure modes of thin graphite epoxy composites embedded with superelastic nitinol. *Collection of Technical Papers – AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference*, v 3, p 1448–1457.

KUSTOV, S.; GOLYANDIN, S; ICHINO, A.; GREMAUD, G. (2006). A new design of automated piezoelectric composite oscillator technique. *Materials Science and Engineering A*, v 442, n 1-2, p 532–537.

LAGOUDAS, D.C. Ed., (2008). *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*. Springer, University College Station TX, USA.

LAROCCA, N.M.; HAGE JR.; E.; PESSAN, L.A. (2004). Toughening of poly(butylene terephthalate) by AES terpolymer. *Polymer*, v 45, n 15, p 5265–5277.

LAU, K.T.; LING, H.Y.; ZHOU, L.M. (2004). Low velocity impact on shape memory alloy stitched composite plates. *Smart Materials and Structures*, v 13, n 2, p 364–370.

LEO, P.H.; SHIELD, T.W.; BRUNO, O.P. (1993). Transient heat transfer effects on the pseudoelastic behavior of shape-memory wires. *Acta Metallurgica et Materialia*, v 41, n 8, p 2477–2485.

LI, H., MAO, C.; OU, J. (2005). Strain self-sensing property and strain rate dependent constitutive model of austenitic shape memory alloy: Experiment and theory. *Journal of Materials in Civil Engineering*, v 17, n 6, p 676–685.

LIANG, C.; ROGERS, C.A. (1990). One-dimensional thermomechanical constitutive relations for shape memory material. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 1, n 2, p 207–234.

LIN, P.H.; TOBUSHI, H.; TANAKA, K.; HATTORI, T.; MAKITA, M. (1994). Pseudoelastic behaviour of TiNi shape memory alloy subjected to strain variations. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 5, n 5, p 694–701.

LIN, P.H.; TOBUSHI, H.; TANAKA, K.; HATTORI, T.; IKAI, A. (1996). Influence of strain rate on deformation properties of TiNi shape memory alloy. *JSME International Journal, Series A*, v 39, n 1, p 117–123.

LIU, Y.; LI, Y.; XIE, Z.; RAMESH, K.T. (2002). Dynamic deformation of shape-memory alloys: Evidence of domino detwinning?. *Philosophical Magazine Letters*, v 82, n 9, p 511–517.

MALECOT, P.; LEXCELLENT, C.; FOLTETE, E.; COLLET, M. (2006). Shape memory alloys cyclic behavior: experimental study and modeling. *Transactions of the ASME. Journal of Engineering Materials and Technology*, v 128, n 3, p 335–345.

MEO, M.; ANTONUCCI, E.; DUCLAUX, P.; GIORDANO, M. (2005). Finite element simulation of low velocity impact on shape memory alloy composite plates. *Composite Structures*, v 71, n 3–4, p 337–342.

MILLER, D.A.; THISSELL, W.R.; GRAY III, G.T.; MACDOUGALL, D.A.S. (2000a). Stress-induced martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys during dynamic loading. *American Society of Mechanical Engineers, Aerospace Division (Publication) AD*, v 60, p 51–63.

MILLER, D.A.; THISSELL, W.R.; MACDOUGALL, D.A.S. (2000b). Dynamic tensile plasticity and damage evolution in shape-memory Ni–Ti. *Journal de Physique IV*, v 10, n 9, p 341–346.

MIYAZAKI, S.; OTSUKA, K. (1986). Deformation and transition behaviour associated with the R-phase in Ti–Ni alloys. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, v 17 A, n 1, p, 53–63.

MIYAZAKI, S.; IMAI, T.; IGO, Y.; OTSUKA, K. (1986). Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ni–Ti alloys. *Metallurgical Transactions A. Physical Metallurgy and Materials Science*, v 17A, n 1, p 115–20.

MIYAZAKI, S. (1990). Thermal and stress cycling effects and fatigue properties of Ni–Ti alloys, in: DUERIG, T.W., MELTON, K.N., STOECKEL, D., WAYMAN, C.M. Eds., *Engineering aspects of shape memory alloys*. Butterworth–Heinemann Ltd, London, pp. 394–413.

MUKHERJEE, K.; SIRCAR, S.; DAHOTRE, N.B. (1985). Thermal effects associated with stress-induced martensitic transformation in a Ti–Ni alloy. *Material Science and Engineering*, v 74, n 1, p 75–84.

NAITO, H.; SATO, J.; FUNAMI, K.; MATSUZAKI, Y.; IKEDA, T. (2001). Analytical study on training effect of pseudoelastic transformation of shape memory alloys in cyclic loading. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 12, n 4 SPEC. ISS., p 295–300.

NEMAT-NASSER, S.; GUO, W.G. (2006). Superelastic and cyclic response of NiTi SMA at various strain rates and temperatures. *Mechanics of Materials*, v 38, n 5-6, p 463–474.

OLANDER, A. (1932). The crystal structure of AuCd. *Zeitschrift Fur Kristallographie* 83A, 145–148.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C. Eds. (1999). *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press, UK.

PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1994a). Response of SMA hybrid composite materials to low velocity impact. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 5, n 4, p 530–535.

PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1994b). Low velocity perforating impact response of shape memory alloy hybrid composite materials. *American Society of Mechanical Engineers, Aerospace Division (Publication) AD. Adaptive Structures and Composite Materials: Analysis and Application*, v 45, p 75–84.

PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1994c). Improved impact damage resistance in adaptive shape memory alloy hybrid composite materials. *Proceedings of the SPIE – The International Society for Optical Engineering*, v 2190, p 402–409.

PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1995a). High velocity impact response of composites with surface bonded Nitinol-SMA hybrid layers. *Collection of Technical Papers - AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference*, v 3, p 2084–2094.

PAINE, J.S.N.; ROGERS, C.A. (1995b). Shape memory alloys for damage resistant composite structures. *Proceedings of the SPIE – The International Society for Optical Engineering*, v 2427, p 358–371.

PAPPADÀ, S.; RAMETTA, R.; TOIA, L.; CODA, A.; FUMAGALLI, L.; MAFFEZZOLI, A. (2009). Embedding of superelastic SMA wires into composite structures: Evaluation of impact properties. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v 18, n 5–6, p 522–530.

PARTON, H.; BAETS, J.; LIPNIK, P.; GODERIS, B.; DEVAUX, J.; VERPOEST, I. (2005). Properties of poly(butylene terephthalate) polymerized from cyclic oligomers and its composites. *Polymer*, v 46, n 23, p 9871–9880.

PARTON, H. (2006). Characterisation of the in-situ polymerisation production process for continuous fibre reinforced thermoplastics. Ph.D. thesis, *Department of Metallurgy and Materials Science, Katholieke University of Leuven*.

PAULA, A.S.; SILVA, R.J.C.; CANEJO, J.P.H.G.; MAHESH, K.K.; BRAZ FERNANDES, F.M. (2006). Tensile test fracture analysis in Ti-rich NiTi shape memory alloy. *10th Portuguese conference on fracture*.

PIECZYSKA, E.A.; TOBUSHI, H.; GADAJ, S.P.; NOWACKI, W.K. (2006a). Superelastic deformation behaviors based on phase transformation bands in TiNi shape memory alloy. *Materials Transactions*, v 47, n 3, p 670–676.

PIECZYSKA, E.A.; GADAJ, V.; NOWACKI, W.K.; TOBUSHI, H. (2006b). Phase–transformation fronts evolution for stress– and strain–controlled tension tests in TiNi shape memory alloy. *Experimental Mechanics*, v 46, n4, 531–542.

PIECZYSKA, E.; NOWACKI, W.; SAKURAGI, T.; TOBUSHI, H. (2007). Superelastic deformation properties of TiNi shape memory alloy. *Key Engineering Materials* 340–341, pt.2, p 1211–1216.

POON, C.K.; LAU, K.T.; ZHOU, L.M. (2005). Design of pull–out stresses for prestrained SMA wire/polymer hybrid composites. *Composites Part B (Engineering)*, v 36B, n 1, p 25–31.

PRAHLAD, H; CHOPRA, I. (2000). Experimental characterization of Ni–Ti shape memory alloy wires under uniaxial loading conditions. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 11, n 4, p 272–282.

QIU, Z.–X.; YAO, X.T.; YUAN, J.; SOUTIS, C. (2006). Experimental research on strain monitoring in composite plates using embedded SMA wires. *Smart Materials and Structures*, v 15, n 4, p 1047–1053.

RAVI–CHANDAR, K.; NIEMCZURA, J. (2006). Dynamics of propagating phase boundaries in NiTi. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v 54, n 10, p 2136–2161.

REID, S.R.; ZHOU, G. Eds. (2000). *Impact Behaviour of Fibre-Reinforced Composite Materials and Structures*, Woodhead Publishing Ltd., UK.

ROGERS, C.A.; ROBERTSHAW, H.H. (1988). Development of a novel smart material. *American Society of Mechanical Engineers (Paper)*, WA/DE9 5p.

ROH, J.H.; KIM, J.H. (2002). Hybrid smart composite plate under low velocity impact. *Composite Structures*, v 56, n 2, p 175–182.

ROH, J.H.; KIM, J.H. (2003). Adaptability of hybrid smart composite plate under low velocity impact. *Composites Part B (Engineering)*, v 34B, n 2, p 117–125.

SAVAGE, G.; BOMPHRAY, I.; OXLEY, M. (2004). Exploiting the fracture properties of carbon fibre composites to design lightweight energy absorbing structures. *Engineering Failure Analysis*, v 11, n 5, p 677–694.

SCHMIDT, I. (2006). A phenomenological model for superelastic NiTi wires based on plasticity with focus on strain–rate dependency caused by temperature. *Transactions of the ASME. Journal of Engineering Materials and Technology*, v 128, n 3, p 279–284.

SCHROOTEN, J.; MICHAUD, V.J.; YANJUN ZHENG; BALTA–NEUMANN, J.A.; MANSON, J.A.E. (2002). Shape memory alloy wires turn composites into smart structures I. *Material requirements. Proceedings of the SPIE*, v 4698, p 395–405, 2002.

SEUNG Y.Y.; BYEONG C.G.; HYUNG J.K. (2005). Mechanical behavior of shape memory alloy composites. *Key Engineering Materials*, v 297–300, pt.3, p 1551–1555.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. (1995). Thermomechanical aspects of NiTi. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v 43, n 8, p 1243–1281.

SHAW, J.A.; KYRIAKIDES, S. (1997). On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Materialia*, v 45, n 2, p 683–700.

SHOKUH FAR, A.; KHALILI, S.M.R.; ASHENAI GHASEMI, F.; MALEKZADEH, K.; RAISSI, S. (2008). Analysis and optimization of smart hybrid composite plates subjected to low-velocity impact using the response surface methodology (RSM). *Thin-Walled Structures*, v 46, n 11, p 1204–1212.

SUN, K.P.; KSU, K.D. (1994). On the pseudoelastic toughening of shock-resistant composite with transformable reinforcement. *Fiziko-Khimicheskaya Mekhanika Materialov*, v 30, n 4, p 45–54.

SUN, Q.P.; XU, X.J. (1994). Pseudoelastic toughening of a shock-resistant composite with transformable reinforcement. *Materials Science*, v 30, n 4, p 439–447.

SUN, S.L.; XU, X.Y.; YANG, H.D.; ZHANG, H.X. (2005). Toughening of poly(butylene terephthalate) with epoxy-functionalized acrylonitrile-butadiene-styrene. *Polymer*, v 46, n 18, p 7632–7643.

TANAKA, K. (1986). A thermomechanical sketch of shape memory effect: one-dimensional tensile behavior. *Res Mechanica*, v 18, n 3, p 251–263.

TANAKA, K.; NISHIMURA, F.; MATSUI, M.; TOBUSHI, H.; LIN, P.H. (1996). Phenomenological analysis of plateaus on stress-strain hysteresis in TiNi shape memory alloy wires. *Mechanics of Materials*, v 24, n 1, p 19–30.

TOBUSHI, H.; TANAKA, K.; HORI, T.; SAWADA T.; HATTORI, T. (1993). Pseudoelasticity of TiNi shape memory alloy (dependence on maximum strain and temperature), *JSME International Journal, Series A (Mechanics and Material Engineering)*, v 36, n 3, p 314–318.

TOBUSHI, H.; SHIMENO, Y.; HACHISUKA, T.; TANAKA, K. (1998). Influence of strain rate on superelastic properties of TiNi shape memory alloy. *Mechanics of Materials*, v 30, n 2, p 141–150.

TOBUSHI, H.; TAKATA, K.; SHIMENO, Y.; NOWACKI, W.K.; GADAJ, S.P. (1999). Influence of strain rate on superelastic behaviour of TiNi shape memory alloy. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L (Journal of Materials: Design and Applications)*, v 213, n L2, p 93–102.

TOBUSHI, H.; PIECZYSKA, E.; GADAJ, S.; NOWACKI, W.K.; HOSHIO, K.; MAKINO, Y. (2005). Characteristics of energy storage and dissipation in TiNi shape memory alloy. *Science and Technology of Advanced Materials*, v 6, n 8, p 889–894.

TSOI, K.A.; STALMANS, R.; WEVERSA, M.; SCHROOTEN, J.; MAI, Y.M. (2001). Increased impact damage resistance of shape memory alloy composites. *Proceedings of the SPIE – The International Society for Optical Engineering*, v 4234, 125–134.

TSOI, K.A.; STALMANS, R.; SCHROOTEN, J.; WEVERS, M.; MAI, Y.W. (2003). Impact damage behaviour of shape memory alloy composites. *Materials Science & Engineering A*, v A342, n 1-2, p 207–215.

ULLAKKO, K.; HUANG, J.K.; KANTNER, C.; O'HANDLEY, R.C.; KOKORIN, V.V. (1996). Large magnetic-field-induced strains in Ni<sub>2</sub>MnGa single crystals. *Applied Physics Letters*, v 69, n 13, p 1966–1968.

VAN HUMBEECK, J.; STOIBER, J.; DELAEY, L; GOTTHARDT, R. (1995). The high damping capacity of shape memory alloys. *Zeitschrift fur Metallkunde*, v 86, n 3, p 176–183.

VAN RIJSWIJK, K.; BERSEE, H.E.N. (2007). Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites – An overview. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v 38, n 3, p 666–681.

VERREY, J.; WAKEMAN, M.D.; MICHAUD, V.; MÅNSON, J.A.E. (2006). Manufacturing cost comparison of thermoplastic and thermoset RTM for an automotive floor pan. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v 37, n 1, p 9–22.

VITIELLO, A.; GIORLEO, G.; MORACE, R.E. (2005). Analysis of thermomechanical behaviour of Nitinol wires with high strain rates. *Smart Materials and Structures*, v 14, n 1, p 215–221.

WANG, L.; KOBAYASHI, T.; HARADA, Y.; TSUCHIYA, K. (2005). Fracture behavior of a shape memory alloy at high loading velocity and high temperature. *Materials Science Forum*, v 475–479, pt.5, 2005, p 4191–4194.

WEIDONG, M.; XUJUN, M.; XINGQUAN, W.; HUACHU, L.; BAODE, Q. (2007). Effect of different surface treatments on fatigue life of NiTi wires. *Materials Science Forum*, v 561–565, pt.3, p 2265–2268.

WOLONS, D.; GANDHI, F.; MALOVRH, B. (1998). Experimental investigation of the pseudoelastic hysteresis damping characteristics of shape memory alloy wires. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 9, n 2, p 116–126.

WU, K.; YANG, F.; PU, Z.; SHI, J. (1996). Effect of strain rate on detwinning and superelastic behavior of NiTi shape memory alloys. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, v 7, n 2, p 138–144.

WU, Y.; ZHONG, W.; WU, G.; ZOU, J. (2005). Low velocity impact response analysis of shape memory alloy reinforced composite beam. *Journal Wuhan University of Technology, Materials Science Edition*, v 20, n 3, p 70–73.

YAWNY, A.; OLBRICHT, J.; SADE, M.; EGGELER, G. (2008). Pseudoelastic cycling and ageing effects at ambient temperature in nanocrystalline Ni-rich NiTi wire. *Materials Science & Engineering: A*, v 481-482, n , p 86–90.

ZURBITU, J.; ARETXABALETA, L.; CASTILLO, G.; URRUTIBEASCOA, I.; AURREKOETXEA, J. (2008a). Técnicas de impacto instrumentado sobre hilos de aleaciones con memoria de forma. *Actas del X Congreso Nacional de Materiales*, p 1073–1076. ISBN: 978-84-608-0768-1.

ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; URRUTIBEASCOA, I.; AURREKOETXEA, J. (2008b). The effect of impact induced strain on the SIM transformation of superelastic NiTi shape memory alloy wires. *SMST 2008 – International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, September 21–25, 2008 Stresa, Italy*.

ZURBITU, J.; KUSTOV, S.; CASTILLO, G.; ARETXABALETA, L.; CESARI, E.; AURREKOETXEA, J. (2009a). Instrumented tensile–impact test method for shape memory alloy wires. *Materials Science and Engineering A*, v 524, n 1–2, p 108–111.

ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; URRUTIBEASCOA, I.; AURREKOETXEA, J. (2009b). Effect of impact–induced strain on the stress–induced martensitic transformation of superelastic NiTi shape–memory alloy wires. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v 18, n 5–6, p 600–602.

ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; URRUTIBEASCOA, I.; AURREKOETXEA, J. (2009c). Low–energy tensile–impact behavior of superelastic NiTi shape memory alloy wires. *Mechanics of Materials*, v 41, n 9, p 1050–1058.

ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; ARETXABALETA, L.; AURREKOETXEA, J. (2009d). Phase transformation fronts propagation during the Stress Induced Martensitic transformation in NiTi Shape Memory Alloy wires at impact strain rates. *ESOMAT 2009 - The 8th European Symposium on Martensitic Transformations*, [06038], edited by P. Šittner, L. Heller and V. Paidar, published by EDP Sciences ([www.esomat.org](http://www.esomat.org)), DOI:10.1051/esomat/200906038.

ZURBITU, J.; SANTAMANTA, R.; PICORNELL, C.; GAN, W.M.; BROKMEIER, H.G.; AURREKOETXEA, J. (2009e). Impact fatigue behavior of superelastic NiTi shape memory alloy wires. *Mechanics of materials*, (en revisión).

ZURBITU, J.; CASTILLO, G.; ARETXABALETA, L.; AURREKOETXEA, J. (2009f). Setting up of pull–out test at impact strain rates for SMA wire/pCBT adaptive composite. *ICCM–17th International Conference on Composite Materials. Edinburgh, UK. July 27–31, (ID7:3)*.

