

**INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS TERMOMECÁNICOS EN EL EFECTO DE DOBLE MEMORIA DE FORMA DEL NITINOL**

Por:  
**Vladimir Cudris Guerrero**

Tesis sometida en cumplimiento parcial de los requisitos para el grado de

**MAESTRO EN CIENCIAS**

en

**INGENIERÍA MECÁNICA**

**UNIVERSIDAD DE PUERTO RICO  
RECINTO UNIVERSITARIO DE MAYAGÜEZ  
2009**

Aprobado por:

---

Néstor Pérez, Ph.D.  
Miembro, Comité Graduado

---

Fecha

---

Paul Sundaram, PhD  
Miembro, Comité Graduado

---

Fecha

---

Pablo Cáceres Valencia, Ph.D.  
Presidente, Comité Graduado

---

Fecha

---

Francisco M. Monroig, Ph.D.  
Representante Escuela Graduada

---

Fecha

---

Gustavo Gutiérrez, Ph.D.  
Director del Departamento

---

Fecha

## **ABSTRACT**

The two way shape memory effect (TWSME), is described as a reversible change in the form of a shape memory alloy (SMA). The Nitinol alloy is one of the materials that reflect this phenomenon best. This investigation seeks to optimize the final response of TWSME in the elongation of Nitinol springs, after training. This optimization is obtained through a response surface analysis design from the following factors: temperature and time of the heat treatment applied to the material to shape setting, number of cycles of training, weight applied, number of coils of spring and the electrical current. The results obtained with the analysis showed that it is possible to reach an optimal response bigger than the one obtained in the cited references. In addition, the factors such as the number of cycles of training and the temperature of the prior heat treatment affect the response of TWSME.

## RESUMEN

El efecto de memoria de doble forma (TWSME) se describe como un cambio espontáneo y reversible, propiciado en las aleaciones de memoria de forma (SMA) mediante entrenamiento termomecánico. La presente investigación busca la optimización de TWSME en la elongación de resortes de Nitinol, después de ser entrenados. La respuesta óptima es obtenida mediante un análisis de superficie de respuesta y un diseño experimental a partir de los siguientes: temperatura y tiempo de tratamiento térmico aplicado al material para darle forma, número de ciclos de entrenamiento, peso aplicado, número de espirales del resorte y la corriente aplicada. Los resultados obtenidos con el análisis demostraron que es posible alcanzar una respuesta óptima mayor a la referenciada en la literatura revisada. Además, se pudo concluir que los factores como el número de ciclos de entrenamiento y la temperatura del tratamiento térmico previo afectan la respuesta de TWSME del material.

© Copyright, 2009. Vladimir Cudris Guerrero

**Dedico este trabajo en primer lugar  
a mis dos grandes amores:  
Vera y Nicolás,  
mis razones para seguir adelante en la vida.**

**A mis padres, Líder y Ruby  
y mis hermanas, Emith e Iskra,  
por todo su apoyo incondicional,  
paciencia y amor.**

## AGRADECIMIENTOS

La culminación de esta tesis no hubiese sido posible sin la cooperación desinteresada de todas y cada una de las personas que a continuación citaré y muchas de las cuales han sido un soporte muy fuerte en momentos de angustia y desesperación.

Primero y antes que nada, dar gracias a Dios, por estar conmigo en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante todo el periodo de estudio.

A Vera, mi amada esposa, y Nicolás, mi hijo, por ser las persona que comparten el mayor tiempo de mi vida, porque en su compañía las cosas malas se convierten en buenas, la tristeza se transforma en alegría y la soledad no existe. Agradecer hoy y siempre a mi familia, porque a pesar de no estar presentes físicamente, se que procuran mi bienestar desde mi país, Colombia, y está claro que si no fuese por el esfuerzo realizado por ellos, mis estudios de maestría no hubiesen sido posible. A mis padres Ruby y Líder, mis hermanas Emith e Iskra, porque a pesar de la distancia, el ánimo, apoyo y alegría que me brindan me dan la fortaleza necesaria para seguir adelante.

A mi familia en Puerto Rico, Belkis, Donato, Sra. Vera, Luisa, personas que desde el primer momento me brindaron y me brindan todo el apoyo, colaboración y cariño sin ningún interés, son las personas por las cuales hoy por hoy puedo afirmar que, a pesar de estar lejos de mi familia, jamás me he sentido así, porque ellos han estado conmigo cada día durante estos años.

De igual manera mi más sincero agradecimiento a los miembros de mi comité graduado, Dr. Paul Sundaram y Dr. Néstor Pérez, por sus aportes y acertadas críticas constructivas, las cuales ayudaron a mejorar y llevar a buen término este proyecto. Un agradecimiento especial al Dr. Francisco Monroig por su acertada colaboración en el documento final. Un agradecimiento especial al Dr. Pablo Cáceres, director de la tesis, por la colaboración, paciencia, apoyo brindados desde siempre y sobre todo por esa gran amistad que me ofreció y por escucharme y aconsejarme siempre.

Así también a todo el personal del Departamento de Ingeniería Mecánica, ya que dentro de los ámbitos que a cada uno le competen me han colaborado sin ponerme ningún impedimento, al contrario, me han brindado siempre una sonrisa. En especial a Jessamine, Pedro, Yoli y Alex. A mis compañeros de la sala de maestría, y a los que hoy ya son maestros, gracias por todo el ánimo, toda la paciencia, por compartir conmigo las experiencias y ponernos el hombro cada vez que se necesita, por su apoyo y ánimo en cada etapa que se pasa y viene a lo largo de estos años de estudio.

En general quisiera agradecer a todas y cada una de las personas que han vivido conmigo la realización de esta tesis, con sus altos y bajos y que no necesito nombrar porque tanto ellas como yo sabemos que desde los más profundo de mi corazón les agradezco el haberme brindado todo el apoyo, colaboración, ánimo y sobre todo cariño y amistad.

# TABLA DE CONTENIDO

<b>ABSTRACT .....</b>	<b>ii</b>
<b>RESUMEN.....</b>	<b>iii</b>
<b>AGRADECIMIENTOS.....</b>	<b>vi</b>
<b>TABLA DE CONTENIDO .....</b>	<b>vii</b>
<b>1. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>2</b>
1.1 MOTIVACIÓN.....	2
1.2 OBJETIVOS .....	3
1.3 CONTRIBUCIÓN .....	4
1.4 ORGANIZACIÓN DEL DOCUMENTO .....	4
<b>2. MARCO TEÓRICO .....</b>	<b>5</b>
2.1 EFECTO DE MEMORIA DE DOBLE FORMA (TWSME) .....	5
2.1.1 <i>CONCEPTOS GENERALES</i> .....	5
2.1.2 <i>PARÁMETROS TERMOMECÁNICOS PARA EL TWSME</i> .....	8
2.1.3 <i>TÉCNICAS DE ENTRENAMIENTO</i> .....	9
2.1.4 <i>NITINOL Y EFECTO DE MEMORIA DE DOBLE FORMA</i> .....	10
2.2 MODELOS MATEMÁTICOS .....	19
2.2.1 <i>MODELOS DE CINÉTICA DE TRANSFORMACION DE FASE</i> .....	19
2.3 METODOLOGÍA DE SUPERFICIES DE RESPUESTA .....	23
2.3.1 <i>DEFINICIÓN</i> .....	23
2.3.2 <i>TERMINOLOGÍA</i> .....	23
2.3.3 <i>SUPERFICIE DE RESPUESTA</i> .....	24
<b>3. METODOLOGÍA.....</b>	<b>31</b>
3.1 MINERÍA DE DATOS .....	31
3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS .....	31
3.3 PARÁMETROS TERMOMECÁNICOS .....	33
<b>4. RESULTADOS .....</b>	<b>35</b>
4.1 MINERÍA DE DATOS .....	35
4.1.1 <i>WANG ET AL. (2004)</i> .....	35
4.1.2 <i>WANG ET AL. (2003)</i> .....	40
4.2 EXPERIMENTACIÓN .....	44
4.2.1 <i>DISEÑO DE EXPERIMENTOS</i> .....	44
4.2.2 <i>FACTORIAL INICIAL</i> .....	47
4.2.3 <i>METODOLOGÍA DE SUPERFICIE DE RESPUESTA</i> .....	50
4.2.4 <i>DISCUSION DE RESULTADOS</i> .....	54
4.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN .....	55
4.3.1 <i>MEDICIÓN DE LAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN</i> .....	55
4.4 FRACCIÓN DE MARTENSITA.....	60

<b>5. CONCLUSIONES</b> .....	<b>63</b>
<b>6. REFERENCIAS</b> .....	<b>65</b>
<b>APÉNDICES</b> .....	<b>68</b>

## LISTA DE TABLAS

Tabla 2-1. Comparación de la aleación NiTi con acero inoxidable AISI316.....	11
Tabla 2-2. Características físicas del alambre muscular de Nitinol.....	13
Tabla 2-3. Resumen de referencias revisadas .....	18
Tabla 3-1. Temperaturas, tiempos y número de ciclos para el tratamiento térmico y el entrenamiento del Nitinol .....	32
Tabla 4-1 Coeficientes de regresión estimados para Wang et al (2004). Datos para variables codificadas.....	36
Tabla 4-2. Análisis de varianza para los datos de Wang et al (2004). .....	36
Tabla 4-3. Coeficientes de regresión estimados para los datos de la Figura 4-4. (variables codificadas) .....	38
Tabla 4-4. Análisis de varianza para los datos de la Figura 4-4. ....	38
Tabla 4-5. ANOVA para los datos de las Gráficas 4-7 y 4-8.....	42
Tabla 4-6. Análisis de varianza para los datos de las Figuras. 4-8 y 4-9. ....	42
Tabla 4-7. Niveles de los factores principales. ....	45
Tabla 4-8. Niveles de los factores del primer experimento y respuesta obtenida .....	47
Tabla 4-9. ANOVA para los datos de la Tabla 4-8.....	48
Tabla 4-10. Paso de mayor pendiente para el experimento. ....	50
Tabla 4-11. Factorial en el punto de cambio de pendiente .....	51
Tabla 4-12. ANOVA para la Tabla 4-11.....	51
Tabla 4-13. Diseño del experimento de comprobación de los resultados .....	52
Tabla 4-14 Temperaturas de transformación obtenidas por el método de temperatura- resistividad.....	59
Tabla 4-15 Parámetros usados en el modelo de Liang-Rogers.....	60

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1. Modelo en dos dimensiones de la transformación austenita-martensita.....	6
Figura 2-2. Modelo bidimensional para la acomodación por deslizamiento y por maclado en estructuras cristalinas .....	7
Figura 2-3. Mecanismo de maclado en dos dimensiones.....	7
Figura 2-4. Ciclos de entrenamiento .....	10
Figura 2-5. Circuito sencillo para el calentamiento eléctrico de un alambre de Nitinol .....	14
Figura 2-6. Circuito de modulación de ancho pulso para el calentamiento de un alambre de Nitinol .....	14
Figura 2-7. Esquema de la aplicación de la fuerza de extensión .....	15
Figura 2-8. Curva de Histéresis para describir el comportamiento ante el calor del Nitinol.....	15
Figura 2-9. Datos experimentales de un experimento típico de un espécimen de NiTi sometido a carga uniaxial.....	16
Figura 2-10. Gráfica de esfuerzo critico contra temperatura para un SMA .....	21
Figura 2-11. Superficie de Respuesta en dos dimensiones.....	25
Figura 2-12. Trayectoria de máximo ascenso. ....	29
Figura 3-1. Esquema del proceso de adquisición de forma y entrenamiento para el Nitinol .....	33
Figura 4-1. Curvas de máxima elongación y tiempo de respuesta. ....	35
Figura 4-2. Gráfica de residuales para Wang, 2004. ....	37
Figura 4-3. Gráfica de contorno para Wang, 2004. ....	37
Figura 4-4. Elongación debida a ciclos termomecánicos de trabajo .....	38
Figura 4-5. Gráfica de residuales para la influencia de los ciclos de trabajo en Wang et al (2004). ....	39
Figura 4-6. Gráfica de contorno para Wang et al (2004) analizando la influencia de los ciclos de trabajo.....	40
Figura 4-7. Elongación (Recovery rate) en TWSME vs. número de ciclos y temperatura. ....	41
Figura 4-8. Porcentaje de recuperación (Recovery rate) en TWSME vs. número de ciclos, temperatura y tiempo de tratamiento térmico .....	41
Figura 4-9. Gráfica de residuales para las Tablas 4-5 y 4-6. ....	43
Figura 4-10. Gráfica de Contorno para las Tablas 4-5 y 4-6.....	44
Figura 4-11. Región experimental .....	46
Figura 4-12. Metodología de Superficie de Respuesta.....	47

Figura 4-13. Gráfica probabilidad normal de los datos de la Tabla 4-8.....	49
Figura 4-14. Gráficos de residuales para la Tabla 4-8.....	49
Figura 4-15. Gráfica de contorno del experimento. La temperatura está dada en °C. ....	52
Figura 4-16 . Gráfica de contorno del diseño mostrado en la tabla 4-13.....	53
Figura 4-17. Superficie de repuesta. Los datos del experimento mostrado en la Tabla 4-13. Lo círculos rojos indican los puntos de experimentación.....	53
Figura 4-18. Gráfica de resistencia eléctrica Vs. Temperatura. ....	57
Figura 4-19. Temperatura Vs. Resistencia Eléctrica para el primer paso de la RSA. ....	58
Figura 4-20. Temperatura Vs. Resistencia Eléctrica para el segundo paso del RSA.....	59
Figura 4-21. Fracción de martensita Vs. Temperatura. Modelo de Liang-Rogers.....	61
Figura 4-22. Temperaturas de transición de los tres estados de la superficie de respuesta. ....	62

## LISTA DE APÉNDICES

APÉNDICE 1. Microestructura del Nitinol.....	65
APÉNDICE 2. Diseño del experimento factorial .....	70
APÉNDICE 3. Datos recopilados .....	71
APÉNDICE 4. Datos recopilados .....	72
APÉNDICE 5. Herramienta “Optimizer” de Minitab .....	74

## 1. INTRODUCCIÓN

El Nitinol es una aleación de Níquel y Titanio que es conocida por el efecto de memoria de forma (SME) y de doble forma (TWSME) que posee, siendo uno de los materiales inteligentes (SMA) más versátiles en el mercado.

El efecto de memoria en ciertos materiales no es nuevo. Desde 1932 un investigador suizo llamado Arne Ölander observó este cambio de forma en una aleación de oro con cadmio. En 1950, Chang y Read, en la Universidad de Columbia en Nueva York, utilizaron rayos X para estudiar la estructura cristalina de la aleación con el fin de explorar el por qué de dicho comportamiento. Pero fue en 1961, mientras investigaban aleaciones resistentes a la corrosión para embarcaciones, que un equipo dirigido por William Buehler, en el U.S. Naval Ordnance Laboratory (N.O.L) encontraron este mismo efecto en una aleación de níquel con titanio a la cual ellos mismos le colocaron el nombre de Nitinol.

Durante los años 60 y 70 se descubrió y estudió este mismo efecto de memoria en otras aleaciones que al igual que el Nitinol empezaron a producirse comercialmente en láminas, alambres, cintas y discos. Lógicamente esta comercialización tuvo como principal motor la aparición de una multitud de aplicaciones comerciales para las aleaciones de memoria de forma (SMA).

El Nitinol sobresale entre los materiales inteligentes actualmente conocidos por el auge comercial que ha tenido y su aplicabilidad en numerosos dispositivos utilizados y fabricados en la industria, sobre todo en aplicaciones médicas, especialmente las odontológicas. La biocompatibilidad de este material ha dado como resultado toda una serie de aplicaciones entre las que figuran mecanismos que se insertan plegados y se expanden con el calor del cuerpo para destapar arterias así como aparatos de ortodoncia que se expanden lentamente con el calor de la boca del paciente.

### 1.1 MOTIVACIÓN

Tanto las propiedades como la aplicabilidad del Nitinol hacen de éste un material de especial interés en el campo investigativo. Desde su microestructura hasta aplicaciones potenciales lo hacen objeto de estudios cuyos resultados pueden conducir a un nuevo

conocimiento o a una mejora en las propiedades y usos del material.

La presente investigación encuentra su motivación en la optimización del comportamiento de memoria de doble forma (TWSME) del Nitinol bajo una perspectiva que involucró el estudio de los factores relacionados al efecto y la interrelación entre ellos. Se conoce que tanto resortes (Wang et al., 2004) como láminas de Nitinol (Lahoz y Puértolas 2004) pueden conseguir el efecto TWSME. Para esta investigación se seleccionó la configuración de resortes para la cual el rango de deformación es de 20% a 65% (Liu, 1999). En adición, se observó que los estudios que identifican factores relacionados al efecto TWSME se basan en la obtención, manipulación y presentación de datos de respuesta con metodologías que nunca consideran la interrelación entre los factores y su repercusión en los resultados obtenidos.

La metodología de esta investigación difiere de éstos autores ya que se incluyó la técnica de análisis de superficie de respuesta o “Response Surface Analysis” (RSA) y el diseño de experimentos factoriales con el fin de encontrar argumentos experimentales para determinar factores significativos en la respuesta de TWSME que pueden incluir las interacciones entre el esfuerzo aplicado, por ejemplo, las temperaturas y los tiempos de “annealing” o el número de ciclos de entrenamiento.

## 1.2 OBJETIVOS

La presente tesis tiene como objetivo general analizar y optimizar la respuesta de memoria de doble forma de una aleación de Nitinol. Para alcanzar este objetivo se ha identificado una serie de objetivos parciales que se describen a continuación:

- Recopilar y revisar publicaciones científicas relacionadas con el comportamiento de TWSME del Nitinol.
- Aplicar la minería de datos (“Data Mining”) a los resultados obtenidos en las publicaciones revisadas, analizando respuestas, factores significativos en el comportamiento de TWSME en el Nitinol y los cambios microestructurales (martensíticos y austeníticos).
- Diseñar y ejecutar experimentos factoriales a nivel de laboratorio.

- Analizar los datos experimentales para obtener una región de respuesta óptima para el TWSME, utilizando la metodología de superficies de respuesta.
- Validar los resultados con los modelos matemáticos existentes para el comportamiento del Nitinol y concluir.

### 1.3 **CONTRIBUCIÓN**

Al momento no existe en la literatura consultada estudio alguno donde se integre el diseño de experimentos y el análisis de superficie de respuesta para determinar la significancia de factores relacionados al efecto de TWSME.

Mediante la presente investigación se espera contribuir en este campo al proponer una metodología de análisis diferente que combina el diseño de experimentos y el análisis de superficie de respuesta. La contribución pretende ir más allá de la técnica experimental al ir acompañada de una interpretación de los resultados dirigida a establecer criterios para la optimización del comportamiento del TWSME en aleaciones de Nitinol.

### 1.4 **ORGANIZACIÓN DEL DOCUMENTO**

El capítulo 2 del documento presenta la revisión de literatura realizada sobre tres temas importantes tratados en este trabajo: aleaciones de memoria de forma, la metodología de superficie de respuesta y el comportamiento termomecánico de las aleaciones de Nitinol. El capítulo 3 presenta la metodología de investigación mediante la cual se ha ejecutado el trabajo.

El capítulo 4 presenta los resultados de la investigación en el siguiente orden: los hallazgos del análisis estadístico aplicado a los datos y resultados de las dos investigaciones más relevantes, relacionadas con el tema de esta tesis. Posteriormente se incluyen los resultados de los experimentos realizados en el laboratorio, con el análisis de los resultados obtenidos, a través de la metodología de superficie de respuesta.

El capítulo 5 contiene las conclusiones de esta investigación, y algunas recomendaciones para investigaciones futuras que pueden ejecutarse para ampliar el conocimiento en el campo de las aleaciones de Nitinol y su comportamiento.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 EFECTO DE MEMORIA DE DOBLE FORMA (TWSME)

El efecto de memoria de forma (SME) es la característica principal que distingue a ciertas aleaciones como las de hierro (Fe), cobre (Cu) y Nitinol (NiTi) llamadas aleaciones de memoria de forma (SMA). La “memoria” de un material puede describirse como la capacidad con que éste “*recuerda*” una forma determinada y recupera su forma inicial ante grandes deformaciones. A diferencia del SME el efecto de memoria de doble forma o “Two Way Shape Memory Effect” (TWSME) involucra un cambio de forma del material que se puede obtener solo con cambios de temperatura, sin necesidad de aplicar esfuerzos mecánicos. El material *recuerda* tanto la forma de alta temperatura como la de baja, así como las formas intermedias entre estos extremos.

A continuación se resumen los conceptos generales relacionados al fenómeno de la memoria de forma.

#### 2.1.1 CONCEPTOS GENERALES

El efecto de memoria característico de los SMA está basado en un cambio en la estructura cristalina llamado transición martensítica de fases sin difusión, en la que los átomos se mueven menos de una distancia interatómica sin perder el orden a primeros vecinos (van der Wijst, 1992). Una forma sencilla de entender este efecto de memoria de forma es que si en un estado un átomo tiene un grupo de primeros vecinos, su posición en el segundo estado es diferente, pero los vecinos no cambian. Este tipo de transformaciones por lo general son independientes del tiempo y a su vez el movimiento entre fases es rápido, siendo limitado solo por la velocidad del sonido (De La Flor, 2005).

La transformación martensítica tiene lugar cuando un material que se encuentra inicialmente en fase austenita<sup>1</sup> es enfriado hasta temperaturas inferiores a la de transformación

---

<sup>1</sup> La austenita es la forma estable del hierro puro a temperaturas que oscilan entre los 900 a 1400 °C. Es una forma dúctil, blanda y tenaz. Por extensión se denomina austenita a la esta fase para otro tipo de metales y aleaciones.

de fase, pasando entonces a estructura martensítica<sup>2</sup>. Una vez que el material vuelve a su temperatura inicial, éste *recuerda* y recupera su forma original.

La transformación austenita-martensita desde la perspectiva cristalográfica se puede dividir en dos partes: la deformación de la red cristalina<sup>3</sup> y la cizalladura invariante de la red<sup>4</sup>. Se puede decir que la deformación observada en el material se debe al cizallamiento de las diferentes variantes de martensita. Estos dos procesos se muestran en la Figura 2-1.

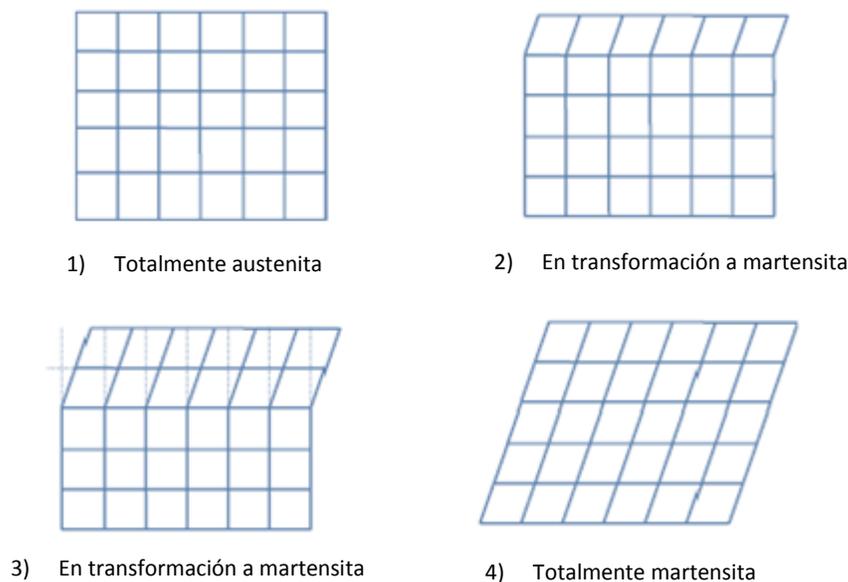


Figura 2-1. Modelo en dos dimensiones de la transformación austenita-martensita

Para la memoria de forma se hace necesario que el proceso de acomodo predominante en el cambio de fase de austenita a martensita sea el maclado<sup>5</sup>. En el deslizamiento, la estructura es dañada permanentemente, mientras que en el maclado el acomodo es reversible, sin alcanzar cambios de volumen significativos. La Figura 2-2. ilustra el acomodo por deslizamiento o por maclado.

<sup>2</sup> Martensita es el nombre que recibe la fase cristalina BCT en aleaciones ferrosas. La transformación martensítica no sólo ocurre en el acero, otros sistemas de aleación se caracterizan por experimentar este tipo de transformación. Por extensión se denominan martensitas todas las fases que se producen a raíz de una transformación sin difusión.

<sup>3</sup> Es el proceso de deformación donde los planos de la red se deslizan unos sobre otros, es decir, los átomos se reordenan con movimientos muy pequeños para producir la nueva estructura. Es un proceso irreversible y no proporciona al cristal la posibilidad de recobrar su forma original.

<sup>4</sup> La cizalladura es un paso de acomodación entre la nueva fase martensita, y la fase de austenita circundante.

<sup>5</sup> Proviene del término macla, utilizado en geología para definir la asociación de dos o más cristales gemelos, orientados simétricamente respecto a un eje o un plano (RAE 2009). La simetría puede ser especular respecto del plano de macla o por el giro de sus elementos alrededor del eje de macla en 60°, 90°, 120° ó 180° razón por la cual el maclado admite cambios de forma de modo reversible.

El mecanismo de maclado se presenta como una reacción a los esfuerzos de corte en las estructuras cristalinas con pocas posibilidades de deslizamiento de planos (van der Wijst, 1992). El llamado plano de maclado surge como consecuencia del movimiento de menos de una unidad interatómica de los átomos en bandas delgadas y su reflejo a través de un plano espejo creándose los llamados planos gemelos (Figura 2-3). Estos planos se pueden encontrar en todas las estructuras metálicas. (van der Wijst, 1992).