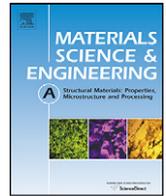




## **Anexos**

---





# Instrumented tensile–impact test method for shape memory alloy wires

J. Zurbitu<sup>a,\*</sup>, S. Kustov<sup>b</sup>, G. Castillo<sup>a</sup>, L. Aretxabaleta<sup>a</sup>, E. Cesari<sup>b</sup>, J. Aurrekoetxea<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Mechanical and Industrial Production Department, Mondragon Unibertsitatea, Loramendi 4, 20500 Mondragon, Spain

<sup>b</sup> Department of Physics, Universitat de les Illes Balears, Cra Valldemossa, km 7.5, 07122 Palma de Mallorca, Spain

## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 25 March 2009

Received in revised form 3 June 2009

Accepted 5 June 2009

### Keywords:

Impact test

NiTi

Martensitic transformation

Young's modulus

Strain rate

## ABSTRACT

New instrumented tensile–impact test method is proposed for the characterization of shape memory alloy wires in the strain-rate range from 1 to  $10^2 \text{ s}^{-1}$ . The force and the velocity evolution during the impact are registered and, based on these curves, the stress–strain response at impact may be obtained. This method is able to measure strain-rate dependent parameters, such as the direct and reverse stress-induced martensitic transformation stresses or the dissipated energy. Moreover, the accuracy of properties measured with this method, such as the Young's modulus of the austenitic phase or the permanent strain after load–unload deformation, is higher than those calculated exclusively from the integration of the force–time curves.

© 2009 Elsevier B.V. All rights reserved.

## 1. Introduction

Shape memory alloys (SMA) are interesting for impact applications due to their unique superelastic behaviour [1,2]. SMA wires embedded in polymer matrix composites have shown to be effective in improving their impact behaviour [3]. The stress-induced martensitic (SIM) transformation is exothermic, whereas the reverse transformation is endothermic. Characteristic stresses and strains of these transformations depend on the temperature, and since the strain rate could change the heat-transfer phenomena, the temperature could change during the loading–unloading path. So, the knowledge of the strain-rate effects on the mechanical properties of superelastic SMA is necessary. Standard tensile-test methods are confined to strain rates below  $0.1 \text{ s}^{-1}$  [4] and around  $1 \text{ s}^{-1}$  when servo-hydraulic test machines are used [5]. Impact studies have been carried out at strain rates higher than  $10^3 \text{ s}^{-1}$  [6–9] using Split Hopkinson Pressure Bar (SHPB) technique. Thus, in the intermediate range, from 1 to  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , relevant to many applications such as crashworthiness [10], there is a lack of experimental data. The attempts hitherto made to study the SIM transformation at these intermediate strain rates using SHPB have failed because the initial velocity of the striker bar must be set at such a low level that the amplitude of the loading pulse is not large enough to load the specimen beyond its initial transformation strain [8]. However, instrumented tensile–impact method has been applied successfully to polymer characterization in this strain-rate range

[11], and in this study, it has been proposed as a useful technique for the impact characterization of the SMA wires in the intermediate range from 1 to  $10^2 \text{ s}^{-1}$ . Moreover, the conventional instrumented tensile–impact technique has been modified and the new instrumentation is able to measure with higher accuracy parameters that are strain dependant such as the effective elastic modulus, the dissipated energy or the permanent deformation.

## 2. Experimental method and materials

In tensile–impact tests, the sample is fixed between the mobile grip and the fixed grip. When a pendulum impactor reaches the lowest point achieving the impact velocity, it hits the mobile grip and the tensile force is transmitted to the sample (Fig. 1). This force is measured at the fixed grip by a piezoelectric sensor.

The most common impact-test instrumentation is based on the registration of the force–time curve and the initial impact velocity [12]. The stress is calculated by dividing the impact force curve by the initial area of the wire. Using Newton's second law, the displacement  $\delta(t)_{\text{integrated}}$ , Eq. (1), is calculated by two successive integrations of the force data ( $F(t)$ ):

$$\delta(t)_{\text{integrated}} = \int_0^t \left( V_0 - \frac{1}{m} \int_0^t F(t) dt \right) dt \quad (1)$$

$V_0$  is the measured initial impact velocity and  $m$  is the mass of the impactor system which is accelerated during the deformation, that includes the impactor, the mobile grip and the sample mass. The sample mass (in this case <1 mg) and the mobile grip mass (30 mg for this case) are usually neglected because they are much smaller

\* Corresponding author. Tel.: +34 943 79 47 00; fax: +34 943 79 15 36.  
E-mail address: [jjurbitu@eps.mondragon.edu](mailto:jjurbitu@eps.mondragon.edu) (J. Zurbitu).

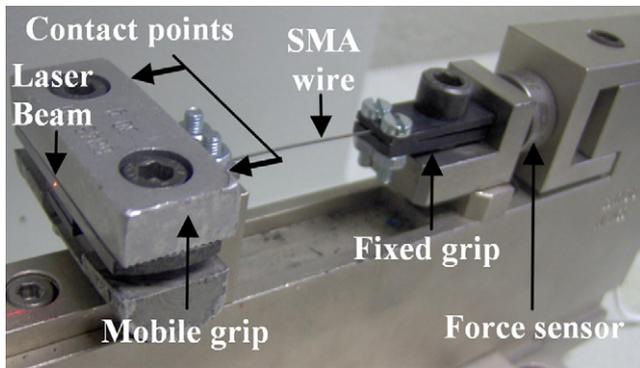


Fig. 1. Instrumented tensile-impact test configuration.

than the mass of the impactor. The strain curve can be obtained by dividing the displacement by the initial length of the sample. In the present work we propose to improve the accuracy by performing additional measurement of the velocity during the impact test with laser-based noncontacting measurement equipment (POLYTEC OFV-505). As illustrated in Fig. 1, the laser beam is focused on the mobile grip. The displacement  $\delta(t)_{\text{laser-based}}$ , Eq. (2), is calculated directly as the integration of the laser-based velocity measurement. In this case it is not necessary to know neither the initial impact velocity,  $V_0$ , nor the mass of the impactor,  $m$ :

$$\delta(t)_{\text{laser-based}} = \int_0^t V(t) dt \quad (2)$$

Tensile-impact tests were carried out in a CEAST pendulum, with an impactor mass of 1.098 kg, by varying the impact velocity from 0.35 to 3.7 m/s. The initial sample length was also varied in order to obtain a strain-rate range from 4.6 to  $116 \text{ s}^{-1}$ . The material tested in this work is a commercially available NiTi SMA, ref. NT09, nominal composition 50.9 at.% Ni, purchased from (AMT) @Medical Technologies. The material was supplied in the form of wire, 0.5 mm in diameter, showing superelastic behaviour at room temperature.

In order to evaluate the accuracy of the instrumented tensile-impact method, the dynamic Young's modulus of the austenitic phase was measured not only with the instrumented tensile-impact method but also using resonant oscillations. The latter measurements were carried at a frequency,  $f$ , of around 100 kHz with a strain amplitude  $\varepsilon_0 = 10^{-4}$ . Longitudinal resonant oscillations of the samples were produced by means of a piezoelectric ultrasonic composite oscillator technique [13]. According to Eq. (3), the parameters of ultrasonic standing waves used yield a strain-rate amplitude of around  $6 \times 10^1 \text{ s}^{-1}$ :

$$\dot{\varepsilon}_0 = 2\pi f \varepsilon_0 \quad (3)$$

The values of the effective Young's modulus were calculated, Eq. (4), from the resonant frequency of the sample,  $f_s$ , its length,  $l_s$ , and density,  $\rho$ :

$$E = 4\rho l_s^2 f_s^2 \quad (4)$$

### 3. Results and discussion

The velocity evolution during the impact test obtained by the integration of the force curve and measured by the laser is shown in Fig. 2; both tests were carried out at an impact velocity of 0.8 m/s and they are representative of all the curves obtained in the studied strain-rate range. During the impact, the velocity decreases as the deformation of the sample becomes greater. The test represented in this figure corresponds to unbroken samples, so at the point of maximum deformation, the velocity is zero. After this moment, the sample begins to recover and the velocity increases in the opposite

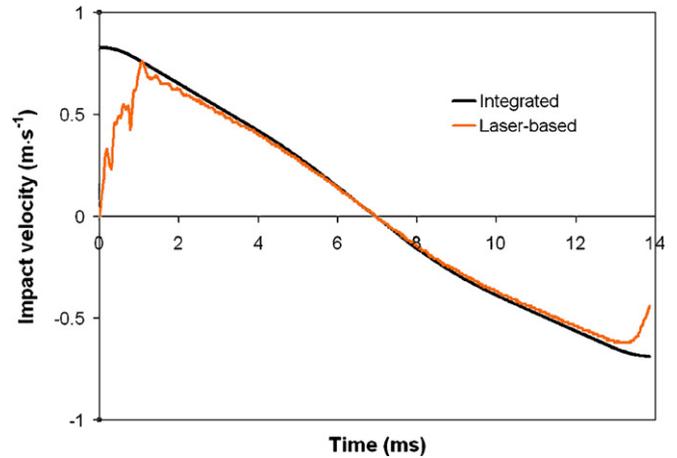


Fig. 2. Mobile grip velocity evolution obtained from the impact-force data and the measured by the laser. The test is carried out at an impact velocity of 0.8 m/s.

direction. The last point of each curve corresponds to the time when the contact between the impactor and the mobile grip is lost. This fact implies that the strain rate is not constant during the impact event and will be discussed later. During the impact, dynamic oscillations superimposed to the mean response of the material are observed due to the high contact stiffness between the impactor and the sample.

As can be seen in the curve obtained from the integration of the force data, the fact of neglecting the mass of the mobile grip and the mass of the sample implies that the velocity of the impactor is transmitted instantaneously to the sample when the first contact is produced. However, the velocity curve measured by the laser shows an initial acceleration stage (Fig. 2). The acceleration period ranges between 0.1 and 1.5 ms. Both curves are superimposed after this initial acceleration stage, and they deviate at the end of the impact event. The main consequence of the difference in the velocities at the earliest stage of the impact is that the deformation calculated based on the laser-measured velocity,  $\delta(t)_{\text{laser-based}}$ , Eq. (2), is smaller than that obtained from the integration of the force-time data,  $\delta(t)_{\text{integrated}}$ , Eq. (1). This fact is reflected by the stress-strain curve (Fig. 3) showing smaller strains with laser-based noncontacting measurement. During the loading path, the initial slope is associated to the elastic deformation of the austenitic phase. The plateau corresponds to the SIM transformation, and the second rising zone is related to the elastic deformation of the martensitic phase.

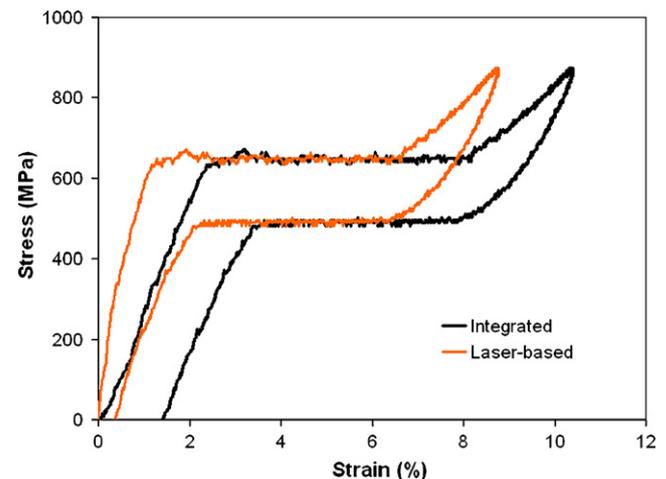


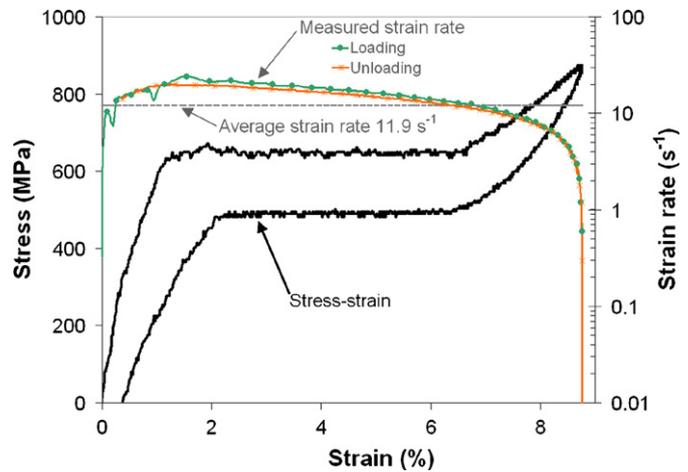
Fig. 3. Stress-strain curves obtained by integrating the force curve and integrating the laser-measured data. The impact test is carried out at an impact velocity of 0.8 m/s.

**Table 1**  
Young's modulus of the austenite ( $E_A$ ) and martensite ( $E_M$ ) phases.

	Strain rate ( $s^{-1}$ )	$E_A$ (GPa)	$E_M$ (GPa)
Quasi-static	$10^{-4}$	$60 \pm 6$	$22 \pm 2$
Based on the force data	$10^1$ – $10^2$	$47 \pm 10$	$21.3 \pm 2$
Based on the laser measurements	$10^1$ – $10^2$	$66 \pm 5$	$23.1 \pm 2$
Based on the piezoelectric ultrasonic composite oscillator technique	$6 \times 10^1$	$69 \pm 1$	–

The values reported in Table 1 represent the effective Young's modulus of the austenitic ( $E_A$ ) and the martensitic ( $E_M$ ) phases, and correspond not only to elastic, but also to anelastic strains of different origins (residual martensitic transformation, plastic and reversible anelastic strains). While the values of  $E_A$  were measured during the loading, the  $E_M$  values correspond to the effective modulus of martensite measured during the linear unloading path where mainly the elastic recovery of martensite appears. The modulus of martensite shows much higher discrepancy between the values during loading and unloading than the modulus of austenite (Fig. 3). This fact finds a clear interpretation as due to a much higher anelasticity of martensite wherein strong hysteretic effects between loading and unloading are typical, see e.g. Ref. [14]. The quasi-static values were obtained at  $10^{-4} s^{-1}$  and were carried out in a uniaxial screw-driven testing machine Instron 4206. The impact values based on the force data and based on the laser measurements were carried out at strain rates between  $10^1$  and  $10^2 s^{-1}$ . The results obtained with the piezoelectric ultrasonic composite oscillator technique, strain rate of around  $6 \times 10^1 s^{-1}$ , have been considered as the reference values because the ultrasonic method provides strain rates similar to the ones in the impact loading and the stress amplitude  $\sigma_0 = \varepsilon_0 E$  is only around 7 MPa, which is nearly two orders of magnitude below the ones required to induce the martensitic transformation. Therefore, ultrasonic data represent a reference point measured under the same strain rate as in impact tests, but in essentially elastic range. A comparison of the Young's modulus data in Table 1 shows that the accuracy of  $E_A$  obtained by the laser-measured velocity is high, since it is similar to that obtained using the piezoelectric ultrasonic composite oscillator technique and slightly higher to that of the quasi-static tests, whereas the value obtained by the integration of the force data differs considerably. So, the effects of the initial acceleration stage could not be neglected for the impact test analysis. Nevertheless, for impact  $E_M$  values obtained by both impact methods and by the quasi-static test are practically the same, which is justified by the fact that during the deformation process of the martensite (zone around the velocity curves pass from zero, Fig. 2), the velocity obtained by the integration of the force data and measured directly by the laser are very close values. Therefore, the fact of neglecting the masses of the mobile grip and the mass of the sample for the conventional instrumented tensile–impact tests technique causes wrong measures of  $E_A$ , because the initial acceleration stage is not being taken into account. This may be avoided by performing additional measurements of the deformation velocity during the impact test.

Regarding the strain-rate evolution during the impact tests, it has been said before that the strain rate is not strictly constant along the impact event. This is shown in Fig. 4, where the absolute value of the strain rate is plotted as a function of the strain for the stress–strain curve obtained with laser-based measurement shown in Fig. 3. During the most part of the test, the measured strain rate is within the same order of magnitude than the average strain rate. Only at lower and higher strains, the strain rate differs significantly from the average one. This is inherent to the load–unload tests carried out at high strain rates. For instance, something similar happens for Split Hopkinson Pressure Bar tests, where strain



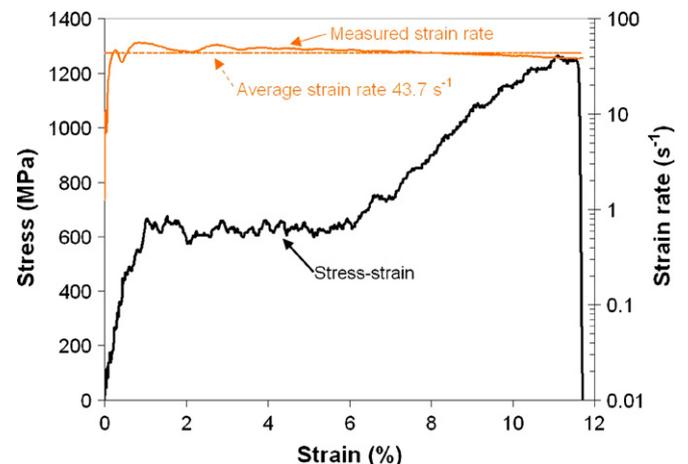
**Fig. 4.** Strain-rate evolution during an impact test which corresponds to an unbroken sample that shows direct and reverse SIM transformations.

rate cannot be kept strictly constant during the whole test, but it may be considered rather constant [7]. In case of Fig. 4, the average strain rate is  $11.9 s^{-1}$  and the standard deviation is  $3.1 s^{-1}$ .

In case of samples loaded until failure (Fig. 5) in which the strain rate does not reach zero for any strain, the standard deviation of the average strain rate with respect to the measured one is even smaller ( $2.6 s^{-1}$ ) than in the load–unload case ( $3.1 s^{-1}$ ). Thus, in any case, the strain rate during the instrumented load–unload tensile–impact tests may be considered rather constant.

The reproducibility of the new instrumented tensile–impact test was analysed through the repetition of six tests under the same initial conditions. The two impact tests shown in Fig. 6, which may be considered representative of all the tests carried out, show a good reproducibility. The standard deviation of the plateau stresses is lower than 20 MPa and similar to that observed at low strain rates, while the standard deviation of the permanent strain is 0.22%, higher than obtained at low strain rates.