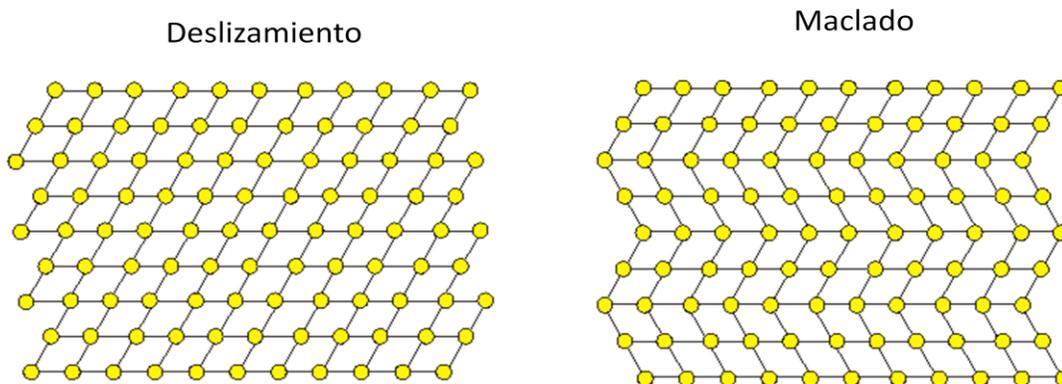


Figura 2-2. Modelo bidimensional para la acomodación por deslizamiento y por maclado en estructuras cristalinas

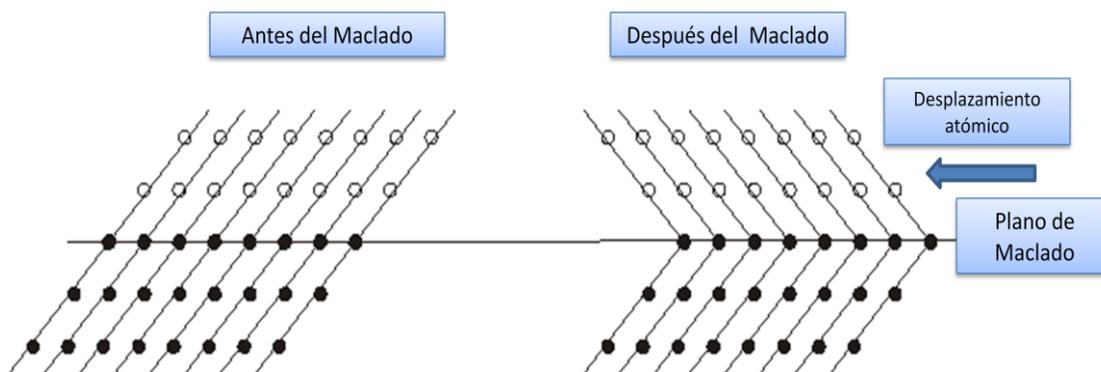


Figura 2-3. Mecanismo de maclado en dos dimensiones

De forma similar al efecto de memoria de forma de un camino (SME), el efecto de memoria doble (TWSME) está fuertemente asociado con el desarrollo de variantes martensíticas de orientación preferente durante la transformación martensítica y la aparición de cierto tipo de asimetría microestructural en la fase austenítica. Físicamente hablando, el

TWSME es el resultado de los defectos inducidos tales como las dislocaciones<sup>6</sup>. Estos defectos permanentes crean un estado de esfuerzos residuales interno que facilitan la formación de ciertas orientaciones de variantes de martensita cuando el SMA se enfría en ausencia de cargas externas. Si el estado de esfuerzos internos es modificado por alguna razón, por ejemplo sobrecarga de esfuerzo mecánico, el TWSME se distorsionara.

No obstante, el TWSME no es un fenómeno intrínseco a los SMA, sino una propiedad adquirida del material que requiere de unos parámetros y unos condicionamientos del material así como de una preparación o entrenamiento del mismo.

## 2.1.2 PARÁMETROS TERMOMECAÑICOS PARA EL TWSME

En el comportamiento termomecánico de la transformación austenita-martensita característico del proceso de memoria de forma (de un solo o de doble camino) se pueden distinguir dos principales parámetros asociados al SMA: las temperaturas de transición y la fracción de martensita y austenita del material.

En las temperaturas de transición se identifican los rangos de temperaturas de las fases de austenita y martensita. Estos rangos están delimitados por las temperaturas de inicio y de finalización de la formación de cada fase. Para la fase de austenita se les denomina  $A_s$  (Austenite Start) a la temperatura inicial de formación y  $A_f$  (Austenite Finish) a la temperatura final de formación de la austenita. De igual manera para la fase de martensita, los términos utilizados son  $M_s$  (Martensite Start) para la temperatura inicial de formación y  $M_f$  (Martensite Finish) temperatura final de formación de la martensita. Estos cuatro parámetros se denominan temperaturas de transición y generalmente se cumple que  $M_f < M_s < A_s < A_f$ .

Otro parámetro importante en el modelaje del comportamiento de los SMA es la fracción de martensita y austenita del material. En cualquier estado de esfuerzo o temperatura, el material puede presentar cualquiera de estos tres estados: solo martensita, solo austenita o una mezcla de martensita y austenita. La fracción de martensita puede existir en diferentes variantes, las cuales tienen la misma estructura cristalográfica pero difieren en la orientación. Estas variantes macladas de martensita se distribuyen a través del material cuando éste se

---

<sup>6</sup> Las dislocaciones las constituyen los defectos de la red cristalina de dimensión uno. Suceden con mayor probabilidad en las direcciones compactas de un cristal y son sumamente importantes para explicar el comportamiento elástico de los metales, así como su maleabilidad, puesto que la deformación plástica puede ocurrir por desplazamiento de dislocaciones.

encuentra en un estado libre de esfuerzos y la microestructura es totalmente martensítica (Leo 2007).

### 2.1.3 TÉCNICAS DE ENTRENAMIENTO

El entrenamiento para el efecto de doble memoria se logra repitiendo muchas veces el ciclo de memoria simple. Mediante la repetición del ciclo termomecánico el material *aprende* las formas que tomará en cada fase de respuesta. Con cada uno de estos ciclos repetitivos se inducen cambios en la microestructura, los cuales causan cambios macroscópicos permanentes en el comportamiento del material (Lagoudas 2008).

El proceso de entrenamiento tiene como objetivo la formación de martensita inducida bien sea por tensión (entrenamiento pasivo) o sólo por tratamiento térmico (entrenamiento activo). En ambos casos se favorece la aparición de una variante de martensita frente a otras que quedan impedidas, según parece por las dislocaciones (De La Flor 2005).

Para la presente investigación se prefiere utilizar un tratamiento térmico activo similar al descrito en Lahoz y Puértolas (2002) para someter ciertas zonas del material a tensiones internas en la fase austenítica, y posteriormente con dichas tensiones controlar indirectamente la transformación martensítica que se inducirá finalmente por enfriamiento. En la referencia citada de estos autores se describen tres métodos de entrenamiento para conseguir el TWSME: 1) sobredeformación de la fase martensítica, 2) entrenamiento por aplicación de ciclo térmico en martensita deformada y forzada y 3) entrenamiento bajo tensión constante. La Figura 2-4 ilustra de forma esquemática con un diagrama tridimensional tensión-deformación-temperatura las rutinas de entrenamiento empleadas por estos tres métodos.

La sobredeformación de la fase martensítica inicia cuando el material es enfriado por debajo de la temperatura de finalización de la fase de martensita ( $M_f$ ), luego se deforma severamente excediendo el límite de completa recuperación y finalmente se calienta por encima de la temperatura de inicio de la fase de austenita ( $A_f$ ). Al volver a calentar hasta la fase austenítica, la aleación no recuperará completamente la forma original, debido a la excesiva deformación aplicada, lo que generará una deformación permanente acumulada. En el caso del entrenamiento por aplicación de ciclo térmico en martensita deformada y forzada, los pasos a seguir son: se enfría la muestra por debajo de  $M_f$ , se deforma para obtener martensita inducida por tensión, posteriormente se ancla la muestra en esa posición deformada y, por último, se

calienta por encima de  $A_f$ . Con el entrenamiento bajo tensión constante el material es sometido a una tensión constante en la fase austenítica con objeto de obtener una cierta cantidad de martensita inducida por tensión. Manteniendo esa tensión, el entrenamiento consiste en enfriar por debajo de  $M_f$  y calentar por encima de  $A_f$  un número determinado de ciclos (Lahoz y Puértolas, 2002).

En el ámbito de desarrollo experimental, hay métodos que ofrecen más dificultades técnicas que otros. Los tres métodos arriba mencionados son los que presentan menos problemas de implementación y también menos variables de control sujetas a cambios que alteren la interpretación de los resultados.

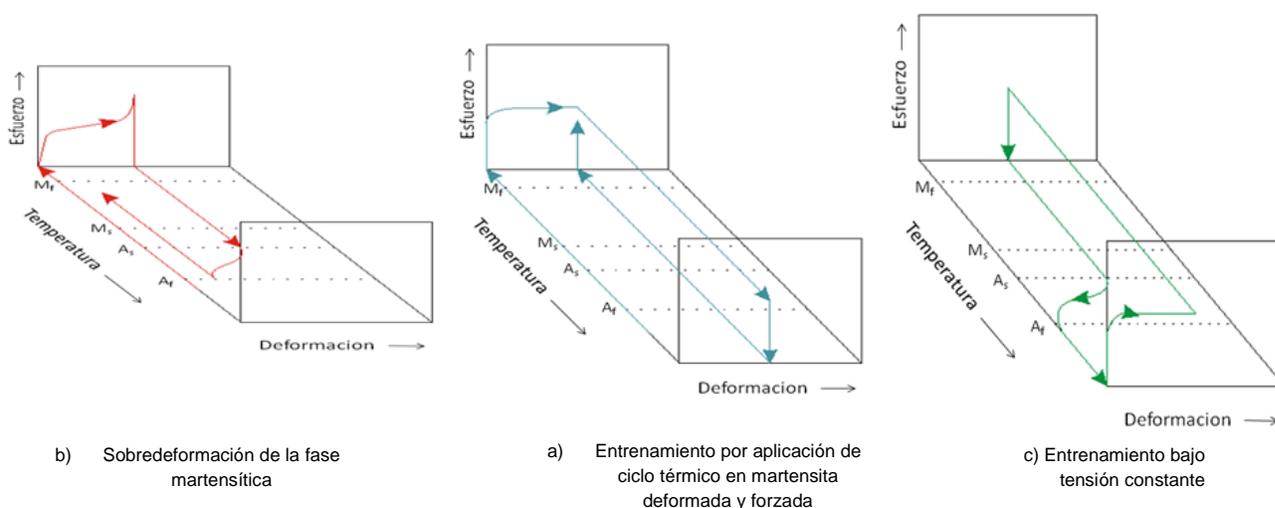


Figura 1. Ciclos de entrenamiento

#### 2.1.4 NITINOL Y EFECTO DE MEMORIA DE DOBLE FORMA

Como ya se ha dicho anteriormente el Nitinol es una aleación de Níquel y Titanio cuyo nombre surge refiriéndose a éstos dos componentes principales y al laboratorio donde fue descubierto, el Naval Ordnance Laboratory<sup>7</sup> (N.O.L.). Este material descubierto por Buehler

<sup>7</sup> El Laboratorio Naval de Artillería Militar (NOL), anteriormente situado en White Oak, Maryland, fue el lugar de trabajo considerable que tuvo un impacto práctico en la tecnología mundial. Tomó importancia para los inicios de la Segunda Guerra Mundial. Es en NOL donde un equipo científico liderado por el metalúrgico William Buehler en el proceso de desarrollar una aleación resistente al calor y a la corrosión, crearon una aleación con memoria de la forma, hecha con 55% de níquel y 45% de titanio, aleación relativamente barata y mucho más segura (no tóxico) que las SMA anteriormente conocidos. La Administración de Alimentos y Medicamentos (FDA) funciona actualmente en las antiguas instalaciones de NOL.

abrió una gran puerta a la investigación en la búsqueda de nuevas aleaciones con capacidades de memoria de forma así como al estudio de su comportamiento mecánico y sus posibles aplicaciones. Pero, pese a todos los avances realizados en el descubrimiento de nuevas aleaciones metálicas con estas propiedades, las aleaciones de NiTi son las SMA de las que más conocimiento se tiene, tanto de su composición como de su comportamiento termomecánico. También son las de uso más extendido, debido a que exhibe un fuerte comportamiento de SME, TWSME y pseudoelasticidad, y además tiene una alta resistencia a la corrosión y gran biocompatibilidad, lo que lo hace ideal para aplicaciones biomédicas.

La primera aplicación de Nitinol que logró el éxito utilizó el efecto de la recuperación impedida para usos de uniones y cierres y fue desarrollado por la casa Raychem Corp. a principios de los años setentas. Consistió en uniones de tubos para aplicaciones aéreas y marinas. El concepto era simple: se mecaniza un acoplamiento con un diámetro interior 3% menos que el diámetro del tubo al que será unido. Se enfría hasta estado martensítico, se expande radialmente un 8% y, ya colocado, se calienta hasta el contacto, desarrollando una enorme fuerza de unión (De la Flor, 2005).

Cabe señalar que la mayoría de los metales convencionales no pueden recuperar más de 1% antes de alcanzar la deformación plástica. En general, la mayoría de los SMA pueden alcanzar una recuperación total de hasta 8% después de haber sido deformados mecánicamente (Schwartz, 2002). Las aleaciones NiTi son capaces de soportar deformaciones relativamente altas (alrededor a 8-10%) sin que sean permanentes (De La Flor, 2005).

Las deformaciones inducidas en el Nitinol se caracterizan además por ser relativamente resistentes frente a las aplicaciones cíclicas, tener una elevada resistividad eléctrica y resistencia a la corrosión. En adición poseen un rango de solubilidad que permite cambios en la composición de la aleación para combinarse con elementos ternarios<sup>8</sup> (De La Flor 2005).

Way, (1992, citado por De La Flor, 2005) presenta una comparación de la aleación NiTi con un acero inoxidable AISI316 para las fases de austenita y martensita es mostrada en la Tabla 2-1.

Tabla 2-1. Comparación de la aleación NiTi con acero inoxidable AISI316

<b>Propiedad</b>	<b>NiTiSMA</b>	<b>Acero Inoxidable</b>
------------------	----------------	-------------------------

<sup>8</sup> Muchos sistemas de aleaciones se basan en tres o incluso más elementos. Cuando hay tres elementos tenemos una aleación ternaria. Las aleaciones NiTi-X (donde X es el elemento ternario) se conocen la NiTiCu, NiTiNb y NiTiZr, siendo ésta última poco utilizada por su fragilidad (De La Flor 2005).

Deformación recuperable (%)	8	2
Módulo de elasticidad (MPa)	8.7*10 <sup>4</sup> (A); 1.4*10 <sup>4</sup> (M)	2.07*10 <sup>5</sup>
Resistencia a la cedencia (MPa)	200-700 (A); 70-140 (M)	248-517
Resistencia última a tracción (MPa)	900 (f.a.)*; 2000 (w.h.)**	448-827
Elongación a rotura (%)	24-50 (f.a.)*; 5-10(w.h.)**	20
Resistencia a la corrosión	Excelente	Muy Buena

\* Se refiere al término totalmente recocido o fully annealed

\*\* Se refiere al término trabajado en frío o work hardened.

#### 2.1.4.1 Parámetros Termomecánicos del Nitinol

##### ▪ Temperatura de Transición

La mezcla de níquel y titanio en el Nitinol está hecha de partes casi iguales de uno y otro, y el más pequeño cambio en la relación entre los dos elementos tiene un efecto dramático en la temperatura de transición de la aleación resultante. Una diferencia de 1% en esta relación modifica la temperatura de transición de -100 a +100 C (S. De La Flor 2005).

Pel (2000, citado por De La Flor) expresa que esta alta dependencia del Nitinol con la composición química y el proceso de manufactura se refleja en el hecho que un adecuado endurecimiento por trabajo con una reducción del 50% y el consecuente tratamiento térmico logre mejoras significativas en la facilidad de deformación de la martensita, una mayor resistencia a la austenita y por consecuencia crear el efecto de memoria de forma. Otras temperaturas y tiempos en el tratamiento térmico a su vez, puede causar el efecto contrario. En este orden de ideas, cuando se trabaja con aleaciones comerciales de Nitinol es recomendable contar con la información del manufacturero indicando las características específicas.

Las aleaciones de Nitinol que se suelen utilizar para robótica cuya principal aplicación es para músculos de alambre (wire muscle) son conocidas como alambres termocontraíbles. Dichas aleaciones tienen una temperatura de transición de 70°C aunque también hay una línea de productos con una temperatura un poco mayor (90°C) como señala Dynalloy Inc.<sup>9</sup>, una de las empresas manufactureras de alambres de Nitinol.

Los alambres termocontraíbles se pueden doblar y darle forma con facilidad. La presión

<sup>9</sup> Dynalloy, Inc. es fabricante de aleaciones de memoria de forma hechas especialmente para ser utilizadas como actuadores, es decir, para proporcionar el movimiento como un solenoide o un motor. La alta capacidad de repetición de tales usos requiere un material confiable, confiable y muy repetible. Dynalloy, Inc. fabrica éstos las aleaciones de titanio y níquel como pequeños alambres bajo nombre comercial de FLEXINOL® para distinguirlo de otras aleaciones de memoria de forma que no tengan estas mismas características (<http://www.dynalloy.com>).

de deformación para estos alambres está entre 10,000 a 20,000 psi y la fuerza con la que vuelven a su forma original entre 35,000 a 70,000 psi. La fase de recocido del alambre es de aproximadamente 540° C. La Tabla 2-2 resume éstas características físicas.

Tabla 2-2. Características físicas de la alambre muscular de Nitinol

Fuerza de extensión	200.000 PSI
Punto de fusión	1.250° C (2.282° F)
Resistencia	0,5 ohmios por cm. (alambre .006")
Es resistente a la corrosión	

Esta presentación o forma del Nitinol es de especial importancia para la presente investigación debido a que las muestras experimentales con las cuales se trabajó fueron espirales o resortes elaborados con FLEXINOL®, una marca registrada de Dynalloy Inc. El Flexinol<sup>10</sup> es un alambre de Nitinol que se ha entrenado para que funcione como un actuador. El alambre Flexinol de 15 milésimas de pulgada tiene una fuerza de contracción de 1.786 Kg. Se puede hacer contraer el alambre hasta reducir su longitud en un porcentaje de un 8% a 10% de su tamaño total. Cuando se reduce la longitud de un alambre de Nitinol, el volumen absoluto de metal continúa siendo el mismo. Por esta razón, a menor longitud, crecerá el diámetro.

De forma similar a otras configuraciones del Nitinol, en el Flexinol la temperatura condiciona su contracción y relajación. Para calentarlo se puede utilizar un circuito simple que consta de una batería, un interruptor y un tramo del alambre. Se puede utilizar cualquier método que se desee para enfriarlo. La Figura 2-5 ilustra el diseño de un circuito sencillo de corriente continua para calentar un alambre de Nitinol. La desventaja de este diseño es que el alambre no se calienta de manera pareja. Es más recomendable utilizar un circuito de modulación de ancho de pulso como el ilustrado en la Figura 2-6.

<sup>10</sup> Si se lo utiliza apropiadamente, el alambre Flexinol puede rendir 1.000.000 ciclos, mientras que algunos alambres de Nitinol pueden durar sólo 1.000 ciclos.

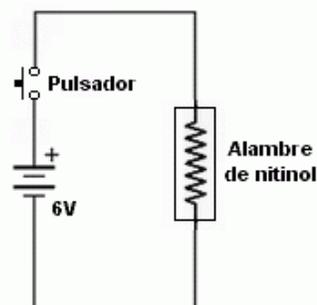


Figura 2. Circuito sencillo para el calentamiento eléctrico de un alambre de Nitinol (<http://www.talkingelectronics.com.au/projects/Nitinol/Nitinol-2.html>)

Considerando que es un conductor metálico, el Nitinol tiene una resistencia eléctrica alta (aproximadamente 0.5 ohmios por centímetro en el alambre de 6 milésimas de pulgada). Dicha resistencia hace que se pueda producir con rapidez un calor suficiente como para llevar al alambre a su temperatura de transición. Debido a esta característica si el material se entrena para una forma recogida cuando se caliente simplemente se podrá hacer pasar por él una corriente eléctrica para que logre el efecto y dejarlo enfriar para estirarlo hasta su longitud original. Un alambre de Nitinol se puede activar por medio de un bajo voltaje, de entre 6 y 12 voltios. Es importante tener en cuenta que un sobrecalentamiento degradará sus propiedades.

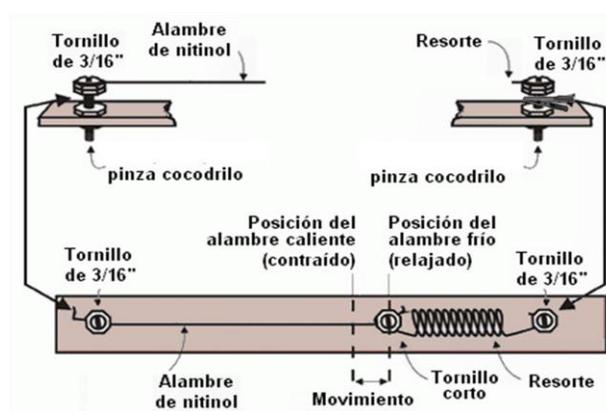


Figura 3. Circuito de modulación de ancho pulso para el calentamiento de un alambre de Nitinol (<http://www.talkingelectronics.com.au/projects/Nitinol/Nitinol-2.html>)

Si se lleva un alambre de Nitinol a su temperatura de transición deberá aplicarse una fuerza de extensión, de lo contrario cuando el alambre se enfríe no retornará a su longitud

original. Generalmente la fuerza de extensión aplicada es constante. En la Figura 2-7 se ilustra la aplicación de esta fuerza de extensión mediante un resorte y un peso estático.

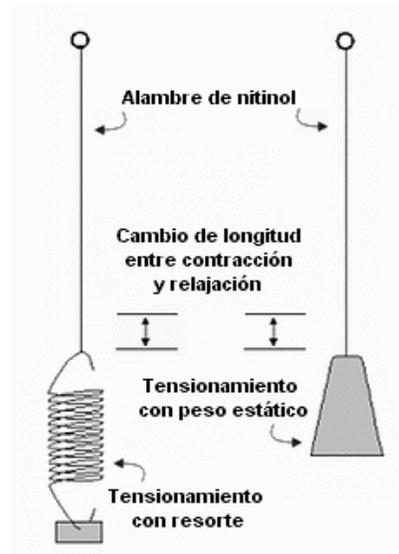


Figura 4. Esquema de la aplicación de la fuerza de extensión (<http://www.talkingelectronics.com.au/projects/Nitinol/Nitinol-2.html>)

Gráficamente se representa la respuesta al calor del Nitinol en una curva de histéresis como la de la Figura 2-8. El comportamiento descrito por el material se simplifica en una rápida reacción de contracción a medida que la temperatura sube y un relajamiento más lento (menor al que se podría esperar si la curva fuese lineal) cuando la temperatura desciende. El efecto de retraso puede ser atribuido a la viscosidad o fricción interna de la estructura cristalina.

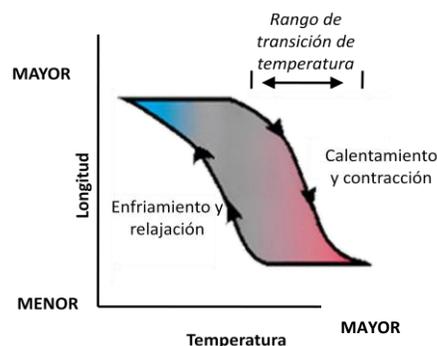


Figura 5. Curva de Histéresis para describir el comportamiento ante el calor del Nitinol

- *Fracción de martensita/austenita*

La Figura 2-9 representa datos experimentales para una muestra típica de NiTi sometido a una prueba de deformación por tensión uniaxial. En esta gráfica se ilustra el comportamiento del Nitinol con la aparición de cada una de los estados de martensita y austenita pudiéndose observar en la curva la evolución entre cada fase y las etapas en que ambas fases coexisten.

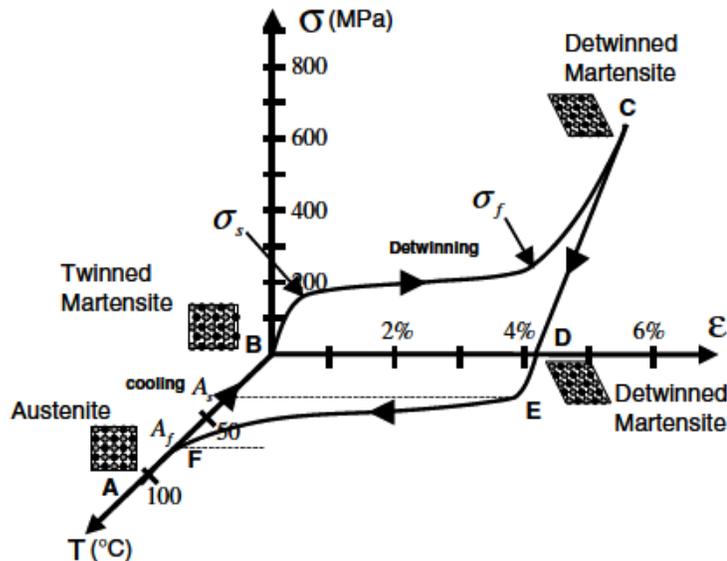


Figura 6. Datos experimentales de un experimento típico de un espécimen de NiTi sometido a carga uniaxial (<http://smart.tamu.edu/overview/smaintro/detailed/detailed.html>)

En la Figura anterior, el esfuerzo  $\sigma$  es uniaxial y producido por una carga aplicada. La deformación  $\epsilon$  es el cambio en la longitud del espécimen en la dirección de la carga aplicada, normalizada respecto de la longitud original (Lagoudas 2008). Empezando en la fase madre de austenita en el punto A, se produce un enfriamiento, sin la aplicación de esfuerzo hasta alcanzar las temperaturas de transformación  $M_s$  y  $M_f$ , resultando en la formación de martensita maclada (“twinned martensite”) en el punto B. Cuando a la martensita maclada se le aplica un esfuerzo que excede el esfuerzo  $\sigma_s$  (esfuerzo de fluencia, límite entre la deformación plástica y elástica), el proceso de reorientación se inicia, empezando el crecimiento de las variantes de martensita más favorecidas a expensas de las menos favorecidas. El esfuerzo necesario para la reorientación de las variantes es mucho menor que el esfuerzo necesario para la producción de deformación plástica permanente en la martensita. El demaclado (“detwinning”) se completa

cuando el nivel de esfuerzos alcanza  $\sigma_f$ . Al retirar la carga, el material se desplaza de C a D, manteniendo la martensita demaada. Al aplicar calor el material en ausencia de esfuerzos mecánicos, se da comienzo a la transformación a medida que se alcanza la temperatura  $A_s$ , en el punto E, y se completa al alcanzar la temperatura  $A_f$ , en el punto F, por encima del cual solo existe la fase de Austenita. En ausencia de deformación plástica permanente, generada durante el demaado, el material alcanza su forma original, mostrada en el punto A. La deformación recuperada durante la transformación de fase desde la martensita demaada hasta austenita se denomina deformación de transformación ( $\epsilon_t$ ). El enfriamiento subsecuente hasta martensita resulta en la formación de las maclas de martensita, formando las diferentes variantes, y el ciclo completo del efecto de memoria de forma se repite (Lagoudas 2008).