In order to show the ability of the proposed test method to measure properties that are strain rate dependent, two stress–strain curves loaded until the same stress and carried out at two different strain rates are plotted in Fig. 7. The qualitative differences between the low strain-rate curve ( $10^{-4} s^{-1}$ ) and impact strain rate ( $10^1 s^{-1}$ ) are clearly observed. The transformation stresses are higher at impact than at low strain rates showing a shift in the pseudoelastic curve. The plastic strain after unloading is also higher



**Fig. 5.** Strain-rate evolution during an impact test which corresponds to a sample loaded until failure.

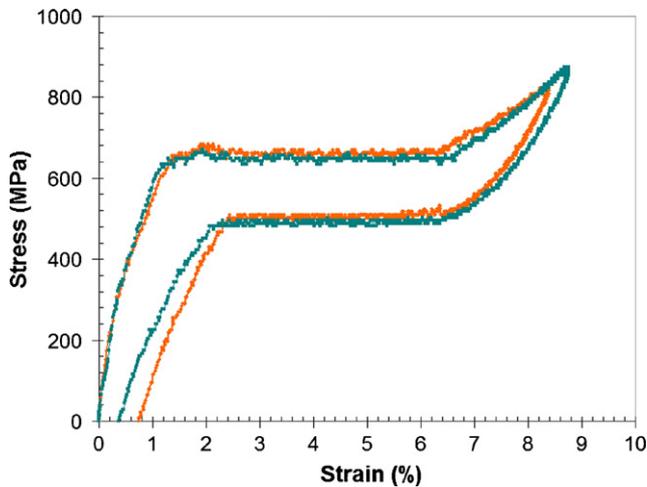


Fig. 6. Two different impact tests representative of the reproducibility of the new instrumented impact test (impact velocity 0.8 m/s).

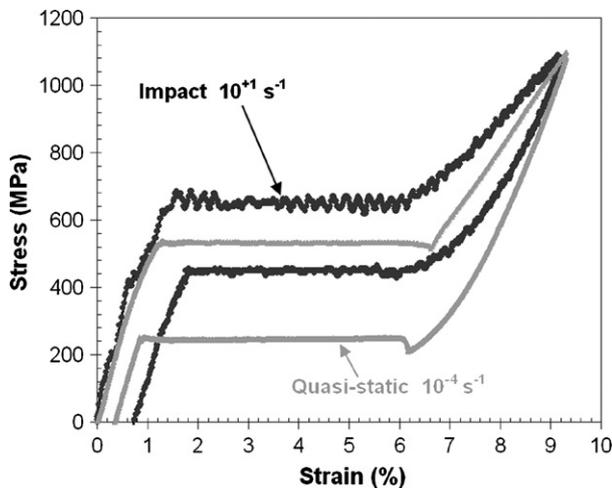


Fig. 7. Stress–strain impact curves at quasi-static ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) and impact strain rates ( $10^1 \text{ s}^{-1}$ ).

at impact while the dissipated energy, as the area enclosed in the load–unload cycle, is slightly lower at impact.

It is well known from the literature which is the evolution of the stress plateau when the strain rate is increased within the low strain-rate range [15]. At quasi-static strain rates,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  or lower, the transformation stresses may be constants because the deformation process is isothermal i.e., all the heat generated/absorbed during the direct/reverse martensitic transformation is exchanged with the grips and the surroundings. As the strain rate is increased, the time for exchanging the transformation heat with the grips and the surroundings is less, violating the isothermal condition for the transformation in a sense that a part of the transformation heat remains in a sample and increases its temperature. Therefore, the characteristic stresses of the SIM transformations also increases with the amount of the transformed austenite (transformation strain) since they depend on the temperature, so that when the strain rate is increased only a few orders of magnitude, the stress plateau gets inclined. Further increase of the strain rate by several orders of magnitude, reaching the impact range, has two important consequences. First, the transformation time is drastically reduced, and the overall deformation process can be considered close to adiabatic. Second, the velocity of the transformation front propagation may become higher than the heat exchange between transformed and not transformed parts of the sample. Therefore,

despite adiabatic mode of the transformation, the temperature at the transformation front remains constant and therefore the transformation stresses will be rather constant during transformations and higher than at quasi-static strain rates. This situation is impossible in the framework of equilibrium thermodynamics, and reflects the fact that the sample during impact test fails to be in thermal equilibrium. Then, the parallel shift of the pseudoelastic curve at impact strain rates as compared to the quasi-static deformation may be due to this rise in temperature. The study of temperature evolution during the impact is ongoing and will be the subject of a forthcoming studies. The plastic strain after unloading is slightly higher at impact than at low strain rates (Fig. 7). Nevertheless, the high dispersion of results at impact, makes not clear how the plastic strain is influenced by the strain rate. Regarding the dissipated energy per cycle, as the area of the hysteresis loop shown in Fig. 7, this is slightly lower at impact  $20.1 \pm 0.9 \text{ MJ/m}^3$ , than at low strain rates  $23 \pm 0.6 \text{ MJ/m}^3$ . This small reduction in the hysteresis is due to the higher increase in the reverse transformation stresses shown in the impact tests.

#### 4. Conclusions

The main conclusion of the present work is that the new instrumentation of the tensile–impact test method is valid for the characterization of shape memory alloy wires in the intermediate impact strain-rate range (from 1 to  $10^2 \text{ s}^{-1}$ ). The new instrumentation is able to measure parameters that are strain dependant (such as the effective elastic modulus, the dissipated energy or the permanent deformation), with higher accuracy than with the conventional instrumentation.

The use of the laser measure of the velocity during the impact depends on the property itself: whereas for the stress magnitudes (forward and reverse SIM transformations stresses) it is not necessary, for properties dependent on strain (elastic modulus, dissipated energy and plastic deformation) it is essential.

#### Acknowledgements

The authors would like to thank the Basque Government (PI2008-07, IE08-229, S-PE06MU06 and IE05-150) and the Spanish Government (TRA 2005-09318-C02-01 TAIR) for the financial support.

#### References

- [1] T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel, C.M. Wayman, *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Butterworth–Heinemann, London, 1990.
- [2] H. Funakubo, J. Kennedy, *Shape Memory Alloys*, Gordon and Breach, New York, 1987.
- [3] K.A. Tsoi, R. Stalmans, J. Schrooten, M. Wevers, Y. Mai, *Mater. Sci. Eng. A-Struct.* A342 (2003) 207–215.
- [4] H. Tobushi, E. Pieczyska, S. Gadaj, W.K. Nowacki, K. Hoshio, Y. Makino, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 6 (2005) 889–894.
- [5] H. Li, C. Mao, J. Ou, *J. Mater. Civil. Eng.* 17 (2005) 676–685.
- [6] S. Nemat-Nasser, W. Guo, *Mech. Mater.* 38 (2006) 463–474.
- [7] R.R. Adharapurapu, F. Jiang, K.S. Vecchio, G.T. Gray III, *Acta Mater.* 54 (2006) 4609–4620.
- [8] W.W. Chen, Q. Wu, J.H. Kang, N.A. Winfree, *Int. J. Solids Struct.* 38 (2001) 8989–8998.
- [9] Y. Emel'yanov, S. Golyandin, N.P. Kobelev, S. Kustov, S. Nikanorov, G. Pugachev, K. Sapozhnikov, A. Sinani, Y.M. Soifer, J. Van Humbeeck, R. De Batist, *J. Alloys Compd.* 310 (2000) 324–329.
- [10] B.L. Boyce, T.B. Crenshaw, *Servo-hydraulic Methods For Mechanical Testing in the Sub-Hopkinson Rate Regime up to Strain Rates of 500 1/s*, Sandia National Laboratories Report, SAND2005-5678, 2005, pp. 1–16.
- [11] L. Aretxabala, J. Aurrekoetxea, I. Urrutibeascoa, M. Sanchez-Soto, *Polym. Test.* 24 (2005) 145–151.
- [12] D.R. Ireland, *ASTM STP* 563 (1973).
- [13] S. Kustov, S. Golyandin, A. Ichino, G. Gremaud, *Mater. Sci. Eng. A-Struct.* 442 (2006) 532–537.
- [14] R. Stalmans, J. Van Humbeeck, in: K. Otsuka, C.M. Wayman (Eds.), *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, 1995, p. 175.
- [15] J.A. Shaw, S. Kyriakides, *J. Mech. Phys. Solids* 43 (1995) 1243–1281.



## Low-energy tensile-impact behavior of superelastic NiTi shape memory alloy wires

J. Zurbitu \*, G. Castillo, I. Urrutibeascoa, J. Aurrekoetxea

Mechanical and Industrial Production Department, Mondragon Unibertsitatea, Loramendi 4, 20500 Arrasate-Mondragón, Spain

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 9 September 2008

Received in revised form 15 June 2009

### ABSTRACT

Superelastic property of shape memory alloys (SMAs) is becoming increasingly important for impact applications due to their large recoverable strains and high capacity to dissipate energy. In this work, tensile behavior of superelastic NiTi SMA wires at impact strain rates was studied by instrumented tensile-impact technique, which allows to obtain material properties on the order of  $1-10^2 \text{ s}^{-1}$ . The results show that even at impact strain rates, martensite can be induced by tension in NiTi. At impact, a plateau stress appears during transformations similar to that at quasi-static strain rates, but 100–150 MPa higher in stress. This is due to the higher temperatures achieved during the deformation due to the close to adiabatic nature of the impact event. The influence of the strain rate over the mechanical behavior of NiTi was spread to the quasi-static strain rates so that the evolution of several parameters was also studied on the range  $10^{-5}-10^2 \text{ s}^{-1}$ . Therefore, forward stress-induced martensitic (SIM) transformation stresses ( $\sigma^{\text{Ms}}$  and  $\sigma^{\text{Mf}}$ ) and deformation energy ( $E_d$ ) increase with strain rate, but they are strain rate independent from  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  at least until  $10^2 \text{ s}^{-1}$ . Reverse SIM transformation stresses ( $\sigma^{\text{As}}$  and  $\sigma^{\text{Af}}$ ), recoverable strain energy ( $E_r$ ), and dissipated energy ( $W_d$ ) depend mainly on maximum strain achieved during the deformation, but for strains corresponding to a load–unload cycle with complete SIM transformation,  $\sigma^{\text{As}}$ ,  $\sigma^{\text{Af}}$  and  $E_r$  are higher at impact than at quasi-static strain rates, and  $W_d$  shows similar values at very low strain rates and at impact.

© 2009 Elsevier Ltd. All rights reserved.

### 1. Introduction

Shape memory alloys (SMAs), due to the reversible and diffusionless phase transformation which occurs between the martensitic and austenitic phases, possess unique properties that distinguish them from other materials; shape memory effect (SME) and superelasticity (SE). The latter property is observed in samples initially in austenitic phase. When a sufficiently large force is applied so as to achieve a certain critical stress level in the material, transformation from austenite to martensite phase occurs. This phenomenon is known as stress-induced martensitic (SIM) transformation, and leads to large recoverable deformations, at least 6%. When the force is withdrawn, the mate-

rial returns to the austenitic phase, and the sample completely recovers its original form because of the reverse SIM transformation, which occurs at a lower stress level than the forward transformation. This hysteretic behavior provides a high damping capacity and is related to the internal friction occurring during the movement of interfaces between martensitic variants and austenitic–matrix phase boundaries (Van Humbeeck et al., 1995). The properties of SMAs depend mainly on temperature, stress state, thermomechanical history, and strain rate (Otsuka and Wayman, 1998). There is a wide variety of applications exploiting these properties both in the industrial environment and in the clinical field (Otsuka and Wayman, 1998; Funakubo, 1984). Most of these applications use NiTi alloys due to their better fatigue life, higher damping capacity, and larger recoverable strain, compared with other SMAs (Duering et al., 1990). It is a fact that nowadays

\* Corresponding author. Tel.: +34 943 79 47 00; fax: +34 943 79 15 36.  
E-mail address: [j.zurbitu@eps.mondragon.edu](mailto:j.zurbitu@eps.mondragon.edu) (J. Zurbitu).

the strain-rate parameter is gaining increasing significance in more and more applications, especially the application of superelastic property. For example, for energy absorption (Tsoi et al., 2003), seismic protection of structures (Dolce et al., 2000) or health monitoring upon impact (Qiu et al., 2006). Therefore, the knowledge of the mechanical behavior of NiTi SMAs at different strain rates is crucial for the design and optimization of their applications.

The quasi-static superelastic tensile behavior has been studied in depth by different researchers from  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  to  $1 \text{ s}^{-1}$  (Chang et al., 2006; Li et al., 2005; Schmidt, 2006; Shaw and Kyriakides, 1995; Tobushi et al., 1998, 1999, 2005). This characterization has been performed classically by conventional mechanical test methods as screw-driven or servohydraulic load frames. In the same way, there are some works which have studied the behavior of SMAs at very high strain rates, up to  $10^3 \text{ s}^{-1}$  (Adharapurapu et al., 2006; Miller et al., 2000; Nemat-Nasser and Choi, 2005). Experimental techniques such as the Split Hopkinson Pressure Bar technique (SHPB) or Kolsky bar have been used to achieve these higher strain rates. However, in the intermediate range, from 1 to  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , there are only few studies that are of special interest for structural crashes (Boyce and Crenshaw, 2005). Most of them deal with the compression response of SMAs (Chen et al., 2001; Nemat-Nasser and Guo, 2006; Nemat-Nasser et al., 2005; Ogawa, 1988) and just some of them have explored the tensile behavior of these alloys, but only for the SME (Liu et al., 2002; Wang et al., 2005). Therefore, from the bibliography reviewed, a more complete characterization for SMAs over the impact range is demanded, especially for the tensile behavior of superelastic property. The reason for this scarcity of experimental results may be due to the absence of a well-established characterization methodology for this regime as was pointed out by Boyce and Crenshaw (2005). For instance, studies that attempted to achieve these intermediate strain rates using SHPB were unable to reach complete SIM transformations because the striker must be set at such a low level that the amplitude of the loading pulse is not large enough to load the specimen beyond its plateau stress level as was pointed out by Chen et al. (2001). Recently, some works have attempted to overcome this limitation. For example, the SME fracture behavior of a NiTi alloy was studied at tensile-impact strain rates using a high-speed servohydraulic machine combined with small gauge length of samples (Wang et al., 2005). In the work of Ravi-Chandar and Niemczura (2006), a superelastic NiTi strip sample was tested in a configuration similar to the SHPB, but instrumented with strain gauges in order to explore the dynamics of propagating phase boundaries at impact strain rates. In another study (Xu et al., 2006), a superelastic NiTi specimen was tested at compression with an impact testing system. It consists of an instrumented device with a piezoelectric force sensor attached to an impactor to measure the contact force during the impact. In any case, there are no studies in the reviewed bibliography which deal with the superelastic response of NiTi SMAs at impact achieving complete SIM transformation. So that, the aim of this work is to carry out the tensile characterization of superelastic NiTi SMA wires at impact strain rates over the range  $1\text{--}10^2 \text{ s}^{-1}$ , by a modified instrumented

tensile-impact device, obtaining stress–strain curves showing complete SIM transformation, incomplete SIM transformation, and failure. In addition, the characterization at lower strain rates, quasi-static characterization, was also carried out for the same alloy in order to compare the results with the dynamic case in terms of transformation stresses, dissipated energy, and superelastic strain.

## 2. Experimental procedure

### 2.1. Material

The material tested in this work is a commercially available NiTi SMA, reference NT09 (nominal composition 50.9 at.% Ni balanced with Ti), purchased from (AMT) @medical technologies. The material was supplied in the form of cold drawn wire, with average cold worked for 45% based on area reduction until 0.5 mm in diameter with a continuous straight annealing heat treatment at  $520 \text{ }^\circ\text{C}$  for 30 s in order to optimize the superelastic behavior at room temperature. The average grain size obtained from the optical micrograph analysis is  $15\text{--}20 \text{ }\mu\text{m}$ , Fig. 1. This choice was made because the wire form is commonly used by many researchers as reinforcement in composite materials, and most of them employ similar diameters, e.g., Tsoi et al. (2003).

A Mettler-Toledo 823 DSC (Differential Scanning Calorimeter) was used to determine the transformation temperatures. A specimen having a weight of about 50 mg was cut using a low speed diamond saw and placed in an Al pan with nitrogen flow in the cell. The temperature was raised from the room temperature to  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ , and then cooled down to  $-140 \text{ }^\circ\text{C}$  and heated up again to  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ . The heating and cooling rates were 10 K/min. Transformation temperatures were determined from DSC peaks using the slope line extension method, Fig. 2. The forward martensitic transformation starts at  $-31.4 \text{ }^\circ\text{C}$  and finishes at about  $-51.9 \text{ }^\circ\text{C}$  during cooling, while upon heating, the reverse transformation starts at about  $-24.6 \text{ }^\circ\text{C}$  and finishes at about  $-6.4 \text{ }^\circ\text{C}$ .

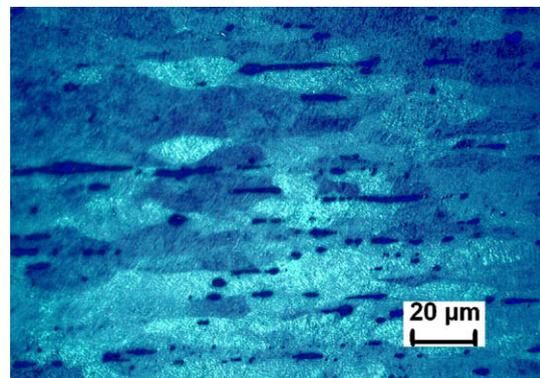


Fig. 1. Optical microscopy under polarized light, of the axial section of a NiTi wire showing an average grain size around  $15\text{--}20 \text{ }\mu\text{m}$ . The drawn direction is horizontal (etched in an aqueous solution of 5 vol.% HCl and 10 vol.%  $\text{HNO}_3$ ).

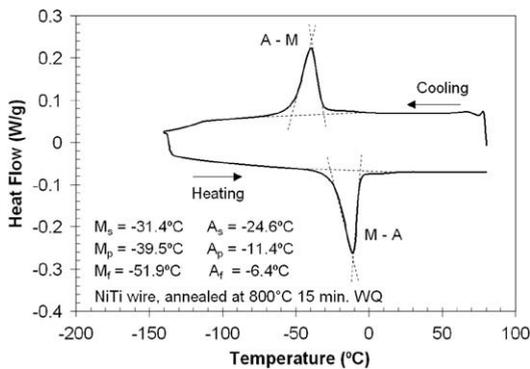


Fig. 2. DSC results of the NiTi wire in the fully annealed condition (800 °C at 15 min WQ).

## 2.2. Quasi-static experiments

For the quasi-static characterization, from  $10^{-5}$  to  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , SMA wire specimens were tested in a uniaxial screw-driven testing machine Instron 4206. Displacement-controlled tension tests were conducted by monitoring the force with a 50-kN load cell and measuring the strain by the crosshead displacement. Experiments performed using NiTi specimens of 50 mm free length, were distributed into two groups. First, samples subjected to one load–unload cycle achieving complete SIM transformation, and second, samples loaded until failure.

## 2.3. Impact experiments

For the impact experiments, a modified instrumented tensile-impact device was employed. A more detailed description of this method can be found in Zurbitu et al. (2009a). In this work, the accuracy of this technique for obtaining properties of SMA wires at impact strain rates was successfully validated. The instrumented tensile-impact device is shown in Fig. 3a and comprised a pendulum impact tester CEAST 6545.000 and a laser vibrometer POLYTEC OFV-505. The former was employed to measure the force during the impact and it consists of a pendulum with a mass that can be released from different initial heights. The purpose of the laser was to measure the strain rate during the impact. The sample was attached between a fix grip and a mobile grip, Fig. 3b, and the jaws in contact with the sample were knurled in order to avoid any slipping during the tests. When the impactor reaches the mo-

bile grip at the contact points, the sample is deformed. The load during the impact was measured by a piezoelectric force sensor attached to the fix grip, amplified by a digital signal processing system and stored in an oscilloscope. The strain was considered as the integration of the velocity measured by the laser vibrometer on the mobile grip. Impact experiments were performed with three different free lengths, 31, 67.5, and 79 mm, at different initial impactor velocities from 0.35 to 3.6 m/s, so that the initial strain rate achieved in the sample ranged from 4.5 to  $116 \text{ s}^{-1}$ . The impactor mass was kept constant, 1.098 kg, and the impact energies developed with this configuration ranged from 0.07 to 7.15 J.

## 3. Results and discussion

### 3.1. Impact results

Fig. 4 shows the impact tests results. The graphs in the first column represent the force evolution during the impact event measured by the piezoelectric sensor attached to the fix grip; in the second column, the velocity evolution of the mobile grip measured by the laser during the impact is shown, this velocity is not constant during the impact due to the energy losses; and in the last one, the engineering stress–strain curves are presented with strain calculated as the velocity integrated during the impact. Four different behaviors are presented in Fig. 4.

#### 3.1.1. Elastic deformation of the austenitic phase (Fig. 4a: impact strain rate $4.5 \text{ s}^{-1}$ )

The symmetric force graph suggests an elastic load–unload of the austenitic phase without any plastic strain or SIM transformation. This is supported by the stress–strain curve. The smooth beginning and end of the force curve may be due to the accommodation of the mobile grip when the impactor reaches it and when it loses contact. This is corroborated with the waved beginning of the velocity curve and the acceleration gap of time until the maximum velocity is reached. The very small hysteric loop observed in Fig. 4a may be due in part to the rearrangement of certain amount of R-phase variants which may be transformed from the austenitic phase at lower stresses than the stress-induced martensitic transformation (Otsuka and Wayman, 1998). The austenite/R-phase transformation is almost negligible in terms of strain and dissipated energy when it is compared with the stress-induced martensitic transformation, but it is visible in Fig. 4a as a small

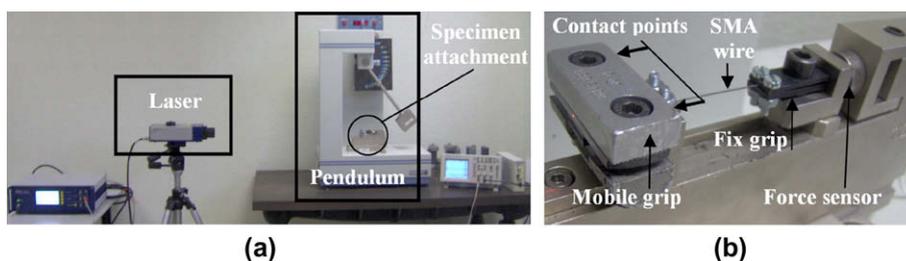
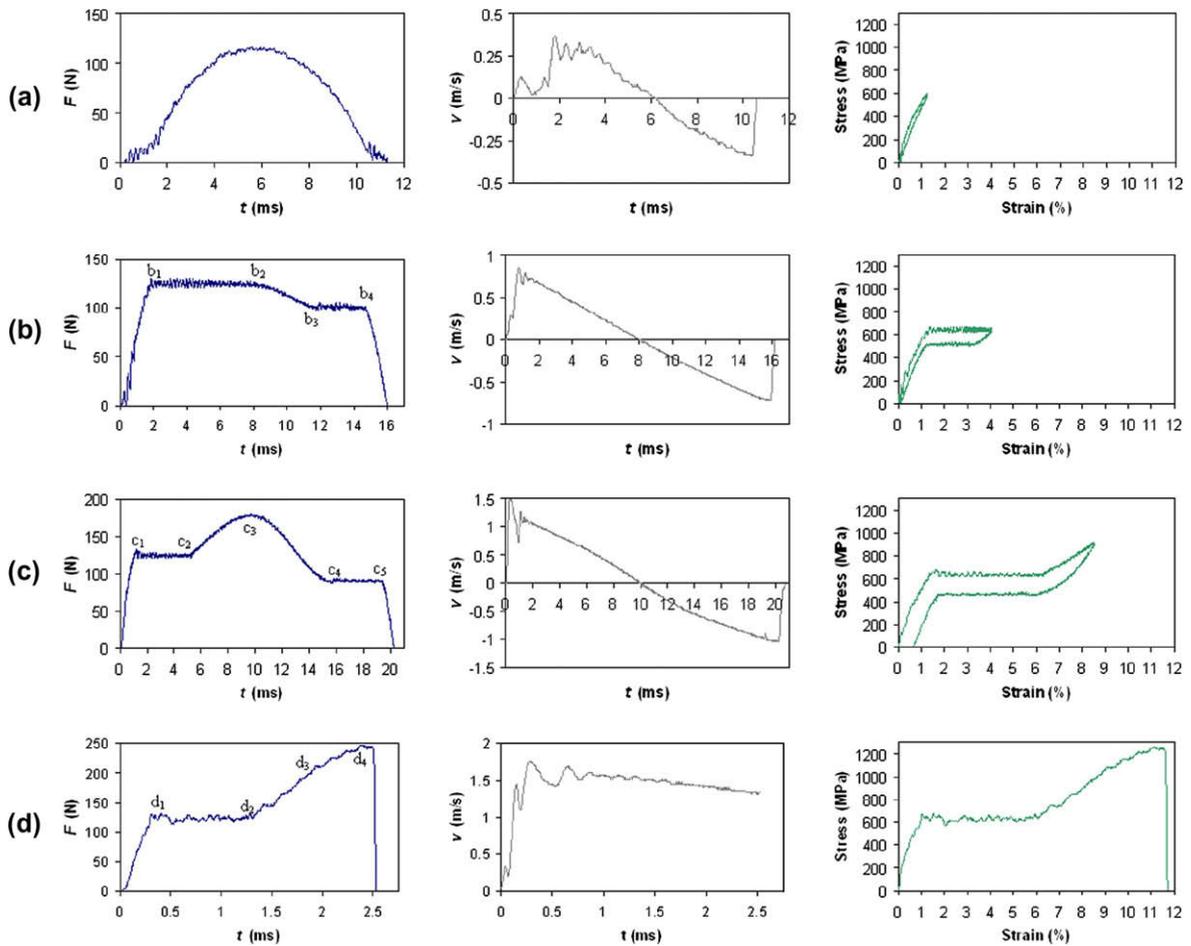


Fig. 3. Experimental setup for tensile-impact tests: (a) general view and (b) detailed view of the specimen attachment.



**Fig. 4.** Impact test results: (a) elastic deformation of the austenitic phase, (b) stress-induced martensitic (SIM) transformation, (c) SIM transformation with elastic deformation of the martensitic phase, and (d) SIM transformation until failure.

slope variation of the stress–strain curve around 0.5% in strain. Moreover, during the deformation, small defects may arise even at the elastic range due to the high stresses developed at impact (up to 600 MPa). This may explain the small plastic strain after the test shown in Fig. 4a which is lower than 0.09%. This may also explain in part the hysteretic loop.

### 3.1.2. SIM transformation. (Fig. 4b: impact strain rate $7 \text{ s}^{-1}$ )

When the impact energy increases, the SIM transformation takes place. At point (b<sub>1</sub>), when the load generated in the wire exceeds a certain limit, austenite becomes unstable and martensite starts to form. From this point until (b<sub>2</sub>), when unloading of material begins, the force necessary to induce martensite remains approximately constant. Once the unloading path begins (b<sub>2</sub>), a drop in force until (b<sub>3</sub>) is shown which corresponds with the elastic unloading of the martensitic phase. At (b<sub>3</sub>), martensite becomes unstable and the material starts to transform back to the austenitic phase. Analogous to the load path, the force necessary to transform back the martensite to austenite remains approximately constant. At a certain level (b<sub>4</sub>), all the martensitic phase is transformed into austenite and

the elastic unloading of the austenitic phase takes place. When the force is removed, the original size is recovered without significant plastic deformation.

### 3.1.3. SIM transformation with elastic deformation of the martensitic phase (Fig. 4c: impact strain rate $15.6 \text{ s}^{-1}$ )

In this case, the impact energy is enough to perform a complete SIM transformation and to go on with the strain. Beyond the SIM transformation, point (c<sub>2</sub>), the force raises due to the elastic deformation of the martensitic phase. Once the unloading path begins, at the maximum force point (c<sub>3</sub>), the elastic unloading of the martensitic phase takes place until (c<sub>4</sub>). It may be observed that the Young's modulus of martensite is higher during unloading than during loading. This behavior was also observed at quasi-static strain rates by Huang et al. (2005) and is due to the differences in deformation mechanisms. During unloading, the elastic recovery of the martensitic phase prevails, while during loading, not only elastic deformation of martensite but also strain hardening and residual transformation of austenite occurs as was pointed out by Liu et al. (2002). In this case, a plateau also appears during SIM transformation (c<sub>1</sub>–c<sub>2</sub>) and during reverse SIM trans-

formation ( $c_4$ – $c_5$ ). When the force is removed, most of the strain is recovered but small plastic deformation remains due to a small increase of dislocation density and the stabilization of small amounts of residual martensite (Shaw and Kyriakides, 1995).

### 3.1.4. SIM transformation until failure (Fig. 4d: impact strain rate $53 \text{ s}^{-1}$ )

In this test, the impact energy is large enough to produce the failure of the sample. The deformation process is similar to that shown in Fig. 4c, but with enough impact energy so that the deformation continues until failure instead of following the unloading path. In this test, once again, a plateau appears during SIM transformation ( $d_1$ – $d_2$ ), but from ( $d_2$ ), which denotes the final point of SIM transformation, the strain process continues as follows. The deformation path of martensite is divided into three parts. The first one, corresponding to the elastic deformation of the martensitic phase and transformation of residual austenite ( $d_2$ – $d_3$ ), as is suggested by Liu et al. (2002); the second one where the main deformation mechanism is the dislocation motion that generates plastic strain, as show the strain hardening ( $d_3$ – $d_4$ ), and finally the third one from the maximum force point ( $d_4$ ) until failure, in which the drop in force suggests necking in samples, which is corroborated in Fig. 5.

Once the different behaviors of superelastic NiTi SMAs at impact strain rates have been presented, the results are summarized in Fig. 6. Here, stress–strain curves at impact strain rates are shown with incomplete SIM transformation, Fig. 6a; complete SIM transformation, Fig. 6b; and tests where material breakage occurs, Fig. 6c.

### 3.2. Quasi-static vs. impact results

In Fig. 7 is shown the evolution of the stress–strain curves as the strain rate is increased from the quasi-static to the impact range, not only until failure, Fig. 7a, but also with complete SIM transformation, Fig. 7b. Focusing on stress–strain response at quasi-static strain rates (lower than  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) and impact strain rates (higher than  $10^1 \text{ s}^{-1}$ ) the behavior is similar based on the following

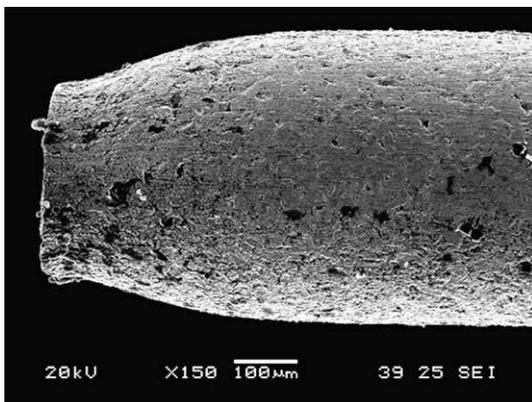


Fig. 5. Neck formed during tensile deformation until failure in NiTi wire specimen loaded at a strain rate of  $53 \text{ s}^{-1}$ .

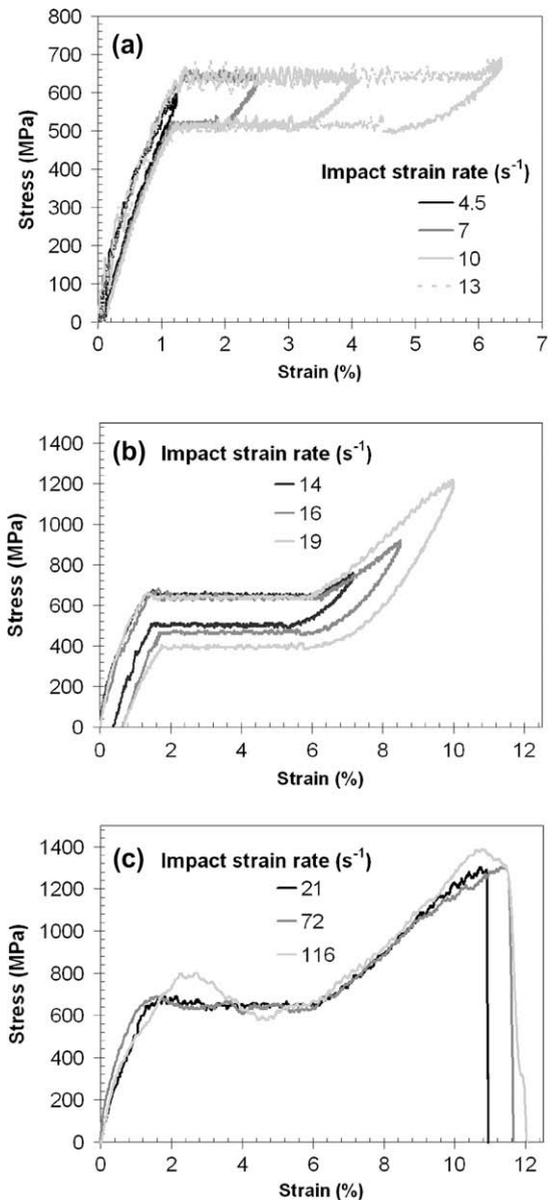


Fig. 6. Stress–strain curves of NiTi wire at impact strain rates with: (a) incomplete SIM transformation, (b) complete SIM transformation, and (c) complete SIM transformation and loaded until failure.

terms. In both of them, SIM transformation occurs at constant stress. This feature gives rise to similar plateau zones in stress–strain diagram but with the main difference that at impact, the stress necessary to induce the martensitic transformation is higher than at lower strain rates. From these tests, different parameters were studied in order to obtain their evolution as the strain rate is increased.

- $\sigma^{Ms}$ : Initiation stress for forward transformation into martensite.
- $\sigma^{Mf}$ : Completion stress for forward transformation into martensite.
- $\sigma^{As}$ : Initiation stress for reverse transformation into austenite.

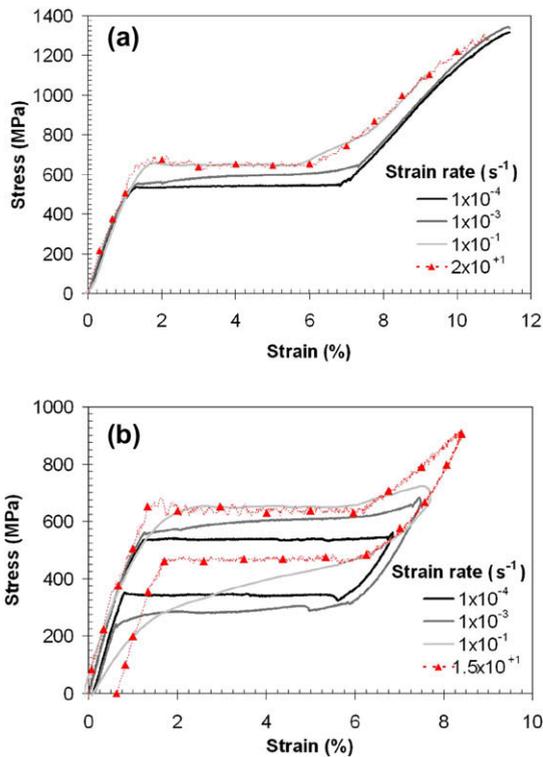


Fig. 7. Stress–strain curves of NiTi wires tested at different strain rates from quasi-static to impact range: (a) loaded until failure, and (b) subjected to a load–unload cycle with complete SIM transformation.

- $\sigma^{Af}$ : Completion stress for reverse transformation into austenite.
- $E_d$ : Deformation energy. Energy required to deform the material until the maximum strain. This energy is obtained as the area under the loading curve and denotes energy per unit volume.
- $E_r$ : Recoverable energy obtained as the area under the unloading path. Designated as the recoverable strain energy per unit volume.
- $W_d$ : Dissipated energy obtained as the area inside the hysteresis loop during one load–unload cycle. Designated as the dissipated work per unit volume.
- $\varepsilon_{SE}$ : Superelastic deformation during the SIM transformation. Designated as the strain measured along the loading stress plateau.

3.2.1. Strain-rate effect on forward SIM and reverse SIM transformation stresses

In Fig. 8, transformation stresses when strain rate varies from  $10^{-5}$  to  $10^2 \text{ s}^{-1}$  are shown. Regarding their tendencies, not only for forward,  $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$ , but also for reverse transformation stresses,  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$ , the following considerations were made.

1. There is a strain rate below which transformation stresses are not influenced by this parameter, and a plateau stress zone appears during transformations. This can be

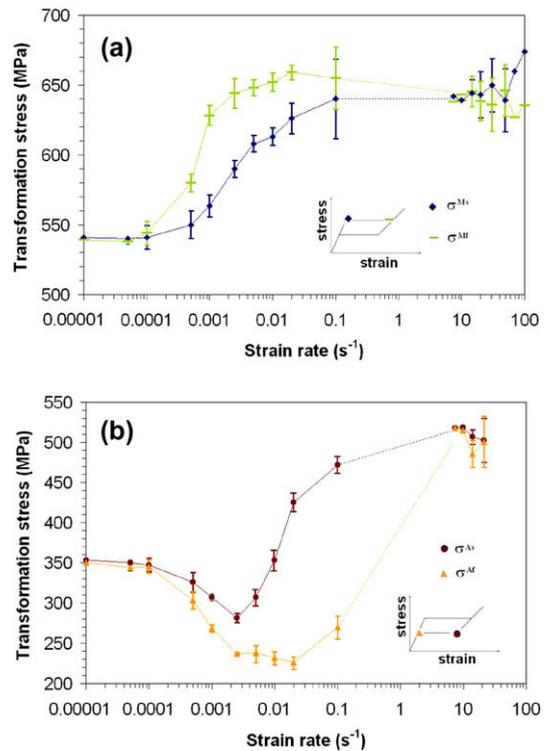


Fig. 8. Variation of the transformation stresses with strain rate: (a) forward SIM transformation stresses, and (b) reverse SIM transformation stresses for a load–unload cycle with complete SIM transformation.

defined as quasi-static limit and is located between  $10^{-4}$  and  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . The result of the studies found in the reviewed bibliography is consistent with this result (Shaw and Kyriakides, 1995).