#### *2.1.4.2 Investigaciones referenciadas sobre el efecto TWSME en alambres de Nitinol*

Para la presente investigación se revisaron con especial importancia tres trabajos (Wang, et al 2001; Wang, et al 2002 y Wang, et al 2004) enfocados en el comportamiento de memoria de doble forma en alambres de Nitinol. La Tabla 2-3 resume los objetivos, procedimientos y resultados obtenidos en estas investigaciones.

Tabla 2-3. Resumen de referencias revisadas

Autores, Año	Objetivo	Metodología	Resultados
Wang et al. (2001)	Se investiga el efecto del tratamiento térmico en las transformaciones e histéresis de Alambres de Nitinol, lo mismo que el efecto del entrenamiento en encontrar el mayor porcentaje de TWSME.	Nitinol en forma de alambre con composición Ti-50.6%, Ni, con un diámetro de 0.5 mm se fijo alrededor de una barra cilíndrica y se sometieron a tratamientos térmicos de 350°C hasta 500°C por 1h y enfriamiento al aire. Luego los resortes se sometieron a 2 entrenamientos diferentes, y se midieron los TWSME de cada uno y se compararon.	<p>Las temperaturas de transformación aumentan con el aumento de las temperaturas de tratamientos térmicos cuando estas son mayores de 400°C.</p> <p>El TWSME aumenta con el aumento en las temperaturas de tratamiento térmico, en 350°C solo alcanza un 5%, mientras que a 450°C se obtuvo un 25%.</p> <p>El número óptimo de ciclos de entrenamiento fue de 20 ciclos, y junto con 450°C proporcionaron el TWSME de mayor valor (25%)</p>
Wang, et al (2002)	Investigar el desarrollo del TWSME producido por entrenamiento termomecánico y la degradación de este luego de varios ciclos de trabajo en alambres de Nitinol	Alambres de Nitinol de diámetro 0.55mm de Ti-49.8%, Ni, se fijaron en una barra cilíndrica. Luego se sometieron a tratamientos térmicos de 500°C por 1h seguido de enfriamiento al aire. Se extienden los resortes y entonces se someten a un segundo tratamiento variando la temperatura y el tiempo como sigue: de 450 a 600°C por 1h o a 500°C de 0.5 a 2.5h. Luego, cada uno se somete al siguiente tratamiento termomecánico: se comprime hasta que la extensión es de 0% a baja temperatura, luego se retira la fuerza y se calienta a 100°C. La distancia de extensión y compresión de los resortes se midió a 5 y 100°C.	<p>A la temperatura de 550°C se alcanza un TWSME de 60%.</p> <p>Al aumentar el número de ciclos, se presenta un aumento en el TWSME hasta un 68%.</p> <p>Se presenta una fuerte disminución del TWSME luego de los primeros ciclos de trabajo, estabilizándose en 45% luego de 500 ciclos de trabajo.</p>
Wang, et al (2004)	Investigar cómo afectan las características electrotérmicas el proceso de TWSME, utilizando corriente alterna y eléctrica en alambres de Nitinol.	Alambres de Nitinol de composición Ti-49.8%, Ni en peso, se fijaron a una barra cilíndrica y sometieron a tratamiento térmico a 500°C por 1h y enfriamiento al aire. Entonces se extendieron y se sometieron a otro tratamiento térmico de 550°C y 1h, enfriado al aire. Se trataron termo mecánicamente por 150 ciclos.	<p>La elongación mayor en TWSME fue de 65%.</p> <p>De 7.4 a 8.4 A/mm<sup>2</sup> de corriente alterna es el intervalo donde se presente el mayor TWSME.</p> <p>En 6.3<sup>a</sup>/mm<sup>2</sup> de corriente continua se presenta el mayor TWSME de 65%.</p> <p>En la degradación del TWSME se presenta un comportamiento de disminución de este efecto a medida que aumento los ciclos de trabajo.</p>

## 2.2 MODELOS MATEMÁTICOS

El comportamiento de los SMA se da en función principalmente de tres variables: esfuerzo, deformación y temperatura. Estas son interdependientes y la función resultante es de forma no lineal. Los modelos matemáticos constitutivos buscan describir el comportamiento de los SMA como una función de estas variables, basándose en una combinación de la termomecánica y su comportamiento fenomenológico.

Las propiedades de una aleación en particular dependen de la composición, y de las técnicas y procesos de fabricación, además del tratamiento térmico de la aleación, y para simular estas variaciones la mayoría de los modelos matemáticos emplean parámetros específicos del material, los cuales se determinan experimentalmente. Estos modelos constitutivos se desarrolla para cargas cuasi estáticas, y se asume que el material se encuentra siempre en equilibrio termodinámico.

Debido a que en las transformaciones presentes en los SMA, las variantes de martensita tienen preferencia a lo largo del eje donde se aplica la carga, en la caracterización de la mayoría de los modelos se utiliza solo una dimensión para el estudio de los modelos constitutivos, y la comparación de resultados.

### 2.2.1 MODELOS DE CINÉTICA DE TRANSFORMACION DE FASE

Este tipo de modelos asumen, además de la deformación ( $\varepsilon$ ) y la temperatura, la variable interna  $\xi$ , que representa la fracción volumétrica de martensita presente (Paiva and Amorim 2006). La relación constitutiva entre el esfuerzo y las variables de estado para el modelaje del comportamiento de los SMA se considera en forma de una tasa de cambio (Paiva & Amorim, 2006):

$$\dot{\sigma} = E \dot{\varepsilon} - \alpha \dot{\beta} - \Omega \dot{T} \quad 2-1$$

Donde E representa el tensor elástico,  $\alpha$  corresponde al tensor de transformación de

fase y  $\Omega$  se relaciona con el tensor termoelástico. Ahora, debido a la naturaleza no difusiva de la transformación martensítica, la fracción volumétrica  $\xi$  puede ser expresada como función de los valores instantáneos de esfuerzo y temperatura,  $\xi = \xi(\sigma, T)$ , y esta relación es la base de las funciones desarrolladas en los modelos constitutivos desarrollados para los SMA, mostrados a continuación.

### 2.2.1.1 Modelo de Tanaka

Uno de los primeros modelos constitutivos fue el desarrollado por Tanaka en 1986 (Schwartz, 2002), y se basa en la segunda ley de la termodinámica. Este modelo asume que las únicas variables de estado son la deformación unidireccional, la temperatura y la fracción de volumen de martensita, calculando el esfuerzo como función de estas variables. El modelo desarrollado por Tanaka describe la cinética de la transformación con una función exponencial que relaciona la fracción de volumen de martensita con el esfuerzo y la temperatura.

Durante la transformación de Austenita a Martensita el modelo de Tanaka se representa como (Paiva y Amorim, 2006)

$$\xi = 1 - e^{a_M(M_s - T) + b_M \sigma} \quad 2-2$$

Y para la transformación Martensita a Austenita

$$\xi = e^{a_A(A_s - T) + b_A \sigma} \quad 2-3$$

Donde:

$\xi$  es la fracción volumétrica de martensita

T es la temperatura del material

$\sigma$  es el esfuerzo aplicado

$$a_A = \frac{\ln(0.01)}{A_s - A_f} \quad 2-4$$

$$b_a = \frac{a_A}{C_A} \quad 2-5$$

$$a_M = \frac{\ln(0.01)}{M_s - M_f} \quad 2-6$$

$$b_M = \frac{a_M}{C_M} \quad 2-7$$

$C_A$  y  $C_M$  se obtienen experimentalmente de la Gráfica de esfuerzo crítico contra temperatura, el cual muestra la variación de las temperaturas de transformación con respecto al esfuerzo, como sigue:

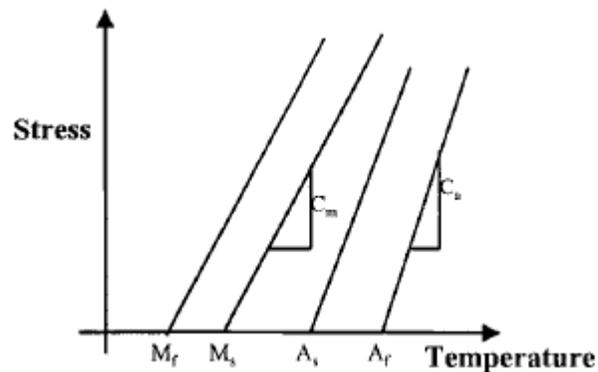


Figura 7. Gráfica de esfuerzo critico contra temperatura para un SMA

### 2.2.1.2 Modelo de Liang Rogers

Este modelo se basa en el modelo de Tanaka, con la diferencia de que la ecuación que relaciona las variables tiene un término de coseno para caracterizar fracción volumétrica de martensita.

La transformación austenita a martensita a tensión 0 se define como (Liang y Rogers, 1990)

$$\xi = \frac{1}{2} \left\{ 1 - \cos \left( \left( \frac{T - A_s}{A_f - A_s} \right) \pi \right) \right\} \quad 2-8$$

Y la transformación reversa, de martensita a austenita es

$$\xi = \frac{1}{2} \left\{ 1 - \cos \left( \left( \frac{T - M_f}{M_s - M_f} \right) \pi \right) \right\} \quad 2-9$$

Con los intervalos de transición

$$\xi_{A \rightarrow M} = \begin{cases} 0 & \text{si } T \leq A_s \\ 1 & \text{si } T \geq A_f \end{cases}$$

$$\xi_{M \rightarrow A} = \begin{cases} 0 & \text{si } T \leq M_f \\ 1 & \text{si } T \geq M_s \end{cases}$$

Siendo  $\xi_A$  y  $\xi_M$  las fracciones volumétricas iniciales para la transformación A-M y M-A respectivamente, las cuales son usualmente asumidas. Las otras variantes tienen el mismo significado que en modelo de Tanaka

El modelo también expresa la evolución de la fracción volumétrica de martensita a tensión cero. Esto se obtiene eliminando de las ecuaciones 2-2 y 2-3 el término de esfuerzo.

$$\xi = \frac{1 - \xi_A}{2} \cos(a_M (T - M_f)) + \frac{1 + \xi_A}{2} \quad 2-10$$

$$\xi = \frac{\xi_M}{2} \cos(a_A (T - A_s)) + 1 \quad 2-11$$

Para los efectos de esta investigación este último modelo será el aplicado a los parámetros obtenidos en los resultados experimentales para conocer el comportamiento de la SMA estudiada. Esto se debe a que es un modelo sencillo, de fácil aplicación y que además está planteado para trabajar el modelo constitutivo en una dimensión. Muchos otros modelos

han sido diseñados, con diferentes parámetros y comportamientos, los cuales se pueden estudiar más en profundidad en varias publicaciones como Schwartz (2002), Lagoudas (2008) y Leo (2007).

## 2.3 METODOLOGÍA DE SUPERFICIES DE RESPUESTA

### 2.3.1 DEFINICIÓN

La Metodología de Superficies de Respuesta es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas utilizadas para modelar y analizar problemas en los que una variable de interés es influenciada por otras. El objetivo es optimizar la variable de interés. Esto se logra al determinar las condiciones óptimas de operación del sistema.

### 2.3.2 TERMINOLOGÍA

A continuación se presenta la terminología que se utilizará a lo largo del capítulo:

- Factores: Son las condiciones del proceso que influyen la variable de respuesta. Estos pueden ser cuantitativos o cualitativos.
- Respuesta: Es una cantidad medible cuyo valor se ve reflejado al cambiar los niveles de los factores. El interés principal es optimizar dicho valor.
- Función de respuesta: Al decir que un valor de respuesta  $Y'$  depende de los niveles  $x_1, x_2, \dots, x_k$  de  $k$  factores,  $\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_k$ , estamos diciendo que existe una función matemática de  $x_1, x_2, \dots, x_k$  cuyo valor para una combinación dada de los niveles de los factores corresponde a  $Y$ , esto es  $Y=f(x_1, x_2, \dots, x_k)$ .
- Función de respuesta predicha: La función de respuesta se puede representar con una ecuación polinomial. El éxito en una investigación de una superficie de respuesta depende de que la respuesta se pueda ajustar a un polinomio de primer o segundo grado. Supongamos que la función de respuesta para los niveles de dos factores se puede expresar utilizando un polinomio de primer grado:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 \quad 2-12$$

donde  $\beta_0, \beta_1, \beta_2$  son los coeficientes de regresión a estimar;  $x_1, x_2$  representan los niveles de  $\xi_1$  y  $\xi_2$  respectivamente. Suponiendo que se recolectan  $N \geq 3$  valores de respuesta ( $Y$ ), con los estimadores  $b_0, b_1$  y  $b_2$  se obtienen  $\beta_0, \beta_1, \beta_2$  respectivamente. Al reemplazar los coeficientes de regresión por sus estimadores obtenemos:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 \quad 2-13$$

Donde  $\hat{Y}$  denota el valor estimado de  $Y$  dado por  $x_1$  y  $x_2$ .