2. For higher strain rates, in the range from the quasi-static limit,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , to  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$  increase towards stabilization, with the latter showing a higher increase than the former, Fig. 8a. Concerning  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$ , Fig. 8b, they decrease from the quasi-static limit,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , to the order of  $10^{-3}$ – $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  with the latter showing a higher decrease than the former. Due to this, slopes of the stress plateau zones raise as the strain rate increases as is shown in Fig. 7. The results are in agreement with those in the reviewed bibliography (Shaw and Kyriakides, 1995; Tobushi et al., 1998). The justification for points 1 and 2 is widely supported in the literature (Liu et al., 2002; Shaw and Kyriakides, 1995; Tobushi et al., 1999; Ogawa, 1988; Wu et al., 1996). On the one hand, it is well known that martensitic transformation is a first-order transformation, being exothermic the forward SIM transformation and endothermic the reverse SIM transformation. On the other hand, the higher the temperature is, the greater are the transformation stresses. When strain rate is below the quasi-static limit, there is enough time to allow all the transformations heat to be exchanged with the surroundings. As a result of this feature, temperature in the specimen does not vary substantially, deformation may be assumed as an isothermal process, and transforma-

tion stresses do not vary. Nevertheless, when strain rate rises, the time available to exchange the heat with the surroundings decreases. Then, during the exothermic forward SIM transformation the temperature is higher and therefore, the sample reaches higher stresses. During the endothermic reverse SIM transformation, the temperature in the sample is lower so that transformation stresses are also lower. The higher the strain rate is, the greater is this effect because the time to exchange heat is shorter. The stress variations are more severe at the end of the transformation than at the beginning since the heating of the sample becomes greater as the strain is increased. This is shown as the increment of the slope of the stress plateau, Fig. 7.

- There is a strain rate above which this parameter seems to have little influence over  $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$ , Fig. 8a. This may be due to the fact that above this limit, around  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , the overall deformation process may be considered close to adiabatic, i.e., almost all heat generated during SIM transformation is used in warming up the sample. Once the deformation process is quasi-adiabatic, the temperature may be rather constant even though the strain rate increases, and therefore transformation stresses will also be constant during transformations as is shown in Fig. 7.
- For a load–unload cycle with complete SIM transformation, when strain rate increases from the order of  $10^{-3}$ – $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  to impact values,  $10^1 \text{ s}^{-1}$ ,  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  change their tendencies and rise considerably, Fig. 8b. Some authors have already noted that at lower strain rates, there is a limit above which  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  shift their decreasing tendency and increase (Dolce and Cardone, 2001; Vitiello et al., 2005). This feature is due to the fact that during unloading, temperature in the samples may be higher than the initial temperature of the test, if the strain rate is high enough and therefore transformation stresses will be also higher. At quasi-static range, some works have already confirmed that the temperature during unloading may be higher than that at the beginning (Pieczyska et al., 2007; Ogawa, 1988).

It is worth mentioning that at impact and regardless of the strain rate,  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  depend mainly on maximum deformation achieved until unload path starts. Until complete SIM transformation is achieved,  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  are strain independent, Fig. 6a, but when maximum strain is higher than that the strain necessary to complete SIM transformation, these parameters decrease, Fig. 6b. More detailed information may be found in Zurbitu et al. (2009b). Similar decrement was reported at quasi-static strain rates (Lin et al., 1994; Tobushi et al., 1993), and it is attributed to an increase of dislocations density induced by the high stresses generated during load path, which result in internal stresses favorable for the reverse SIM transformation.

### 3.2.2. Strain-rate effect on $E_d$ , $E_r$ and $W_d$ energies

In Fig. 9,  $E_d$ ,  $E_r$ , and  $W_d$  are plotted against the strain rate from quasi-static to impact range. These results were obtained from the load–unload cycles with complete SIM transformation. There are some works that deal with dissipation energy of superelastic NiTi wires under constant

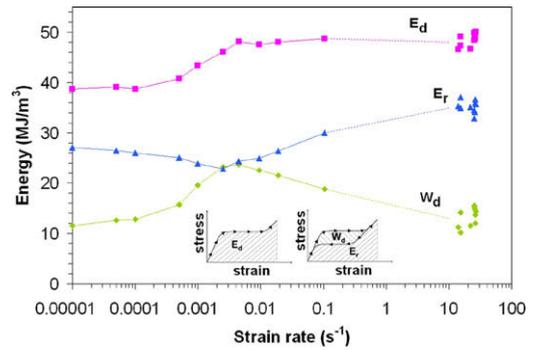


Fig. 9. Variation of the deformation energy ( $E_d$ ), recoverable strain energy ( $E_r$ ), and dissipated work ( $W_d$ ) with strain rate.

controlled temperature (Lin et al., 1996; Tobushi et al., 1999), but only a few works deal with the natural response of these alloys without controlling the temperature (Pieczyska et al., 2007; Tobushi et al., 2005). These studies are limited to the maximum strain rate of  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . In the present work, a more complete characterization was carried out until the impact strain rate range. The results, Fig. 9, show that there is a strain rate below which energies are barely influenced by this parameter,  $10^{-4}$ – $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . At higher strain rates, until the order of  $10^{-3}$ – $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $E_d$  increases,  $E_r$  decreases, and  $W_d$  increases. These tendencies are due to the variation of transformation stresses with strain rate shown in Fig. 8. Then,  $E_d$  is higher because  $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$  rise with strain rate,  $E_r$  decreases because both  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  decrease, and  $W_d$  increases as a consequence of both effects. When strain rate increases from the order of  $10^{-3}$ – $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  to impact values,  $10^1 \text{ s}^{-1}$ , the tendency of chosen parameters remains as follows,  $E_d$  barely varies,  $E_r$  increases, and  $W_d$  decreases.  $E_d$  does not change its tendency since  $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$  are almost constant in this range.  $E_r$  and  $W_d$  change their tendencies because  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  are higher at impact than at quasi-static range. Some authors have already observed this behavior for lower strain rate range, until  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (Pieczyska et al., 2007; Tobushi et al., 2005). It is worth to mention that, for complete SIM transformations without elastic deformation of martensitic phase,  $W_d$  shows similar values below quasi-static limit and at impact strain rates, reaching through a maximum between them. At impact,  $E_r$  depend mainly on the maximum deformation achieved until unload path begins due to the decrease in  $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$  as the maximum strain increase (Zurbitu et al., 2009b).

### 3.2.3. Strain-rate effect on superelastic strain $\varepsilon_{SE}$

$\varepsilon_{SE}$  is related to the deformation of the plateau stress which may be achieved at a relatively constant force. Variation of this parameter with strain rate is shown in Fig. 10. At quasi-static strain rates, the tendency is divided into two regions. At the earlier stage, from  $10^{-5}$  to  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $\varepsilon_{SE}$  increases. In the second region, from  $10^{-3}$  to  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , it decreases and tends to stabilize. At impact strain rates,  $10^1$ – $10^2 \text{ s}^{-1}$ , the parameter studied remains almost constant.

$\varepsilon_{SE}$  is mainly due to the lattice deformation during phase transformation (Otsuka and Wayman, 1998); never-

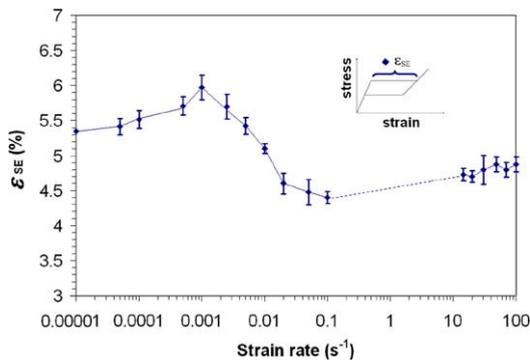


Fig. 10. Superelastic deformation,  $\epsilon_{SE}$ , at quasi-static and impact strain rates.

theless, the deformation at relatively constant stress may be influenced by other causes as a consequence of the overall response of the material, as the residual transformation of austenite, the increase of dislocation density at high loads, or the variation of temperature with strain rate. Then, the first rise shown in Fig. 10 is due to the fact that final SIM transformation occurs at higher strain levels when strain rate rises, Fig. 7b. From this point on, the decrease in  $\epsilon_{SE}$  may be due to the fact that, when strain rate increases, the stress–strain region in which residual pockets of austenite need additional stress to transform to martensite begins at a lower strain, Fig. 7b. This region, called “assisted detwinning”, was described for quasi-static strain rates (Liu et al., 2002). To conclude, it is worth mentioning that at impact,  $\epsilon_{SE}$  remains similar to that at  $10^{-1} s^{-1}$ , because during forward SIM transformation, the stress–strain response may not be affected by the strain rate in this range, Fig. 7a.

### 3.3. The origin of stress plateau at impact strain rates

The origin of the plateau stress in the stress–strain curves at impact is due to the warming of the sample since the deformation process may be considered close to adiabatic. Fig. 11 shows that the stress–strain response at impact strain rates carried out at room temperature is similar to that obtained at quasi-static strain rates carried out at 45 °C. This feature qualitatively confirms that at impact, the temperature for the overall event is higher than the initial temperature of the test, and that is rather constant during the impact. This assumption must be verified through direct measurements of temperature during impact and will be the subject of future publications.

From the quasi-static to the impact range, forward and reverse SIM transformation stress plateaus increase substantially, by about 100–150 MPa, Fig. 8. Since the transformation plateaus increase with the temperature at a stress rate of  $6.5 \pm 0.5$  MPa/K, the rather constant values of the transformation stresses observed at impact, would tally with the transformation stresses at quasi-static strain rates but around 20 °C higher in temperature, as is shown in Fig. 11. These conclusions can be generalized to the experiments carried out at strain rates up to  $72 s^{-1}$ , since for tests carried out at higher strain rates the stresses

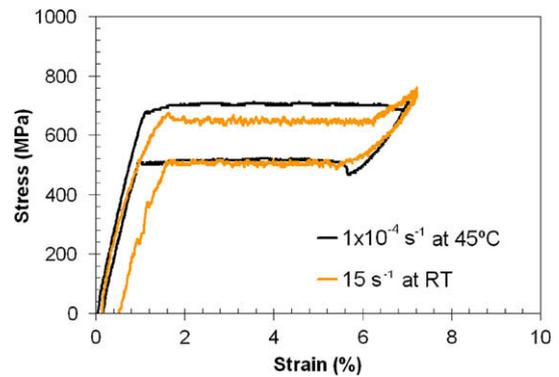


Fig. 11. Comparison between the NiTi wire behavior upon impact at room temperature and that at a quasi-static strain rate at a constant temperature of 45 °C.

achieved during forward transformation is higher than expected, Fig. 6c. It cannot be concluded if this behavior is intrinsic to the material or if it corresponds to a dynamic response linked to the impact test and superposed to the real response of the material. Nevertheless, the results obtained in this work related to the behavior associated with the deformation mechanisms of NiTi at impact may be expected until strain rates of  $10^3 s^{-1}$ , where it is known that diffusionless shear-like mechanism of deformation changes to dislocation-based slip plasticity and that NiTi SMAs tend to deform similar to an ordinary austenite metal (Nemat-Nasser and Choi, 2005).

## 4. Summary and conclusions

In this work, the instrumented tensile-impact test was successfully used to obtain the stress–strain curves of superelastic NiTi wire shape memory alloys at impact strain rates, on the order  $1-10^2 s^{-1}$ . Characterization carried out, partially covers the lack of experimental data in this issue. Tests were performed not only with complete stress-induced martensitic (SIM) transformation and superelastic recovery, but also until failure.

The experimental results show that at impact strain rates, it is still possible to induce the martensitic transformation by tension in NiTi wires. At impact, forward and reverse SIM transformations occur at constant stress similar to that at quasi-static strain rates. These impact stress plateaus may correspond to the stress values for higher temperatures which may be achieved by the sample during the impact, with the temperature being a consequence of the close to adiabatic strain process at those strain rates.

Moreover, a quasi-static characterization of the same material was carried out in order to compare some parameters between the quasi-static and impact behaviors. Forward SIM transformation stresses ( $\sigma^{Ms}$  and  $\sigma^{Mf}$ ) and deformation energy, ( $E_d$ ), increase with strain rate, but they are strain rate independent when this is higher than  $10^{-1} s^{-1}$ , at least until  $10^2 s^{-1}$ . Reverse SIM transformation stresses ( $\sigma^{As}$  and  $\sigma^{Af}$ ), recoverable strain ( $E_r$ ), and dissipated energy ( $W_d$ ) depend mainly on maximum strain achieved during transformation. For strains corresponding

to a load–unload cycle with complete SIM transformation,  $\sigma^{As}$ ,  $\sigma^{Af}$ , and  $E_f$  tend to diminish when strain rate increases, until the range  $10^{-3}$ – $10^{-2}$  s $^{-1}$ ; nevertheless, they are higher at impact.  $W_d$  rises with strain rate until the range  $10^{-3}$ – $10^{-2}$  s $^{-1}$ , but it decreases at impact. This parameter shows similar values below quasi-static limit and at impact.

## Acknowledgments

The authors thank the Basque Government (PI2008-07, IE05-150) and the Spanish Government (TRA2005-09318-C02-01/TAIR) for their financial support.

## References

- Adharapurapu, R.R., Jiang, F., Vecchio, K.S., Gray III, G.T., 2006. A systematic investigation of temperature effects on tension–compression asymmetry. *Acta Mater.* 54, 4609–4620.
- Boyce, B.L., Crenshaw, T.B., 2005. Servohydraulic methods for mechanical testing in the sub-Hopkinson rate regime up to strain rates of 500 1/s. Sandia National Laboratories Report, SAND2005-5678 1-16.
- Chang, B., Shaw, J.A., Iadicola, M.A., 2006. Thermodynamics of shape memory alloy wire: modeling, experiments, and application. *Continuum Mech. Therm.* 18, 83–118.
- Chen, W.W., Wu, Q., Kang, J.H., Winfree, N.A., 2001. Compressive superelastic behavior of a NiTi shape memory alloy at strain rates of 0.001–750 s $^{-1}$ . *Int. J. Solids Struct.* 38, 8989–8998.
- Dolce, M., Cardone, D., 2001. Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications 2. Austenite NiTi wires subjected to tension. *Int. J. Mech. Sci.* 43, 2657–2677.
- Dolce, M., Cardone, D., Marnetto, R., 2000. Implementation and testing of passive control devices based on shape memory alloys. *Earthquake Eng. Struct.* 29, 945–968.
- Duering, T.W., Melton, K.N., Stöckel, D., Wayman, C.M. (Eds.), 1990. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworths–Heinemann, London.
- Funakubo, H. (Ed.), 1984. *Shape Memory Alloys*. Gordon & Breach, New York.
- Huang, W.M., Wu, J.A., Lim, B.Y., Vahhi, I.E., 2005. V-shape in Young's modulus versus strain relationship in shape memory alloys upon mechanical loading. *J. Alloy Compd.* 390, 175–181.
- Li, H., Mao, C., Ou, J., 2005. Strain self-sensing property and strain rate dependent constitutive model of austenitic shape memory alloy: experiment and theory. *J. Mater. Civil Eng.* 17, 676–685.
- Lin, P.H., Tobushi, H., Tanaka, K., Hattori, T., Makita, M., 1994. Pseudoelastic behaviour of TiNi shape memory alloy subjected to strain variations. *J. Intel. Mater. Syst. Struct.* 5, 694–701.
- Lin, P.H., Tobushi, H., Tanaka, K., Hattori, T., Ikai, A., 1996. Influence of strain rate on deformation properties of TiNi shape memory alloy. *JSME Int. J. A-Solid M.* 39, 117–123.
- Liu, Y., Li, Y., Xie, Z., Ramesh, K.T., 2002. Dynamic deformation of shape-memory alloys: evidence of domino detwinning. *Philos. Mag. Lett.* 82, 511–517.
- Miller, D.A., Thissell, W.R., Macdougall, D.A.S., 2000. Dynamic tensile plasticity and damage evolution in shape memory NiTi. *J. Phys.* IV 10, 341–346.
- Nemat-Nasser, S., Choi, J.Y., 2005. Strain rate dependence of deformation mechanisms in a Ni–Ti–Cr shape-memory alloy. *Acta Mater.* 53, 449–454.
- Nemat-Nasser, S., Guo, W., 2006. Superelastic and cyclic response of NiTi SMA at various strain rates and temperatures. *Mech. Mater.* 38, 463–474.
- Nemat-Nasser, S., Choi, J.J., Guo, W., Isaacs, J.B., Taya, M., 2005. High strain rate small strain response of a NiTi shape memory alloy. *J. Eng. Mater. Trans. ASME* 127, 83–89.
- Ogawa, K., 1988. Characteristics of shape memory alloy at high strain rate. *J. Phys. Colloq.* 49, 115–120.
- Otsuka, K., Wayman, C.M. (Eds.), 1998. *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Pieczyska, E., Nowacki, W., Sakuragi, T., Tobushi, H., 2007. Superelastic deformation properties of TiNi shape memory alloy. *Key Eng. Mater.* 340–341 (II), 1211–1216.
- Qiu, Z., Yao, X., Yuan, J., Soutis, C., 2006. Experimental research on strain monitoring in composite plates using embedded SMA wires. *Smart Mater. Struct.* 15, 1047–1053.
- Ravi-Chandar, K., Niemczura, J., 2006. Dynamics of propagating phase boundaries in NiTi. *J. Mech. Phys. Solids* 54, 2136–2161.
- Schmidt, I., 2006. A phenomenological model for superelastic NiTi wires based on plasticity with focus on strain-rate dependency caused by temperature. *J. Eng. Mater. Trans. ASME* 128, 279–284.
- Shaw, J.A., Kyriakides, S., 1995. Thermomechanical aspects of NiTi. *J. Mech. Phys. Solids* 43, 1243–1281.
- Tobushi, H., Tanaka, K., Hori, T., Sawada, T., Hattori, T., 1993. Pseudoelasticity of TiNi shape memory alloy (dependence on maximum strain and temperature). *JSME Int. J. A-Mech. M.* 36, 314–318.
- Tobushi, H., Shimeno, Y., Hachisuka, T., Tanaka, K., 1998. Influence of strain rate on superelastic properties of NiTi shape memory alloy. *Mech. Mater.* 30, 141–150.
- Tobushi, H., Takata, K., Shimeno, Y., Nowacki, W.K., Gadaj, S.P., 1999. Influence of strain rate on superelastic behaviour of TiNi shape memory alloy. *P. I. Mech. Eng. L-J. Mat.* 213, 93–102.
- Tobushi, H., Pieczyska, E., Gadaj, S., Nowacki, W.K., Hoshio, K., Makino, Y., 2005. Characteristics of energy storage and dissipation in TiNi shape memory alloy. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 6, 889–894.
- Tsoi, K.A., Stalmans, R., Schrooten, J., Wevers, M., Mai, Y., 2003. Impact damage behaviour of shape memory alloy composites. *Mater. Sci. Eng. A-Struct.* A342, 207–215.
- Van Humbeeck, J., Stoiber, J., Delaey, L., Gotthardt, R., 1995. The high damping capacity of shape memory alloys. *Z. Metallkd.* 86, 176–183.
- Vitiello, A., Giorleo, G., Morace, R.E., 2005. Analysis of thermomechanical behaviour of Nitinol wires with high strain rates. *Smart Mater. Struct.* 14, 215–221.
- Wang, L., Kobayashi, T., Harada, Y., Tsuchiya, K., 2005. Fracture behavior of a shape memory alloy at high loading velocity and high temperature. *Mater. Sci. Forum* 475–479, 4191–4194.
- Wu, K., Yang, F., Pu, Z., Shi, J., 1996. Effect of strain rate on detwinning and superelastic behavior of NiTi shape memory alloys. *J. Intel. Mater. Syst. Struct.* 7, 138–144.
- Xu, R., Cui, L., Zheng, Y., 2006. The dynamic impact behavior of NiTi alloy. *Mater. Sci. Eng. A-Struct.* 438–440, 571–574.
- Zurbitu, J., Kustov, S., Castillo, G., Aretxabaleta, L., Cesari, E., Aurrekoetxea, J., 2009a. Instrumented tensile–impact test method for shape memory alloy wires. *Mater. Sci. Eng. A-Struct.* doi:10.1016/j.msea.2009.06.012.
- Zurbitu, J., Castillo, G., Urrutibeascoa, I., Aurrekoetxea, J., 2009b. Effect of impact-induced strain on the stress-induced martensitic transformation of superelastic NiTi shape-memory alloy wires. *J. Mater. Eng. Perform.* 18 (5), 600.