- Gráfica de contornos: La gráfica de contornos facilita la visualización de la forma de una superficie de respuesta en tres dimensiones. En ésta las curvas de los valores iguales de respuesta se grafican en un plano donde los ejes coordenados representan los niveles de los factores. Cada curva representa un valor específico de la altura de la superficie, es decir, un valor específico de  $\hat{Y}$ . Esta gráfica nos ayuda a enfocar nuestra atención en los niveles de los factores a los cuales ocurre un cambio en la altura de la superficie.
- Región experimental: La región experimental especifica la región de valores para los niveles de los factores. Esto se puede hacer empleando los niveles actuales de operación para cada factor; si se desea explorar el vecindario y decrementa el valor del nivel en una cantidad determinada.

### 2.3.3 SUPERFICIE DE RESPUESTA

La relación  $Y=f(x_1, x_2, \dots, x_k)$  entre  $Y$  y los niveles de los  $k$  factores  $\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_k$ , representa una superficie. Con  $k$  factores la superficie está en  $k+1$  dimensiones. Por ejemplo cuando se tiene  $Y=f(x_1)$  la superficie esta en dos dimensiones como se muestra en la Figura 2-11 (Cornell, 1990). Mientras que si tenemos  $Y=f(x_1, x_2)$  la superficie está en tres dimensiones, esto se observa en la Figura 2-12. (Cornell, 1990),



Figura 8. Superficie de Respuesta en dos dimensiones

### 2.3.3.1 Polinomio de primer orden

Generalmente se desconoce la relación entre la respuesta y las variables independientes, por ello requerimos un modelo que aproxime la relación funcional entre  $Y$  y las variables independientes. Este modelo provee las bases para un nuevo experimento que nos lleva hacia un nuevo modelo y el ciclo se repite. Si la respuesta se describe adecuadamente por una función lineal de las variables independientes se utiliza el modelo de primer orden (Cornell, 1990).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \epsilon \quad 2-14$$

Los parámetros del modelo se estiman mediante el método de mínimos cuadrados. Una vez que se tienen los estimadores se sustituyen en la ecuación y obtenemos el modelo ajustado (Cornell, 1990),

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + \dots + b_k x_k \quad 2-15$$

Este modelo se utiliza cuando queremos estudiar el comportamiento de la variable de respuesta únicamente en la región y cuando no conocemos la forma de la superficie.

### 2.3.3.2 Prueba de la significancia de los coeficientes estimados en el modelo ajustado

De acuerdo a Cornell (1990) para estimar los coeficientes se requieren  $N \geq k+1$  valores de respuesta ( $Y$ ). El análisis de los datos de las corridas se presenta en una tabla de análisis de varianza. La tabla presenta las diferentes fuentes de variación que contribuyen a la variación total de los datos.

La variación total recibe el nombre de suma de cuadrados total (SST), se calcula de la siguiente manera:

$$SST = \sum_{u=1}^N (Y_u - \bar{Y})^2 \quad 2-16$$

donde  $Y_u$  es el valor observado en la  $u$ -ésima corrida y  $\bar{Y}$  es el promedio de los valores de respuesta..

La suma de cuadrados se compone por la suma de cuadrados debido a la regresión y la suma de cuadrados no tomada en cuenta por el modelo ajustado. La fórmula de la suma de cuadrados debido a la regresión es:

$$SSR = \sum_{u=1}^N (\hat{Y}_u - \bar{Y})^2 \quad 2-17$$

La suma de cuadrados residual, que corresponde a la no tomada en cuenta, se calcula de la siguiente forma (Cornell, 1990):

$$SSE = \sum_{u=1}^N (Y_u - \hat{Y}_u)^2 \quad 2-18$$

En la Tabla 2-4 se observa una tabla de análisis de varianza (Cornell, 1990), en ella  $p$  representa el número del modelo ajustado.

Tabla 2-4. Análisis de Varianza

<b>Fuente</b>	<b>Grados de Libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Media de Cuadrados</b>
Regresión	p-1	SSR	SSR/p-1
Residuo	N-p	SSE	SSE/N-p
Total	N-1	SST	

La prueba de significancia de la ecuación de regresión ajustada tiene la siguiente hipótesis nula  $H_0$ : Todas las  $\beta_s$  (excluyendo  $\beta_0$ ) son cero contra la alternativa  $H_A$ : Al menos una de las  $\beta_s$  (excluyendo  $\beta_0$ ) es diferente de cero. La prueba supone que el error se comporta normalmente, en ésta se utiliza el estadístico de prueba  $F$ , el cual se calcula:

$$F = \frac{SSR/(p-1)}{SSE/(N-p)} \quad 2-19$$

Este se compara con una  $F_{(p-1, N-p)}$ , si  $F$  calculada excede este valor la hipótesis nula se rechaza con un nivel de confianza de  $\alpha$ . Esto significa que la variación explicada por el modelo es significativamente mayor que la variación inexplicable.

Además de esta prueba se puede hacer un análisis del ajuste del modelo con la  $R^2$ , que es la proporción total de la variación de las  $Y_u$ s con respecto a la media que se puede explicar con la ecuación de regresión ajustada. Esta se calcula de la siguiente manera (Cornell, 1990).

$$R^2 = \frac{SSR}{SST} \quad 2-20$$

### 2.3.3.3 Prueba de falta de ajuste

La falta de ajuste se presenta por la no planaridad o la curvatura de la superficie de respuesta, ésta no se detecta debido a la exclusión de los términos cuadráticos (o cúbicos) como son  $b_{ii}x_i^3$  o de los términos de producto cruzado ( $b_{ijk}x_i x_j x_k$ ) que se refieren al efecto de la interacción entre los factores.

La prueba de falta de ajuste requiere que el diseño del experimento satisfaga:

El número de los distintos puntos del diseño  $n$ , debe exceder el número de términos en el modelo ajustado, es decir  $n > k + 1$ , y

Al menos 2 réplicas deben recolectarse en uno o más puntos del diseño para estimar la varianza del error.

Además, los valores del error aleatorio ( $\epsilon_u$ ) deben asumir una distribución normal e independiente con una varianza común  $\sigma^2$ .

Al cumplirse las condiciones 1 y 2 la suma de cuadrados residual se compone de dos fuentes de variación. La primera es la falta de ajuste del modelo ajustado (debido a la exclusión de términos de mayor orden) y la segunda es la variación del error puro. Para calcularlas necesitamos la suma de cuadrados calculada de las réplicas que recibe el nombre de error puro de la suma de cuadrados y sustraer de la suma de cuadrados residual éste para obtener la suma de cuadrados de la falta de ajuste. Es decir:

$$SS_{ErrorPuro} = \sum_{i=1}^n \sum_{u=1}^{r_i} (Y_{lu} - \bar{Y}_l)^2 \quad 2-21$$

Donde  $Y_{lu}$  es la  $u$ -ésima observación del  $l$ -ésimo punto del diseño

$u=1, 2, \dots, r_l ; l=1, 2, \dots, n$

$\bar{Y}_l$  es el promedio de las  $r_l$  observaciones del  $l$ -ésimo punto del diseño.

$$SS_{Falta de Ajuste} = SSE - SS_{Error Puro} \quad 2-22$$

$$SS_{Falta de Ajuste} = \sum_{l=1}^n r_l (\hat{Y}_l - \bar{Y}_l)^2 \quad 2-23$$

donde  $\hat{Y}_l$  es el valor predicho de la respuesta en el  $l$ -ésimo punto del diseño.

La prueba de adecuación del modelo ajustado es:

$$F = \frac{\frac{SS_{Falta de Ajuste}}{(n-p)}}{\frac{SS_{ErrorPuro}}{(N-n)}} \quad 2-24$$

La hipótesis de suficiencia de ajuste con un nivel  $\alpha$  de significancia se rechaza cuando el valor del estadístico es mayor a  $F_{(n-p, N-n, \alpha)}$ . Cuando la  $F$  calculada no es mayor el cuadrado medio residual es utilizado para estimar  $\sigma^2$  y también se usa para probar la significancia del modelo ajustado.

Cuando la hipótesis de suficiencia de ajuste se rechaza, se debe de elevar el grado del modelo aumentando términos de producto cruzado y/o términos de mayor grado en  $x_1, x_2, \dots, x_k$ .

Si se requieren puntos adicionales para estimar todos los coeficientes éstos se añaden. Se colectan los datos y se vuelve a hacer el análisis.

Si no se rechaza la hipótesis podemos inferir que la superficie es plana. Una vez que se tiene la ecuación y se ha probado el ajuste se buscan niveles que mejoren los valores de respuesta.

#### 2.3.3.4 Método de máxima pendiente en ascenso

Frecuentemente la estimación inicial de las condiciones de operación óptimas está alejada del óptimo real, en este caso se desea moverse rápidamente a la vecindad del óptimo. El método de máxima pendiente en ascenso es un procedimiento para recorrer secuencialmente la trayectoria de la máxima pendiente, que nos lleva en dirección del máximo aumento de la respuesta, como se ve en la Figura 2-12, el cuadrado naranja simboliza el experimento factorial inicial, la línea negra muestra la trayectoria de ascenso para cada punto en esta trayectoria se ejecuta un experimento. Cuando se desea la minimización se habla de mínima pendiente en descenso.

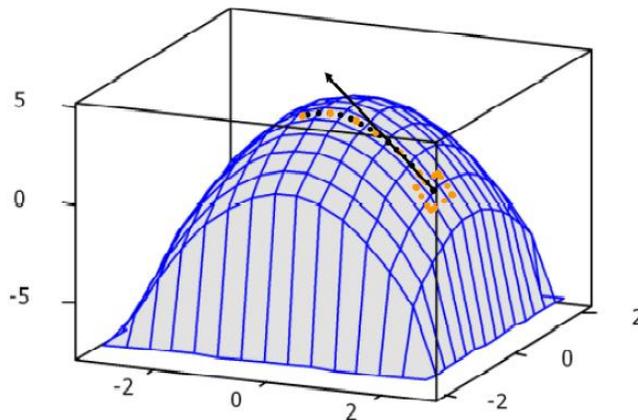


Figura 9. Trayectoria de máximo ascenso.

De acuerdo a Montgomery (1991), la dirección de ascenso máximo es en la que  $\hat{Y}$  aumenta más rápido, ésta es paralela a la normal de la superficie de respuesta ajustada. Los incrementos a lo largo de la trayectoria son proporcionales a los coeficientes de regresión  $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \dots$

Los experimentos se llevan a cabo hasta que deje de observarse un incremento en la respuesta, entonces se ajusta un nuevo modelo de primer orden con el que se determina una nueva trayectoria y se continúa con el procedimiento. Finalmente, se consigue llegar a la cercanía del óptimo, esto ocurre cuando existe falta de ajuste del modelo de primer orden.

2.3.3.4.1 Algoritmo para determinar las coordenadas de un punto en la trayectoria de máxima pendiente en ascenso

Un algoritmo propuesto por Montgomery es el siguiente:

Supóngase que el punto  $x_1=x_2=\dots=x_k=0$

Se elige un tamaño de incremento o escalón en una de las variables del proceso, digamos  $\Delta x_j$ , usualmente se elige la variable de la que más se sabe, o la que tiene el mayor coeficiente de regresión absoluto  $|\beta_j|$

El tamaño de incremento en las otras variables es

$$\Delta x_i = \frac{\hat{\beta}_i}{\hat{\beta}_j / \Delta x_j} \quad 2-25$$

donde  $i=1, 2, \dots, k \quad i \neq j$

Se convierte  $\Delta x_i$  de variables codificadas a variables naturales.

Se continúa este proceso hasta observar un cambio en la tendencia de aumento de la respuesta si se está maximizando o de disminución si se está minimizando. (Box y Draper, 2007).

En el punto de inflexión se realiza un nuevo experimento factorial y se evalúa el modelo lineal y se obtiene un nuevo modelo.

Si resulta significativo el modelo, se busca una nueva trayectoria de ascenso, si no es significativo, quiere decir que estamos cerca del punto máximo, por lo cual se procede a optimizar en esta región experimental.

### **3. METODOLOGÍA**

La metodología de la presente investigación puede ser simplificada en tres pasos: 1) Minería de Datos, 2) Diseño de Experimentos, 3) Experimentación con resortes de Nitinol y 4) Análisis con Modelos Matemáticos.

#### **3.1 MINERÍA DE DATOS**

Tomando como fundamento el principio de la minería de datos que tiene como objetivo la extracción no trivial de información que reside de manera implícita en los datos, en esta etapa de la investigación se aplicó la minería de datos a dos referencias revisadas. El propósito de esta fase de la investigación fue corroborar las conclusiones obtenidas por los investigadores.

Se seleccionaron las referencias de los autores Wang et al., (2004) y Wang et al (2002) de cuyas gráficas se obtuvieron los datos (mediante mediciones sobre cada gráfica) que posteriormente fueron sometidos a análisis de varianza (ANOVA) y gráficos residuales.