# Effect of Impact-Induced Strain on the Stress-Induced Martensitic Transformation of Superelastic NiTi Shape-Memory Alloy Wires

J. Zurbitu, G. Castillo, I. Urrutibeascoa, and J. Aurrekoetxea

(Submitted September 15, 2008; in revised form February 4, 2009)

The stress-induced martensitic (SIM) transformation of NiTi shape-memory alloy wires has been studied as a function of the maximum strain induced during tensile deformation at impact and quasi-static strain rates. The SIM transformation stresses are higher at impact than at quasi-static strain rates. Only the lower plateau strength is sensitive to the maximum strain achieved during transformation when this is higher than necessary to complete the SIM transformation. For the same maximum strain achieved, the deformation energy ( $E_d$ ) and recoverable strain energy ( $E_r$ ) are greater at impact than at quasi-static strain rates, and the dissipated energy ( $W_d$ ) is slightly lower at impact, reaching values close to those obtained at quasi-static strain rates.

**Keywords** impact, mechanical testing, NiTi, polymer matrix composites, shape-memory alloys

## 1. Introduction

Due to its high damping capacity, the superelastic (SE) property of shape-memory alloys (SMAs) in the form of wires has been required to be used as reinforcement in composite materials for improving damage resistance and damage tolerance (Ref 1) or as components for seismic protection devices (Ref 2). The effects of the maximum strain achieved during the stress-induced martensitic (SIM) transformation at quasi-static loading strain rates on the SE property is known in terms of transformation stresses (Ref 3, 4) or dissipated and recoverable strain energy (Ref 4). Nevertheless, the fate of these features when the loading occurs at higher strain rates, that is, at impact strain rates, is unknown. The aim of this work is to study the effect of the maximum strain achieved during an impact event on the SIM transformation of SE-NiTi-SMA wires.

## 2. Experimental Procedure

For the experimental tests carried out in this work, a NiTi-SMA (56 wt.% nickel) has been selected. This is a commercially available alloy in the form of wire, 0.5 mm in diameter (ref. NT09), purchased from AMT n.v. Herk-de-Stad, Belgium.

This article is an invited paper selected from presentations at Shape Memory and Superelastic Technologies 2008, held September 21-25, 2008, in Stresa, Italy, and has been expanded from the original presentation.

J. Zurbitu, G. Castillo, I. Urrutibeascoa, and J. Aurrekoetxea, Mechanical and Industrial Production Department, Mondragon Unibertsitatea, Loramendi 4, 20500 Arrasate-Mondragón, Spain. Contact e-mail: jzurbitu@eps.mondragon.edu.

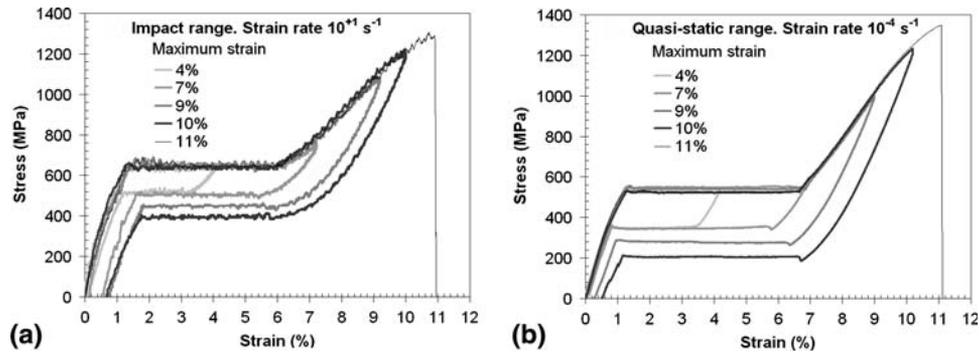
The austenitic finish temperature ( $A_f$ ), determined by tensile tests carried out at different temperatures, is about 240 K; hence, this alloy is in the austenitic phase at room temperature and shows SE behavior under stress. These specimens have been subjected to a loading-unloading cycle at impact strain rates, achieving different maximum strains.

Instrumented tensile impact tests have been carried out to obtain the stress-strain curves at impact strain rates (of the order of  $10 \text{ s}^{-1}$ ), with different energies to obtain the different maximum strains not only for incomplete, but also for complete SIM transformations (from 1% until failure occurs 11%). The experimental technique is described in detail in Ref 5. The sample is fixed between a mobile and a fixed grip. An impactor hits the mobile grip and the tensile force is transmitted to the sample. The force during the deformation is measured at the fixed grip by a piezoelectric sensor and the stress is calculated by dividing the impact force curve by the initial section of the wire. The displacement is calculated as the integration of the deformation velocity measured during the impact test with laser-based noncontacting measurement equipment and the strain is obtained by dividing this displacement by the initial length of the sample. Moreover, quasi-static tensile tests (at strain rates of  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) for the same maximum strains have also been carried out to facilitate comparison of the results at low and high strain rates. These tests have been carried out in a uniaxial screw-driven testing machine Instron 4206. Displacement-controlled tension tests have been conducted by monitoring the force with a 50-kN load cell and measuring the strain by the crosshead displacement. Both quasi-static and impact experiments have been carried out at room temperature.

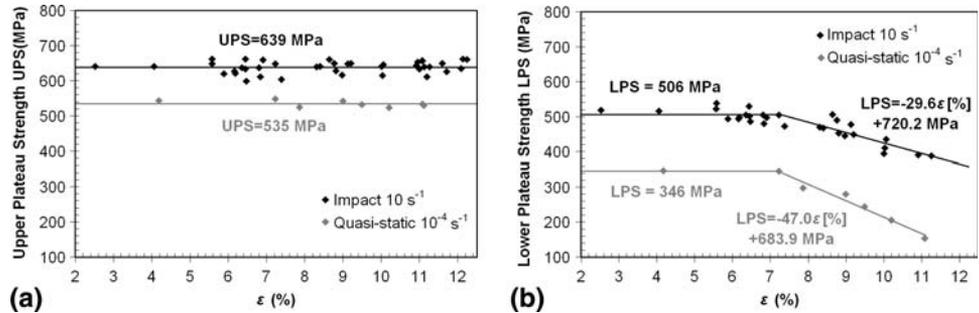
## 3. Results and Discussion

### 3.1 SE Stress-Strain Response Based on the Maximum Induced Strain

The SE behavior of NiTi is shown in Fig. 1 for different loading-unloading cycles in which different maximum strains



**Fig. 1** Stress-strain response of NiTi obtained for different maximum strains. (a) At impact strain rates and (b) At quasi-static strain rates



**Fig. 2** Plateau strength as function of the maximum strain achieved during deformation of NiTi. (a) UPS and (b) LPS

are achieved. With the aim of studying and comparing the SIM transformation stresses as a function of the maximum strain achieved during deformation, it has been used for each test a specimen without any previous deformation. This avoids any accumulation of defects which are favorable for the following transformations, leading to a decreasing of the transformation stresses. The waved response shown in the impact curves is due to local oscillations in the stress-strain curve associated with the dynamic response of the impact test, which are superimposed on the mean response of the material.

Experiments carried out at impact strain rates are shown in Fig. 1(a), and in Fig. 1(b) tests at quasi-static strain rates are shown. In both cases, the appearance of plateau zones indicates that SIM transformation is observed during deformation, yielding incomplete transformations (4% of maximum strain), complete SIM transformations (7%), complete transformations and elastic deformation of the martensitic phase (9%), and failure of specimens (11%). The residual plastic strain in impact loaded specimens is slightly higher at impact than at quasi-static strain rates (Fig. 1). This may be attributed in part due to higher stresses developed during the impact tests, that generates more defects and causes more plastic deformation, but also due to a very small slippage of the specimen at the grips, difficult to avoid due to the dynamic nature of the impact experiment.

### 3.2 The Effect of Maximum Strain Achieved on the Transformation Stresses

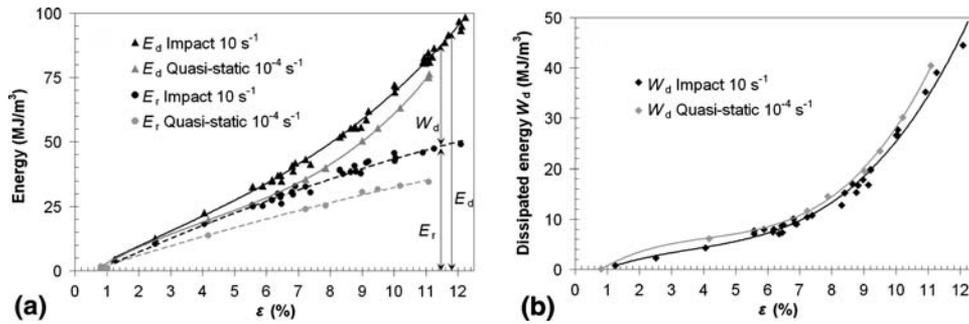
The upper plateau strength (UPS), measured as the forward transformation stress at 3% strain during the loading process, and the lower plateau strength (LPS), measured as the reverse transformation stress at 2.5% strain during unloading are

plotted as functions of the maximum strain achieved during deformation (Fig. 2). The local oscillations observed in the impact stress-strain curves, Fig. 1, contribute to a higher scatter data points at impact than at quasi-static strain rates in Fig. 2.

The UPS is around 20% higher at impact than at quasi-static strain rates (Fig. 2a) as a result of the self-heating process, which is due to the exothermic character of the forward SIM transformation. The LPS is also higher at impact but depends mainly on the maximum deformation achieved until the unloading process starts (Fig. 2b). At strains lower than 7%, when the SIM transformation is not complete, the LPS remains constant and is strain independent. However, when the impact energy is sufficient for completing the SIM transformation, at strains higher than 7%, this trend changes and the reverse SIM transformation stress diminishes linearly as the strain increases. This may be attributed to the high stresses generated during the loading process, which generates internal stresses that are favorable for reverse SIM transformation, similar to the stress reduction that occurs while cycling SE-NiTi (Ref 6, 7). In the present work, a similar trend has been found at quasi-static strain rates, with the difference that the stresses at impact are higher, and the rate at which the LPS decreases with strain is lower at impact strain rates (Fig. 2b). The quasi-static results shown here match well with those observed in reviewed literature (Ref 3, 4).

### 3.3 The Effect of Maximum Strain Attained on the Deformation, Dissipated and Recoverable Energies

The deformation energy ( $E_d$ ), the energy required to deform the material until the maximum strain, obtained as the integration of the force during loading along the deformation



**Fig. 3** Significant energies as function of the maximum strain achieved during deformation of NiTi. (a) Deformation energy ( $E_d$ ) and recoverable strain energy ( $E_r$ ). (b) Dissipated energy ( $W_d$ )

of the sample from zero to the maximum strain; and the recoverable strain energy ( $E_r$ ), the energy recovered during unloading from the maximum strain until the zero stress state, as the integration of the force during unloading along the deformation of the sample from the maximum strain to zero, are plotted as function of the maximum strain achieved during deformation (Fig. 3a).

Each test is represented in the graph with its respective mark, and the superimposed smooth line shows the average tendency. Results from the impact tests show that  $E_d$  and  $E_r$  increase with the maximum strain reached and are higher at impact than at quasi-static strain rates, with average higher values at impact of 7.8 and 11 MJ/m<sup>3</sup> of SIM transformed material, respectively. Similarly, the dissipated energy ( $W_d$ ), the difference between  $E_d$  and  $E_r$ , is plotted as a function of the maximum strain (Fig. 3b).  $W_d$  also increases throughout the strain range studied, but the value is slightly lower at impact strain rates. For the same maximum strain attained, the average difference between the impact and quasi-static values of  $W_d$  is 3.2 MJ/m<sup>3</sup> of SIM transformed material. This implies similar values of  $W_d$  at impact and at quasi-static strain rates for complete SIM transformations. Nevertheless, the difference may be higher in relative terms for incomplete SIM transformations.

## 4. Conclusions

This study addresses the effect of the maximum strain achieved at impact strain rates, compared with quasi-static strain rates, on the SE behavior of NiTi in terms of stress-induced martensitic transformation stresses; and deformation, recoverable and dissipated energies. The results are summarized as follows:

1. The UPS is higher at impact than at quasi-static strain rates because of self-heating due to the exothermic character of the forward SIM transformation.
2. The LPS is also higher at impact and depends on the maximum strain achieved during deformation. For strains lower than that necessary for completing the SIM

transformation, LPS remains constant. Nevertheless, for higher values of strain, LPS diminishes linearly as the strain increases.

3. Deformation energy ( $E_d$ ), recoverable strain energy ( $E_r$ ), and dissipated energy ( $W_d$ ) increase as the maximum strain achieved during deformation becomes greater.
4.  $E_d$  and  $E_r$  are higher at impact than at quasi-static strain rates, but  $W_d$  is lower. For the latter parameter, the results of the quasi-static and impact states are similar.

## Acknowledgment

The authors thank the Basque Government for its financial support for the study (PI2008-07, IE05-150).

## References

1. K.A. Tsoi, R. Stalmans, J. Schrooten, M. Wevers, and Y. Mai, Impact Damage Behaviour of Shape Memory Alloy Composites, *Mat. Sci. Eng. A Struct.*, 2003, **A342**(1–2), p 207–215 (in English)
2. M. Dolce and D. Cardone, Mechanical Behaviour of Shape Memory Alloys for Seismic Applications 2. Austenite NiTi Wires Subjected to Tension, *Int. J. Mech. Sci.*, 2001, **43**(11), p 2657–2677 (in English)
3. P.H. Lin, H. Tobushi, K. Tanaka, T. Hattori, and M. Makita, Pseudoelastic Behaviour of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Strain Variations, *J. Intel. Mat. Syst. Str.*, 1994, **5**(5), p 694–701 (in English)
4. H. Tobushi, K. Tanaka, T. Hori, T. Sawada, and T. Hattori, Pseudoelasticity of TiNi Shape Memory Alloy (Dependence on Maximum Strain and Temperature), *JSME Int. J. A Mech. M.*, 1993, **36**(3), p 314–318 (in English)
5. J. Zurbitu, L. Aretxabaleta, G. Castillo, I. Urrutibeaskoa, and J. Aurrekoetxea, Técnicas de Impacto Instrumentado Sobre Hilos de Aleaciones con Memoria de Forma (Instrumented Tensile Impact Techniques Applied to Shape Memory Alloy Wires), *X Congreso Nacional de Materiales*, 2008, **2**, p 1073–1076 (in Spanish)
6. S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, and K. Otsuka, Effect of Cyclic Deformation on the Pseudoelasticity Characteristics of Ni-Ti Alloys, *Acta. Metall. Mater.*, 1986, **17**, p 115–120 (in English)
7. S. Miyazaki, Thermal and Stress Cycling Effects and Fatigue Properties of Ni-Ti Alloys, *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stoeckel and C.M. Wayman, Eds. (London), Butterworth-Heinemann Ltd, 1990, p 394–413



# Phase transformation fronts propagation during the stress induced martensitic transformation at impact strain rates in NiTi shape memory alloy wires

J. Zurbitu<sup>a</sup>, G. Castillo, L. Aretxabaleta, J. Aurrekoetxea

Mechanical and Industrial Production Department, Mondragon Unibertsitatea, 20500 Mondragon, Spain

**Abstract.** Propagation of phase transformation fronts during the stress induced martensitic (SIM) transformation at impact strain rates, on the order of  $10 \text{ s}^{-1}$ , was observed *in situ* by measuring changes in infrared radiation on the surface of superelastic NiTi wires. The exothermic/endothermic character of the forward/reverse SIM transformation changes the local temperature making visible the nucleation and propagation of phase transformation fronts. The nucleation during forward SIM transformation usually occurs at both ends of the sample near the grips, where stress concentrations are unavoidable. During unloading, nucleation of the reverse SIM transformation takes place at point where the forward SIM transformation was finished. At impact no more nucleations were observed so that only the phase transformation fronts arising from the mentioned nucleations appear. In the non-transformed zone, the temperature remains similar to that observed for the test in which only the elastic deformation of the austenitic phase occurs. This feature shows that the SIM transformation at impact strain rates is inhomogeneous and, similarly to that observed at very low strain rates, lower than  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , when the deformation may be considered as an isothermal process and the temperature in the sample remains almost constant, no multiple transformation fronts appear as is observed when strain rate is on the order of  $10^{-4}$ - $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . For specimens cycled at impact, the nucleation at the beginning of the SIM transformation occurs at several locations and during the deformation more nucleation points arise since the stress necessary to initiate another nucleations is lower than necessary to continue the propagation of the active fronts. These locations are similar for different cycles showing that they do not arise by chance, but rather because there are locations more favourable for the nucleation.

## 1. Introduction

Recently, shape memory alloys (SMA) are becoming increasingly important for impact applications due to their large recoverable strains and high capacity to dissipate energy. For instance, these alloys are highly attractive for energy absorption/storage, impact damping or seismic protection [1-3]. Nevertheless, the thermomechanical behaviour of these alloys at impact strain rates, on the order  $1$ - $10^2 \text{ s}^{-1}$ , is not yet well known and only a few works deal with the dynamics of propagating phase boundaries at impact strain rates [4], while the maximum strain rate at which the transformation fronts have been observed via infrared radiation has been  $10^2 \text{ s}^{-1}$  [5,6]. In the present work, the phase transformation fronts at impact strain rates, on the order  $10 \text{ s}^{-1}$ , were observed on the surface of NiTi wires via thermographic observations. The stress-strain response was simultaneously registered with the thermographic observations in order to link the evolution of the transformation fronts with the mechanical behaviour.

## 2. Experimental procedure

Infrared thermographic pictures were taken at a frame rate of 1250 Hz with a high speed thermographic camera Flir Titanium 550M during tensile deformation of NiTi wires at impact strain rates. The impact tests were carried out with an instrumented tensile impact device. The whole experimental set-up is shown in figure 1. It consists on an impactor which deforms the sample by hitting a mobile grip at which the sample is attached. The impact force is measured by a piezoelectric sensor ICP<sup>®</sup> quartz force ring attached to the other grip which is fixed. The measurement of the deformation during the impact was carried out with a laser-based noncontacting measurement equipment Polytec OFV-505. More detailed information of the instrumented tensile impact test applied to SMA wires may be found in [7]. During deformation, simultaneous measurements of infrared

---

<sup>a</sup> email: [jjzurbitu@eps.mondragon.edu](mailto:jjzurbitu@eps.mondragon.edu)

radiation, force and deformation were performed so that the transformation fronts may be visible while it is known the stress-strain state. For each test of the experimental work, a commercially available NiTi wire, ref. NT09, purchased from (AMT) @medical technologies, of 80 mm in free length and 0.5 in diameter was used. The transformation temperatures of the sample are below zero showing superelastic behaviour at room temperature. The tensile-impact tests were carried out at room temperature with an impactor mass of 1.098 kg. They were performed at different impact energies by varying the impact velocity from 0.77 to 1 m/s in order to achieve different maximum strains keeping the strain rate during the test on the order of  $10 \text{ s}^{-1}$ .

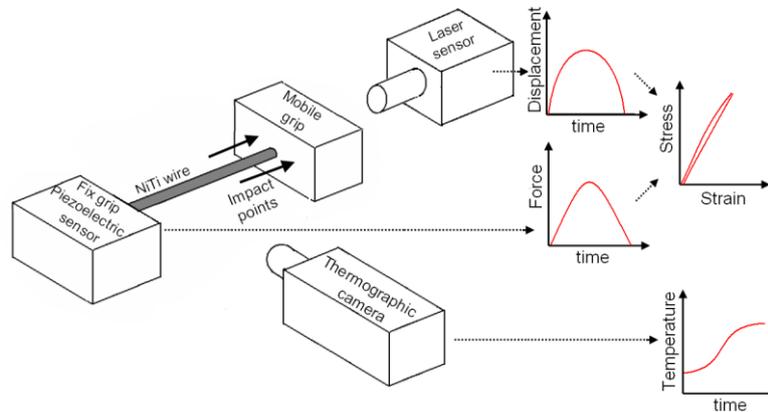


Fig. 1. Schematic diagram of the experimental set-up.

### 3. Results

At impact strain rates, the nucleation of the forward stress induced martensitic (SIM) transformation occurs at the site having the highest stress, which is usually at the grips where stress concentrations are unavoidable. Once the nucleation has occurred, the transformation fronts from the austenitic to the martensitic phase moves towards the middle of the sample, figure 2b. No more nucleations were observed during the forward SIM transformation at impact strain rates, and in the zone of the sample where the front does not go through, the temperature remains similar to that observed for the test in which only the elastic deformation of the austenitic phase occurs. During unloading, the nucleation of the reverse SIM transformation takes place at point where the forward transformation was finished. The confluence of the forward transformation fronts originates a discontinuity in the crystal lattice which is favourable for the nucleation of reverse SIM transformation.

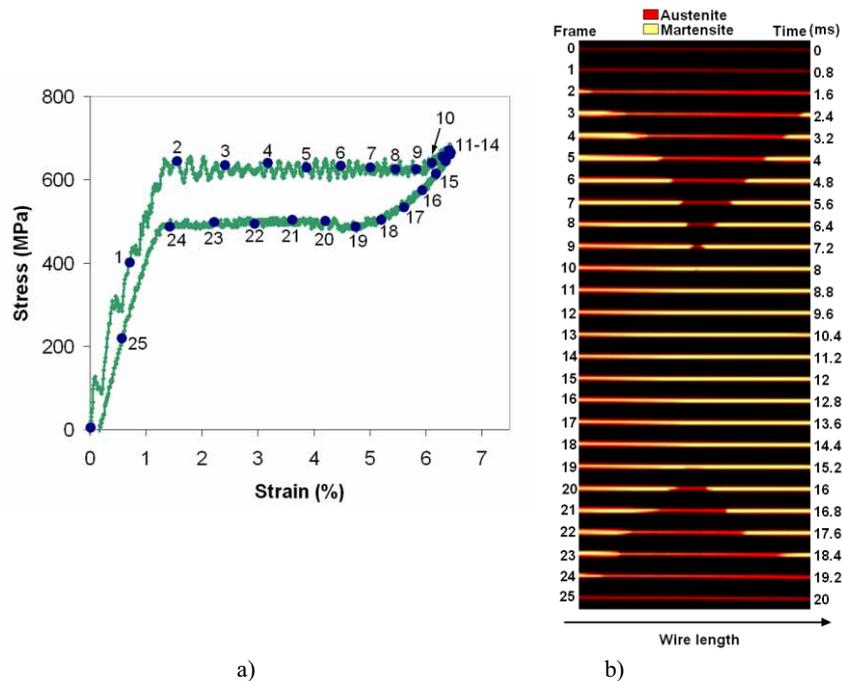
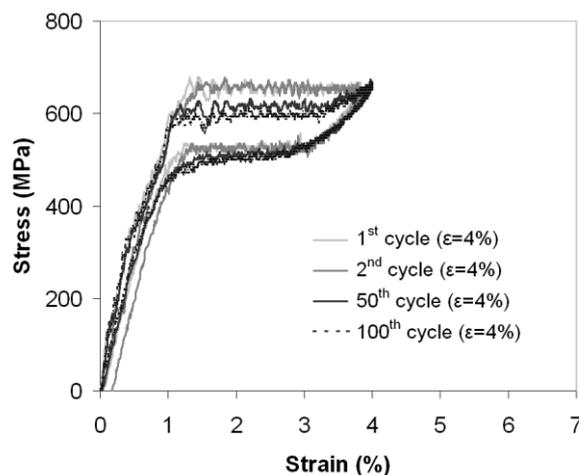


Fig. 2. NiTi wire phase transformation fronts evolution during the complete martensitic transformation ( $\epsilon=6.5\%$ ), induced at impact strain rate ( $10 \text{ s}^{-1}$ ). a) Stress-strain curve. b) Thermographic pictures taken every 0.8 ms.

This feature shows that the SIM transformation at impact strain rates is inhomogeneous, similarly to that observed at very low strain rates,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  or lower [8,9], and no multiple transformation fronts appear as is observed when strain rate is on the order of  $10^{-4}$ - $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  [5]. It is well known that when the deformation is performed at very low strain rates, there is enough time to allow all the transformation heat to be exchanged with the surroundings being the temperature in the sample almost constant. Then, the nucleation only appears at the grips and only one or two fronts appear during SIM transformation [8,9]. Nevertheless when the strain rate is increased, up to  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , the number of transformation fronts are multiplied. This occurs because at higher strain rates, part of the heat generated during SIM transformation cannot be released to the surroundings and is spent in warming up the transformed zone. This leaves cooler regions in the sample where stress necessary to generate another nucleation is lower than necessary to continue the propagation of the active fronts, so that new nucleations appear. As strain rate is increased, the deformation process is closer to the adiabatic condition, and self-localized heating may be more intense, generating more and more new fronts [5]. Nevertheless, in this work it is shown that this explanation is not valid at impact strain rates since no multiple transformation were observed. This may be due to the fact that at impact, the deformation time is so small, 15-20 ms, that there is not enough time to allow another nucleations to be formed, making it easier to continue with the initial fronts. It seems that at impact, the stress necessary for a new nucleation in the non-transformed zone is higher than necessary to continue the propagation of the previously generated fronts. In order to study in depth this idea another test was performed. A sample was deformed at impact until 4% in strain (around half of the SIM transformation). This deformation cycle was repeated 100 times and the data was recorded for the 1<sup>st</sup>, 2<sup>nd</sup>, 50<sup>th</sup> and 100<sup>th</sup> cycles, figure 3.



**Fig. 3.** Stress-strain curves of NiTi deformed up to half of the SIM transformation for several cycles. Strain rate  $10^{+1} \text{ s}^{-1}$ .

For the first cycle only one propagation front appears, figure 4a, similarly to that occurred for the second cycle. The only nucleation occurs at a grip and propagates approximately until the middle of the sample. Nevertheless, it may be observed from the thermographic pictures of the 50<sup>th</sup> cycle, figure 4b, that with cycling the nucleation at the beginning of the forward SIM transformation occurs at several points and during the deformation another nucleation points arise. This may be due to the fact that during cycling deformation, small defects arise creating discontinuities in the crystal lattice and local stress fields that may retain certain amount of preferential oriented martensite which assists the generation of new nucleations at those locations during the subsequent transformations. Then, the stress necessary to initiate another nucleation is lower than necessary to continue the propagation of the active fronts, as show the lower transformation stresses during the SIM transformation for the 50<sup>th</sup> and the 100<sup>th</sup> cycles, figure 3. The nucleation locations for the 50<sup>th</sup> and for the 100<sup>th</sup> cycles are similar showing that the nucleation points do not arise by chance, but rather they arise at locations where the discontinuities in the crystal lattice are more favourable for the SIM nucleation.

With the aim to study what happens in the non-transformed zone, another test was performed. The specimen cycled 100 times up to 4% was deformed at impact until 6% in order to perform the complete SIM transformation, figure 5a. The thermographic pictures show that for the deformation until 4%, several nucleation locations appear similar to those occurred in the 50<sup>th</sup> cycle shown in figure 4b. Nevertheless, from the 4% to 6% in strain only two fronts propagate, one arising from the grip closer to the non-transformed zone, and another from the previously transformed zone. For the latter strain, multiple fronts do not appear because there is not any defect that may assist a new nucleation. In figure 5a is shown that the multiple nucleations occur since the stress necessary for it is lower than necessary to continue the propagation of the previously active fronts.

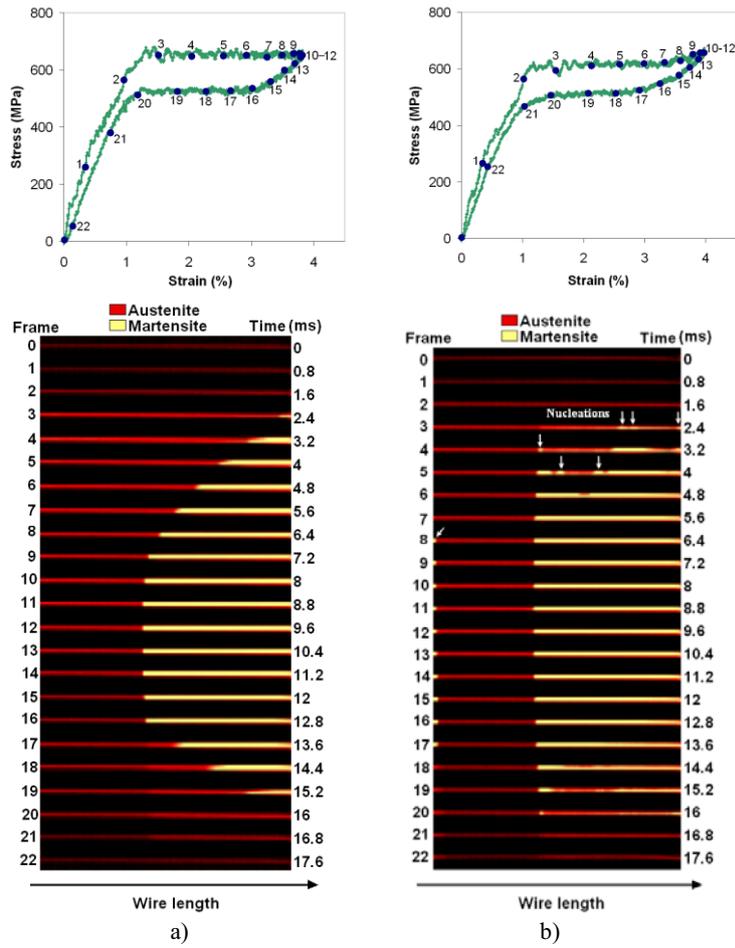


Fig. 4. NiTi wire phase transformation fronts evolution during the deformation up to half of the SIM transformation at impact strain rate ( $10 \text{ s}^{-1}$ ). a) 1<sup>st</sup> cycle. b) 50<sup>th</sup> cycle.

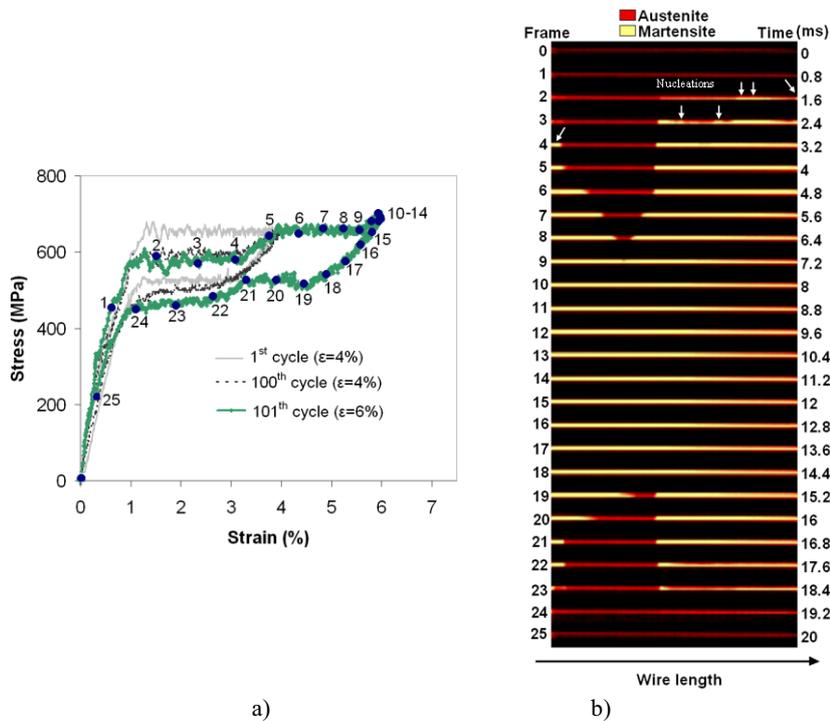


Fig. 5. NiTi wire phase transformation fronts evolution during complete SIM transformation previously cycles 100 times up to half of the transformation. Strain rate  $10 \text{ s}^{-1}$ . a) Stress-strain curve. b) Thermographic pictures taken every 0.8 ms.

## 4. Conclusions

The stress induced martensitic (SIM) transformation at impact strain rates, on the order of  $10 \text{ s}^{-1}$ , in NiTi wires is inhomogeneous similarly to that observed at very low strain rates, lower than  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . The nucleation of the forward SIM transformation occurs at the grips because of the stress concentrations, and the front transformations travel through the sample until complete the SIM transformation. During unloading, nucleation of the reverse SIM transformation takes place at point where the forward SIM transformation was finished. At impact, no more nucleations were observed. When cycling, multiple transformation fronts appear because the movement of the interface austenite/martensite generate defects that may assist the subsequent transformations. Then, the stress necessary to initiate another nucleations is lower than necessary to continue the propagation of the previously active fronts.

## Acknowledgements

The authors would like to thank the Basque Government for the financial support (PI2008-07, IE05-150).

## References

- [1] Tobushi, H., Pieczyska, E., Gadaj, S., Nowacki, W. K., Hoshio, K., Makino, Y., 2005. Characteristics of energy storage and dissipation in TiNi shape memory alloy. *Sci. Technol. Adv. Mat.* 6, 889-894.
- [2] Tsoi, K.A., Stalmans, R., Schrooten, J., Wevers, M., Mai, Y., 2003. Impact damage behaviour of shape memory alloy composites. *Mat. Sci. Eng. A-Struct.* A342, 207-215.
- [3] Dolce, M., Cardone, D., 2001. Mechanical behaviour of shape memory alloys for seismic applications 2. Austenite NiTi wires subjected to tension. *Int. J. Mech. Sci.* 43, 2657-2677.
- [4] Ravi-Chandar, K., Niemczura, J., 2006. Dynamics of propagating phase boundaries in NiTi. *J. Mech. Phys. Solids* 54, 2136-2161.
- [5] Chang, B.C., Shaw, J.A., Iadicola, M.A., 2006. Thermodynamics of shape memory alloy wire: Modeling, experiments, and application. *Continuum Mech. Therm.* 18, 83-118.
- [6] Pieczyska, E. A., Tobushi, H., Gadaj, S. P., Nowacki, W. K., 2006. Superelastic deformation behaviors based on phase transformation bands in TiNi shape memory alloy. *Mater. T.*, 47, 670-676.
- [7] Zurbitu, J., Kustov, S., Castillo, G., Aretxabaleta, L., Cesari, E., Aurrekoetxea, J., 2009. Instrumented tensile-impact test method for shape memory alloy wires. *Mater. Sci. Eng. A* (2009), doi:10.1016/j.msea.2009.06.012.
- [8] Shaw, J.A., Kyriakides, S., 1995. Thermomechanical aspects of NiTi. *J. Mech. Phys. Solids* 43, 1243-1281.
- [9] Leo, P.H., Shield, T.W., Bruno, O.P., 1993. Transient heat transfer effects on the pseudoelastic behavior of shape-memory wires. *Acta Metall. Mater.* 41, 2477-2485.



# SETTING UP OF PULL-OUT TEST AT IMPACT STRAIN RATES FOR SMA WIRE/pCBT ADAPTIVE COMPOSITE

J. Zurbitu, A. Agirregomezkorta, M. Sarrionandia, G. Castillo, J. Aurrekoetxea  
Mechanical and Industrial Production Department, Mondragon Unibertsitatea  
20500 Mondragon, Spain  
jzurbitu@eps.mondragon.edu

## SUMMARY

The interfacial strength of NiTi wires/pCBT composite for impact applications has been studied. These materials are strain rate dependent, so that the effect of this parameter on the interfacial strength has been characterized by a new pull-out test method. The interfacial strength increases with the strain rate and is high enough to induce the stress induced martensitic transformation in the NiTi wires.