#### **3.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS**

La experimentación en laboratorio es la fase práctica de la investigación. Se trabajó con alambres de Nitinol de composición 50.1Ni 49.9Ti y con un diámetro de 0.020 in, los cuales se cortaron en partes suficientemente largas para conseguir 5 vueltas de resorte en moldes de tornillo de diámetro 0.70 in y 0.460 in, con distancias entre espirales de 0.0875in y 0.062in respectivamente.

Previo a la experimentación se hizo necesaria la fijación de la forma para obtener los resortes a partir de las muestras de alambre.

La forma fue inducida mediante tratamiento térmico. Las muestras se sujetaron a los

moldes en forma de tornillo y se sometieron a tratamientos térmicos con las temperaturas y tiempos descritos en la Tabla 3-1.

Tabla 3-1. Temperaturas, tiempos y número de ciclos para el tratamiento térmico y el entrenamiento del Nitinol

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO(min)	CICLOS
450	15	20
475	20	25
500	25	30

El método de enfriamiento fue por medio de aire forzado. Luego, se desmoldan los resortes, y se procede al entrenamiento del material.

Acto seguido se realizó el entrenamiento del material para inducir el efecto de TWSME. Para entrenar el material primero se aplicó corriente eléctrica a través de una fuente de voltaje DC hasta conseguir la forma de resorte en fase austenítica. Seguido a esto, se desconecta la fuente de potencia, dejando que el material se enfríe a temperatura de formación de martensita. Se coloca la carga de entrenamiento, luego se retira y se vuelve a encender la corriente eléctrica para llevar de nuevo al material a su forma austenítica de resorte. Esto se repite para cada tratamiento térmico y número de ciclos.

Una vez entrenados los resortes, se llevaron a cabo los experimentos según el diseño de experimentos factorial. Para la medición del TWSME después de cumplidos los ciclos de entrenamiento, se calienta el material hasta llevarlo a su forma de austenita y se mide la distancia obtenida de espiral a espiral ( $L_A$ ), luego se enfría el resorte a una temperatura de 5°C y se mide de nuevo la distancia entre espirales ( $L_M$ ). Usando la ecuación 3-1 se obtiene el porcentaje de TWSME desarrollado en el proceso.

$$\%TWSME = \frac{L_M - L_A}{L_M} \times 100\% \quad \mathbf{3-1}$$

La Figura 3-1 provee un diagrama de flujo con el procedimiento completo de fijación de forma y entrenamiento del material.

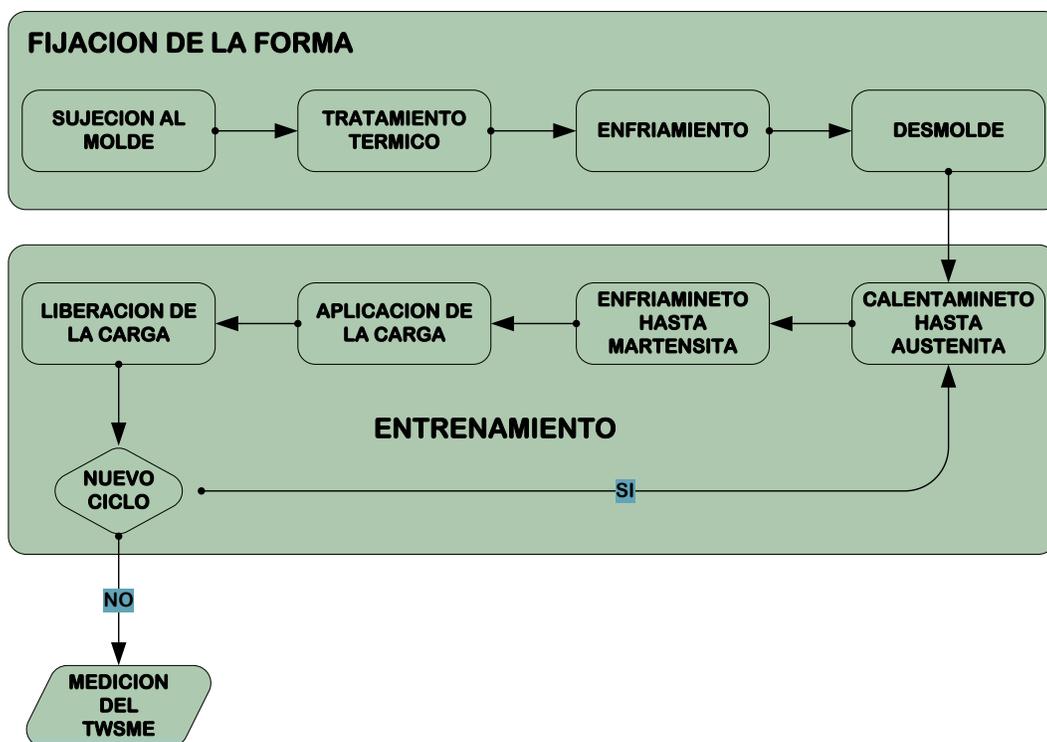


Figura 3-1. Esquema del proceso de adquisición de forma y entrenamiento para el Nitinol

### 3.3 PARÁMETROS TERMOMECAÑICOS

En el presente trabajo se ha utilizado la técnica de la medición del cambio de resistividad con la temperatura combinado, para determinar las temperaturas austeníticas. La razón principal es la sencillez, en principio, de la implementación experimental de este método, que no requiere el conocimiento de ninguna técnica específica adecuada como con el DSC; otra razón no menos importante, es que no implica la destrucción del material o probeta, fundamental para el caso que queramos analizar temperaturas en probetas que deben ser ensayadas con posterioridad. El equipo usado se describe a continuación:

- Multímetro digital
- Fuente de voltaje DC
- Termopar tipo K

- Calentador o “blower” de temperatura regulable
- Termómetro
- Cámara de calentamiento
- Espuma de poliuretano

Se diseñó una cámara aislante que soporta hasta 150°C, en donde se colocaron los resortes de Nitinol. Las adaptaciones de la cámara se hicieron de tal manera que permitieran el calentamiento interno mediante el blower, y al mismo tiempo la medición de la resistencia del alambre de Nitinol con el multímetro y de la temperatura con el termopar. El termómetro se utilizó para controlar que la temperatura dentro de la cámara fuera lo suficientemente estable para que la lectura en el multímetro se pudiera tomar.

#### **Procedimiento para el calentamiento:**

- Se coloca el resorte de Nitinol dentro de la cámara.
- Se deforma, mediante aplicación de la carga y luego esta se retira para dejar el material en su fase de martensita.
- Se toma la lectura de la temperatura del termómetro y el termopar.
- Se toma la lectura del multímetro.
- Se procede a aumentar la temperatura dentro de la cámara entre 3 y 5 grados mediante la activación del blower.
- Se espera a que la temperatura en la cámara se estabilice
- Se toman las lecturas de temperatura y resistencia a la nueva temperatura.
- El proceso se repite hasta llegar a los 130°C.

#### **Procedimiento para el enfriamiento:**

- Se retira la cámara permitiendo que el resorte se enfríe al aire.
- Se toman las correspondientes lecturas a medida que la temperatura disminuye.
- Este proceso se repitió 5 veces para cada resorte.

## 4. RESULTADOS

### 4.1 MINERÍA DE DATOS

#### 4.1.1 WANG ET AL. (2004):

La Figura 4-1 muestra las gráficas en Wang et al (2004) de las que se extrajeron los datos a los que corresponden los coeficientes de regresión y ANOVA de las Tablas 4-1 y 4-2.

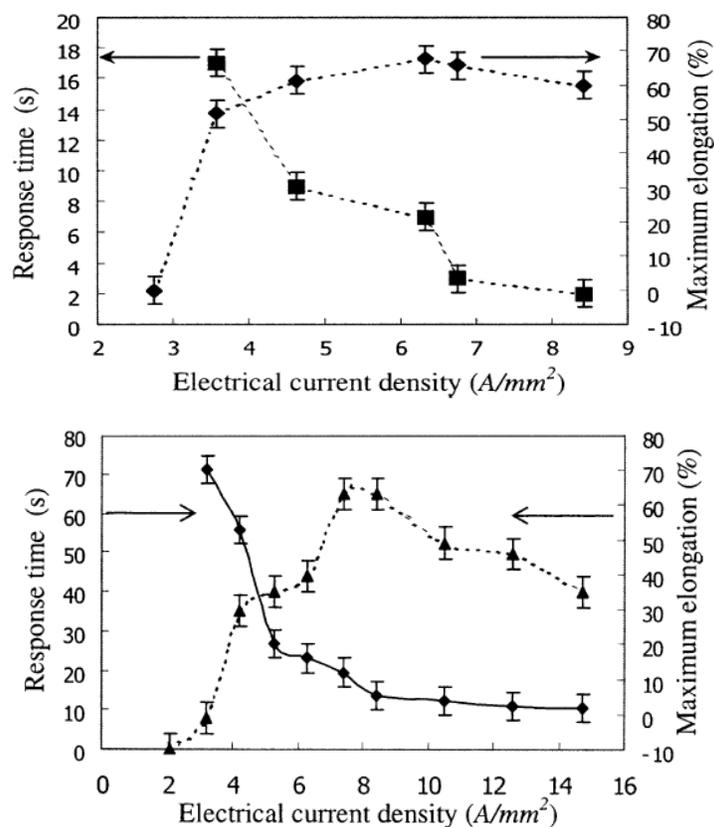


Figura 4-1. Curvas de máxima elongación y tiempo de respuesta. Corriente directa (arriba) y Corriente alterna (abajo) (Wang, et al. 2004)

Tabla 4-1 Coeficientes de regresión estimados para Wang et al (2004). Datos para variables codificadas.

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	63.600	5.028	12.648	0.000
Type of current (AC or DC)	-5.891	5.463	-1.079	0.304
Electrical current density (ECD)	13.138	9.644	1.362	0.200
<b>ECD*ECD</b>	<b>-50.857</b>	<b>10.260</b>	<b>-4.957</b>	<b>0.000</b>
TOC*ECD	7.122	9.532	0.747	0.471
S = 11.81 R-Sq = 83.4% R-Sq(adj) = 77.4%				

Al observar el valor P de la Tabla 4-1 se puede concluir que ninguno de los factores principales resulta significativo en este experimento, solo la interacción ECD\*ECD tiene influencia notoria en los resultados. También se puede concluir que el modelo presenta un comportamiento cuadrático ya que el valor P de la regresión cuadrática en la Tabla 4-2 resultó significativo.

Tabla 4-2. Análisis de varianza para los datos de Wang et al (2004).

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	4	7714.93	7714.93	1928.73	13.84	0.000
Linear	2	3832.82	259.39	129.70	0.93	0.423
<b>Square</b>	<b>1</b>	<b>3804.30</b>	<b>3424.87</b>	<b>3424.87</b>	<b>24.57</b>	<b>0.000</b>
Interaction	1	77.81	77.81	77.81	0.56	0.471
Residual Error	11	1533.15	1533.15	139.38		
Total	15	9248.09				

La normalidad de los datos se corrobora en los gráficos de los residuales (Figura 4-2) en los cuales se muestra que la asunción de normalidad se cumple y no hay ninguna tendencia en el orden de experimentación.

Por otra parte, los autores argumentaban que según los resultados obtenidos la densidad de corriente óptima para obtener el mayor TWSME en el resorte se encuentra entre 7.4 y 8.4  $\frac{A}{mm^2}$ ; este resultado lo podemos contrastar con el gráfico de contorno (Figura 4-3) obtenido en el análisis estadístico de los datos rescatados con la minería de datos. Como se puede observar en la Figura 4-3, la región óptima de respuesta en cuanto a densidad de corriente eléctrica la podemos ubicar en un rango de 6 a 11.5  $\frac{A}{mm^2}$ , más amplio que el obtenido por los autores, también se puede constatar que el tipo de corriente directa nos acerca más a ese rango de respuesta máxima, en contraposición a los resultados obtenidos en la investigación.

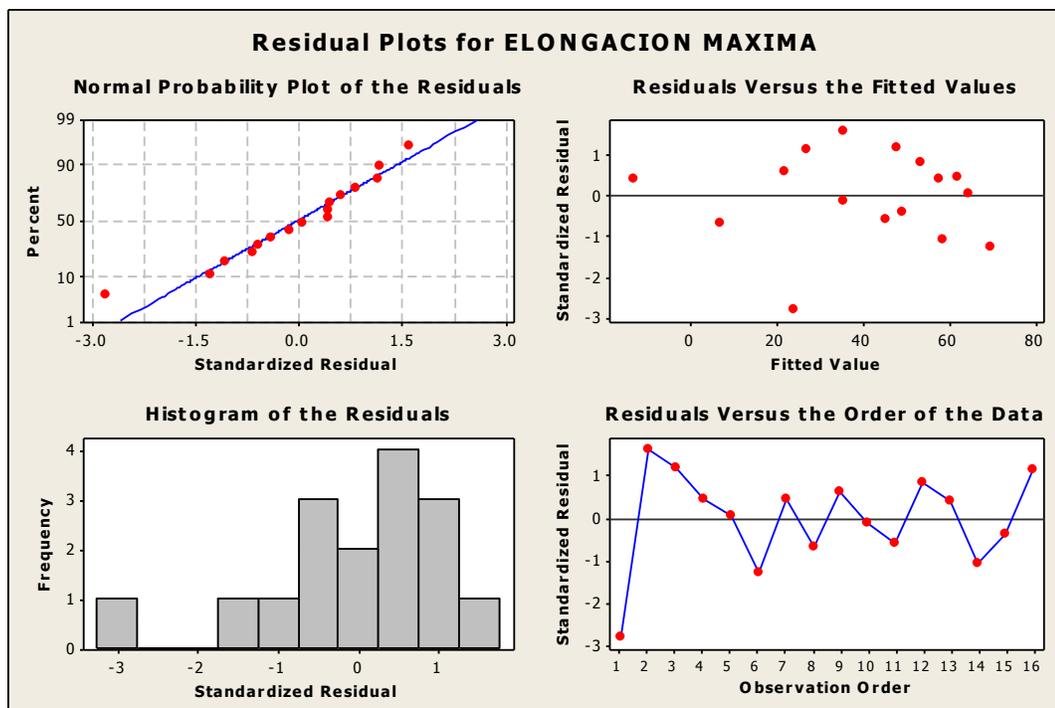


Figura 4-2. Gráfica de residuales para Wang, 2004.