*Keywords: SMA; pCBT; RTM; Impact; Interface strength.*

## INTRODUCTION

The high recoverable strain (6%) and the great energy dissipation capability of the Shape Memory Alloys (SMA) are favourable to be used as reinforcement in composite materials for improving the damage resistance at low impact velocities [1-3]. For these applications, SMAs have been commonly embedded into an inherently brittle (break strain < 1%) thermoset matrix, so the best performances of SMAs have not yet been harnessed. Thermoplastic polymers are potentially better since they are more ductile and tougher. However, their main drawback is the high melt viscosity. The fabrication process may be enhanced lowering the melt viscosity to ensure the correct positioning of the reinforcements and ensuring that the matrix completely wets the reinforcement surface. This may be reached during the fabrication process with a very low viscosity matrix like pCBT. The water-like viscosity of this thermoplastic material is achieved by reactive polymerization [4]. Regarding the interfacial characterization, the single fibre pull-out test is commonly used to determine the interfacial strength of the fibre-matrix interface. This test has been applied mainly to the interface characterization of SMA/thermoset composites [5-8], and only a few works deal with the characterization of SMA/thermoplastic interface often making the comparison with the thermoset matrix [9,10]. The debonding strain rate achieved during this conventional test may be considered within the quasi-static range, with maximum strain rates achieved of 0.5 mm/s [11]. Being SMAs [12] and polymers strain rate dependent, the quasi-static pull-out characterization is not valid for the development of new composite materials for impact applications. Therefore, it is essential to have some measures of the interfacial bond strength between the SMA wire and the host matrix at impact strain rates.

## MATERIALS AND EXPERIMENTAL SET-UP

### Materials and specimens

Prepolymer (CBT160<sup>®</sup>) was supplied in form of pellets by Cyclics<sup>®</sup> Corporation, which after polymerization forms the engineering thermoplastic polybutylene terephthalate (pCBT). The reinforcement is a commercially available NiTi SMA, ref. NT09, purchased from @medical technologies (AMT). The material was supplied in the form of wire, 0.5 mm in diameter, showing superelastic behaviour at room temperature. Two different finish surface conditions were analysed to enhance the surface roughness, sandblasted and pickled. The manufacturing process of the specimens is as follows. The melted pCBT resin was poured into the mould previously heated to 240 °C and in which the NiTi wires were positioned conveniently so that they were embedded 8 mm in the pCBT matrix (6 x 12 x 20 mm<sup>3</sup>). The temperature was kept constant 20 min before water quenching.

### Experimental set-up

For quasi-static tests, specimens were tested in a uniaxial screw-driven testing machine Instron 4206, and displacement controlled tension tests were conducted at strain rate of  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . For the impact experiments, a pendulum with an impactor mass is released from certain height in order to achieve the initial impact velocity, figure 1a. All the tests have been carried out at room temperature. The pull-out specimen must be fixed between a mobile grip and a fixed grip, and when the impactor reaches the lowest point it hits the mobile grip, figure 1b, transmitting the impact energy to the interface.

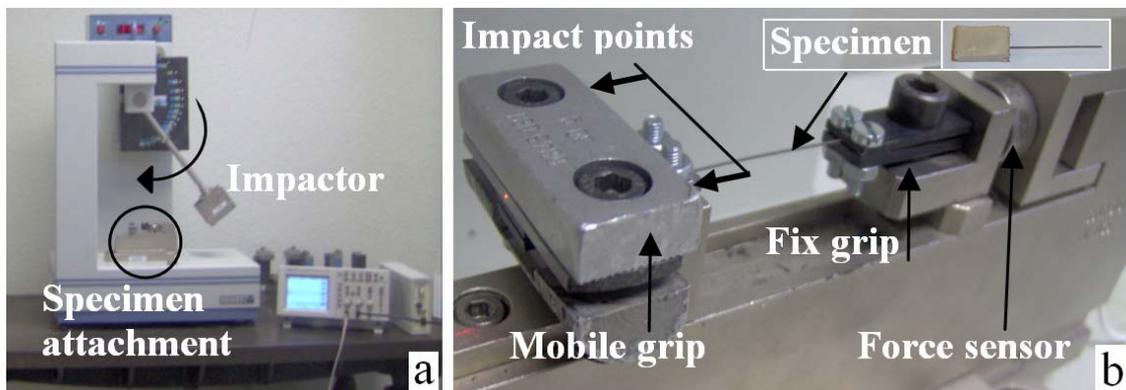


Figure 1. Experimental set up for pull-out test at impact strain rates, a) general view, b) detail of the specimen attachment .

The tensile force transmitted to the sample,  $F(t)$ , is measured at the fixed grip by a piezoelectric sensor and stored in an oscilloscope before conditioning the signal with a charge amplifier. The displacement of the mobile grip  $\delta(t)$ , may be calculated from the force-time data ( $F(t)$ ) by two successive integrations, equation 1, where  $V_0$  is the initial impact velocity and  $m$  is the mass of the impactor. The impactor mass employed was 1.098 kg and was released from an initial height so that the impact velocity was 3.7 m/s being the initial strain rate  $2 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ . The velocity evolution,  $V(t)$ , may also be calculated from the force-time data, equation 2.

$$\delta(t) = \int_0^t \left( V_0 - \frac{1}{m} \int_0^t F(t) dt \right) dt \quad (\text{Equation 1})$$

$$V(t) = V_0 - \frac{1}{m} \int_0^t F(t) dt \quad (\text{Equation 2})$$

## RESULTS AND DISCUSSION

The interfacial strength is higher at impact than at quasi-static strain rates, figure 2, and in both cases it is higher than necessary to induce the martensitic transformation by stress in NiTi wires, as is evidenced by the appearance of the transformation plateau stress zones. The plateau strength is higher at impact because of the self-heating process due to the exothermic character of the direct SIM transformation [12]. While at low strain rates there is enough time to release all the heat generated during the martensitic transformation to the surroundings, at impact, the time is drastically reduced ( $< 1\text{ms}$ ) being the deformation process totally adiabatic so that the transformation heat cannot be released from the reinforcements and is spent in warming up them increasing the transformation stress.

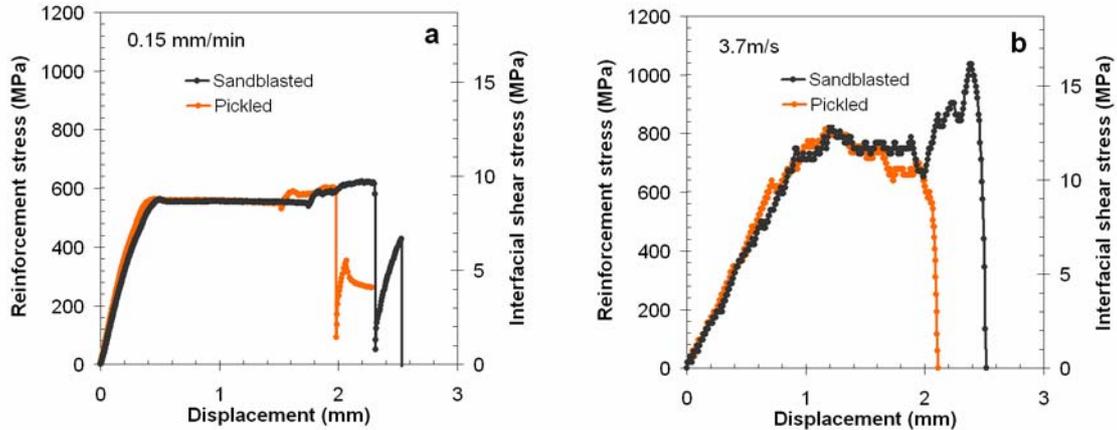


Figure 2. Pull-out test of NiTi wires embedded in pCBT matrix. a) at quasi-static strain rate. b) at impact strain rate.

Regarding the strain rate evolution during the pull-out impact test, it is worth to mention that while during the conventional pull-out test carried out at low strain rates the displacement may be controlled and constant velocity may be achieved during the deformation; for the impact test only the initial velocity may be set up being its evolution during the test uncontrolled with a decreasing trend due to the energy losses. Nevertheless, this decrement in velocity, calculated from the equation 2, is lower than 2% for the configuration applied in the present work, as is shown in figure 3, so that the impact velocity during the test may be considered constant.

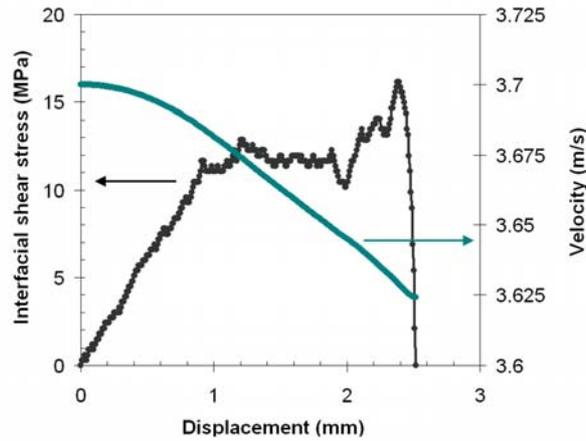


Figure 3. Velocity evolution during the impact pull-out test.

The higher interface strength shown at impact for the sandblasted wires, figure 2b, may be a consequence of its higher roughness as is evidenced in the fractographic analysis via SEM observations. While the roughness shape of the pickled reinforcement appears preferentially in the circumferential direction of the wire, in the sandblasted wire this is more uniform, figure 4.

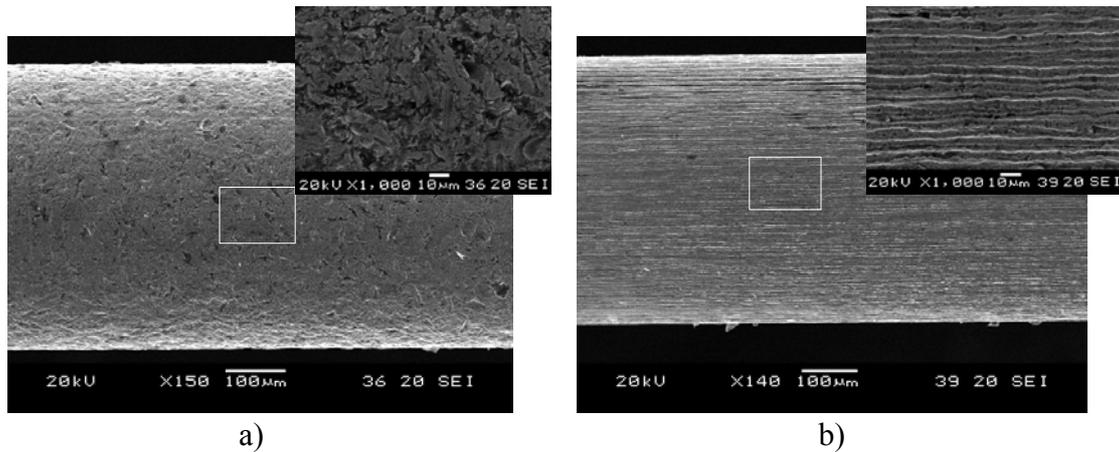


Figure 4. As received NiTi wire reinforcement roughness, a) sandblasted, b) pickled.

Nevertheless, the pull-out mechanism between pCBT and NiTi at low strain rates does not seem to depend significantly on the surface finish conditions as is evidenced in figure 2a. Despite the greater roughness shape on the longitudinally direction of the sandblasted wire, the remaining pCBT matrix adhered to the wire after the test is distributed in a similar way whichever the surface finish conditions of the reinforcement is. In any of case, the pCBT matrix is pulled-out locally in an homogeneous way, arising zones ( $< 200 \mu\text{s}$ ) where the matrix, in white in figure 5, has been torn away from the reinforcement.

On the contrary, the remaining pCBT matrix adhered to the wires for the impact tests show different distributions than at low strain rates showing pulled out fibres of pCBT

still adhered to the reinforcements, figure 6. This may explain the differences in interfacial strength at impact than at low strain rates shown in figure 2. Moreover, the distribution of pCBT observed in figure 6 is also influenced by the surface finish condition which may change the interfacial shear strength as is shown for the impact pull-out tests of the figure 2b. The lower roughness shape on the longitudinally direction of the pickled reinforcement may assist the matrix debonding in the axial direction as is shown in the detail of figure 6b.

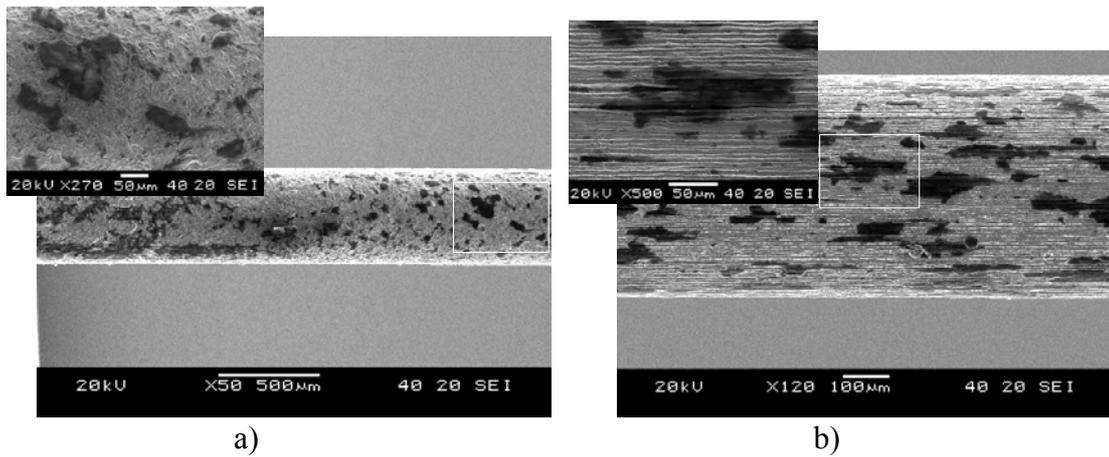


Figure 5. NiTi/pCBT interface failure surface loaded at low strain rates (0.15 mm/min), a) sandblasted, b) pickled.

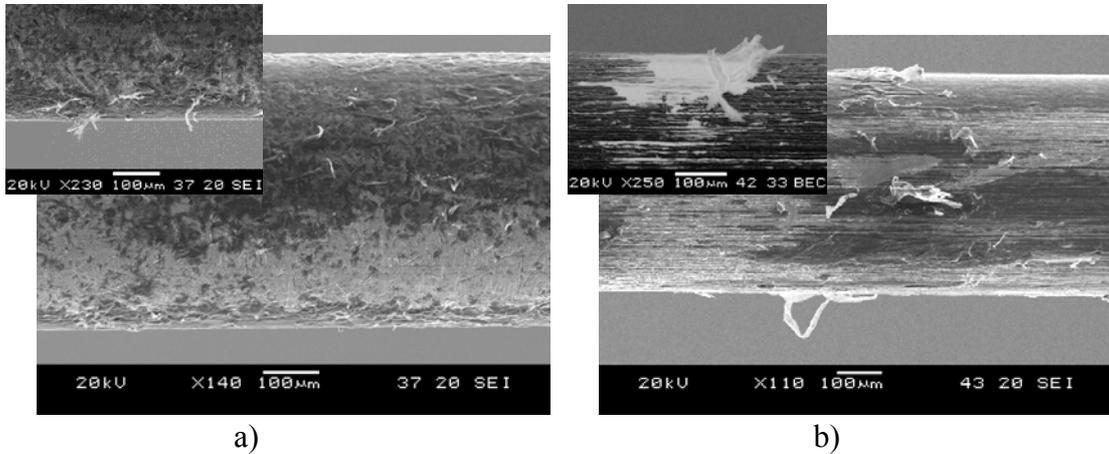


Figure 6. NiTi/pCBT interface failure surface loaded at impact strain rates (3.7 m/s) a) sandblasted, b) pickled.

## CONCLUSIONS

The proposed pull-out test is able to characterize the interfacial strength at the intermediate impact strain-rate range. This test has been applied successfully to the characterization of the NiTi wire/pCBT interface, showing higher interfacial strength at impact than at quasi-static strain rates due to different pull-out mechanisms observed. The interfacial strength dependence on the surface finish condition is greater at impact strain rates.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank the Basque Government (PI2008-07, IE08-229, SISMA S-PE06MU06 and ACTIMAT IE05-150) and the Spanish Government (SIMPA TRA 2005-09318-C02-01 TAIR) for the financial support.

## References

- [1] Tsoi, K.A.; Stalmans, R.; Schrooten, J.; Wevers, M.; Mai, Y.-W. Impact damage behaviour of shape memory alloy composites. *Mat. Sci. Eng A, Struct.*, v A342, n 1-2, p 207-215, 2003.
- [2] Kang, K.W.; Kim, H.J.; Kim, J.H.; Kim, H.S.; Kim, Y.S.; Do, Y.M. Impact damage resistance of glass/epoxy laminates with embedded shape memory alloy. *Key Eng. Mat.*, v 345-346, pt.2, p 1529-1532, 2007.
- [3] Paine, J.S.N.; Rogers, C.A. Response of SMA hybrid composite materials to low velocity impact. *J. Intel. Mat. Syst. Str.*, v 5, n 4, p 530-535, 1994.
- [4] Van Rijswijk, K.; Bersee, H.E.N. Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites - An overview. *Compos. Part-A Appl. S.*, v 38, n 3, p 666-681, 2007.
- [5] Poon, Chi-kin; Lau, Kin-tak; Zhou, Li-min. Design of pull-out stresses for prestrained SMA wire/polymer hybrid composites. *Compos. Part B-Eng.*, v 36, n 1, p 25-31, 2005.
- [6] Schrooten, J.; Michaud, V.J.; Yanjun Zheng; Balta-Neumann, J.A.; Manson, J.-A.E. Shape memory alloy wires turn composites into smart structures. I. Material requirements. *Proceedings of the SPIE*, v 4698, p 395-405, 2002.
- [7] Krishna D. Jonnalagadda, Ph.D. Local displacements and load transfer of shape memory alloys in polymeric matrices. Department of Theoretical and Applied Mechanics University of Illinois at Urbana-Champaign, 1997 Nancy R. Sottos, Advisor
- [8] Neuking, K.; Abu-Zarifa, A.; Youcheu-Kemtchou, S.; Eggeler, G. Polymer/NiTi-composites: Fundamental aspects, processing and properties. *Adv. Eng. Mat.*, v 7, n 11, p 1014-1023, 2005.
- [9] Paine, J.S.N.; Rogers, C. A. Characterization of interfacial shear strength between SMA actuators and host composite material in adaptive composite material systems. *ASME, Aerospace Division (Publication) AD*, v 35, p 63-70, 1993.
- [10] Elspass, W.J.; Kunzmann, J. Design, manufacturing and verification of laminates with embedded SMA actuators. *Proceedings of the SPIE*, v 2717, p 320-329, 1996.
- [11] Gabry, B.; Thiebaud, F.; LExcellent, C. Topographic study of shape memory alloy wires used as actuators in smart materials. *J. Intel. Mat. Syst. Str.*, v 11, n 8, p 592-603, 2001.
- [12] Zurbitu, J.; Castillo, G.; Urrutibeascoa, I.; Aurrekoetxea, J. Effect of impact-induced strain on the stress-induced martensitic transformation of superelastic NiTi Shape memory alloy wires. *J. Mater. Eng. Perform.* (In press). DOI : 10.1007/s11665-009-9401-2.