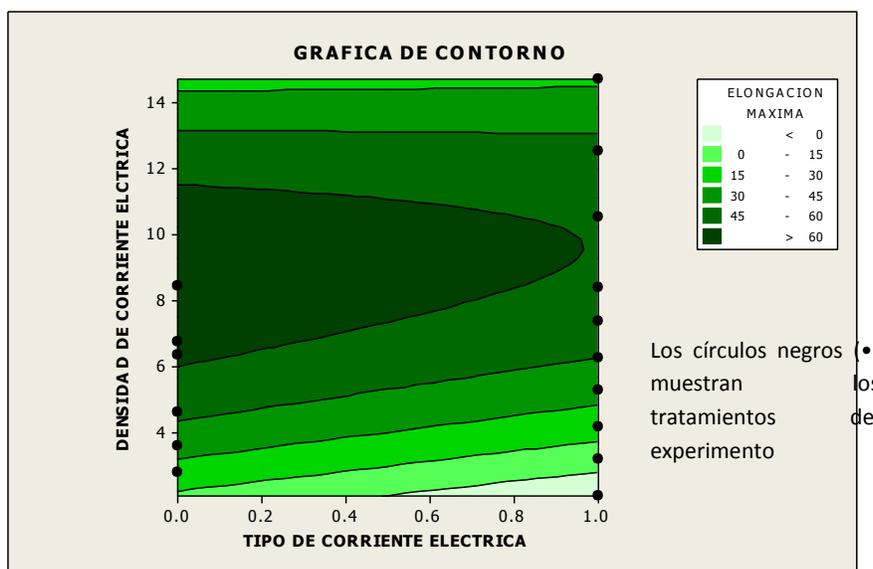


Figura 4-3. Gráfica de contorno para Wang, 2004.

En Wang et al (2004) se estudió además la influencia de los ciclos de trabajo de TWSME en contraste con la densidad de corriente continua usada. La Figura 4-4 muestra los

resultados obtenidos que los autores proveen para ciclos de trabajo mayores de 500.

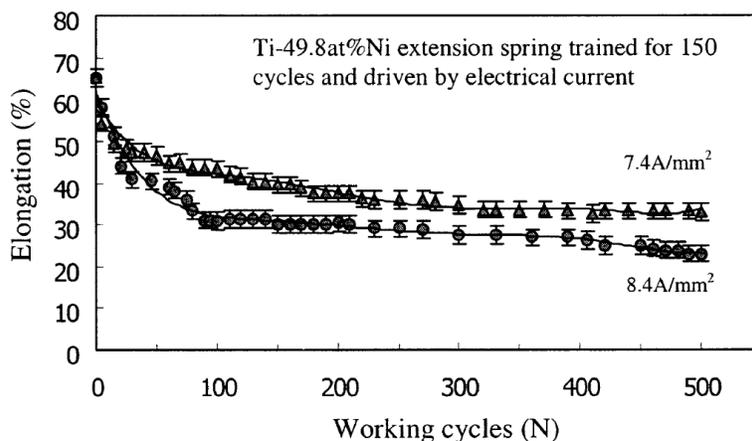


Figura 4-4. Elongación debida a ciclos termomecánicos de trabajo

Tabla 4-3. Coeficientes de regresión estimados para los datos de la Figura 4-4. (variables codificadas)

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	30.630	0.6381	48.003	0.000
ECD	-3.761	0.4124	-9.120	0.000
Working Cycles (WC)	-9.981	0.6536	-15.271	0.000
WC*WC	10.166	1.2373	8.216	0.000
ECD*WC	-1.148	0.6541	-1.755	0.083
S =		R-Sq =	R-Sq(adj) =	
3.563		83.7%	82.8%	

Tabla 4-4. Análisis de varianza para los datos de la Figura 4-4.

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	4	4821.85	4821.85	1205.46	94.98	0.000
Linear	2	3944.34	3971.14	1985.57	156.45	0.000
Square	1	838.40	856.70	856.70	67.50	0.000
Interaction	1	39.11	39.11	39.11	3.08	0.083
Residual Error	74	939.17	939.17	12.69		
Total	78	5761.02				

Como se puede observar en la Tabla 4-3 los factores principales son significativos, al igual que la interacción WC\*WC, lo cual muestra que tanto la densidad de corriente eléctrica como el numero de ciclos de trabajo ejercen gran influencia en el TWSME. La prueba de normalidad de los datos se puede corroborar en la Figura 4-5.

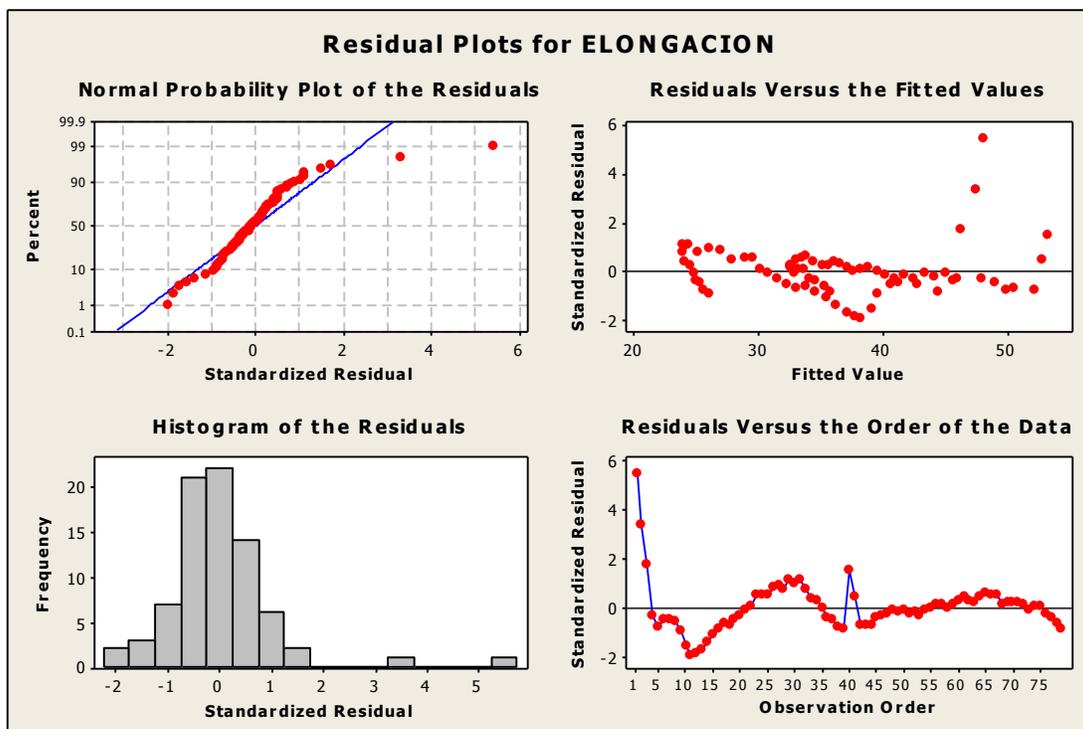


Figura 4-5. Gráfica de residuales para la influencia de los ciclos de trabajo en Wang et al (2004).

Aunque el gráfico de probabilidad normal de los residuales cumple con el criterio de normalidad, podemos observar que tanto en el gráfico de Residuales vs. Valores ajustados y Residuales vs. Orden de los datos se presenta una tendencia no aleatoria, lo cual nos indica que no existe total independencia entre las variables del experimento ni tampoco con el orden de experimentación, y por ende los resultados obtenidos no serán del todo confiables.

El autor afirma que al inicio de los ciclos de trabajo existe un fuerte y rápido deterioro en la variable de respuesta, la cual se estabiliza en los ciclos posteriores. Observando el gráfico de contorno de la Figura 4-6 se deduce que la región óptima de respuesta se encuentra en el nivel más bajo del factor de densidad de corriente eléctrica, en el rango de  $7.4$  a  $8 \frac{A}{mm^2}$ , lo mismo que en el nivel más bajo de los ciclos de trabajo, de  $0$  a  $30$  ciclos de trabajo.

Los datos analizados demuestran la necesidad de crear un experimento controlado, como se pudo observar en la Figura 4-5 al evaluar las asunciones de normalidad del experimento. Además se necesita realizar una búsqueda en las regiones carentes de tratamientos y datos experimentales en donde no se recolectó información acerca del comportamiento de la respuesta en la región entre  $7.4$  y  $8.4 \frac{A}{mm^2}$ . El análisis solo se redujo al

tipo de variar una variable al tiempo. La Figura 4-6 ilustra mediante un gráfico de contorno obtenido para estos datos.

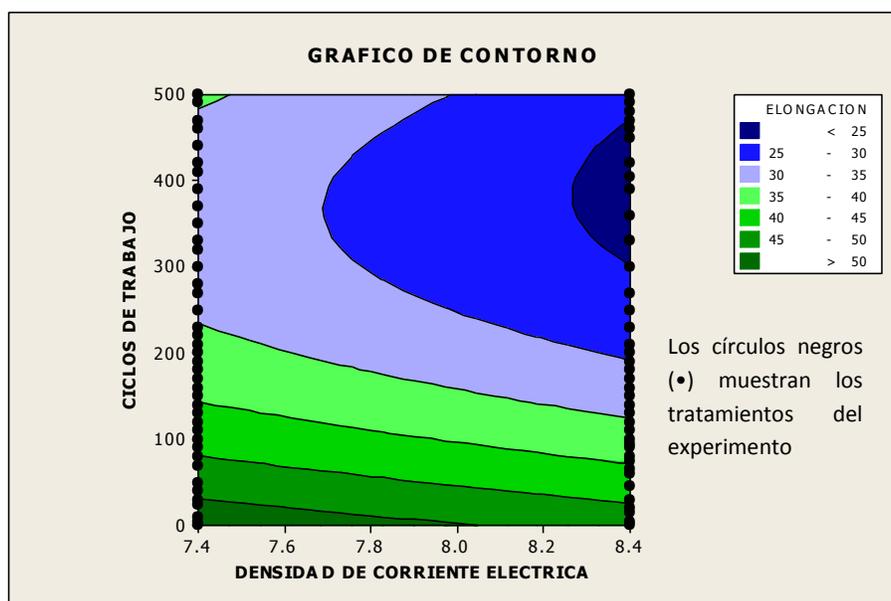


Figura 4-6. Gráfica de contorno para Wang et al (2004) analizando la influencia de los ciclos de trabajo.

#### 4.1.2 WANG ET AL. (2003)

Los experimentos se realizaron con alambre de Nitinol de 0.55mm de diámetro, cuya forma final fue la de resorte. A diferencia de los anteriores experimentos, en este se incluyen temperatura y tiempo de tratamiento térmico como factores, para conocer su influencia en la variable de respuesta (% de TWSME). Las Figuras 4-7 y 4-8 muestran los datos obtenidos en el experimento.

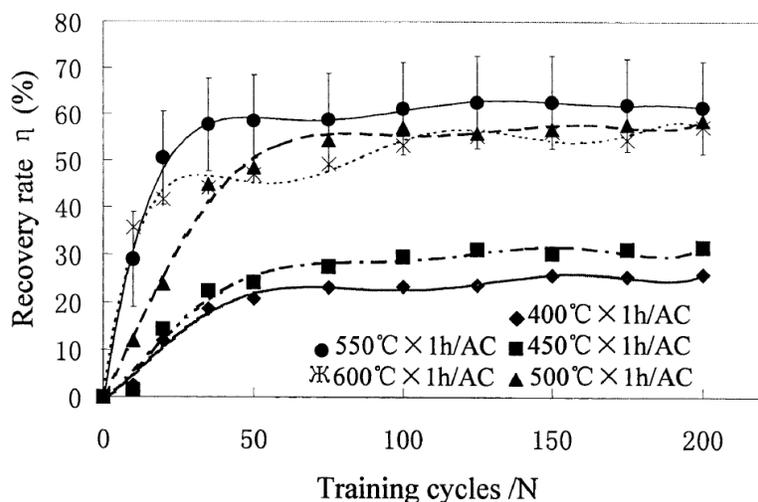


Figura 4-7. Elongación (Recovery rate) en TWSME vs. número de ciclos y temperatura.

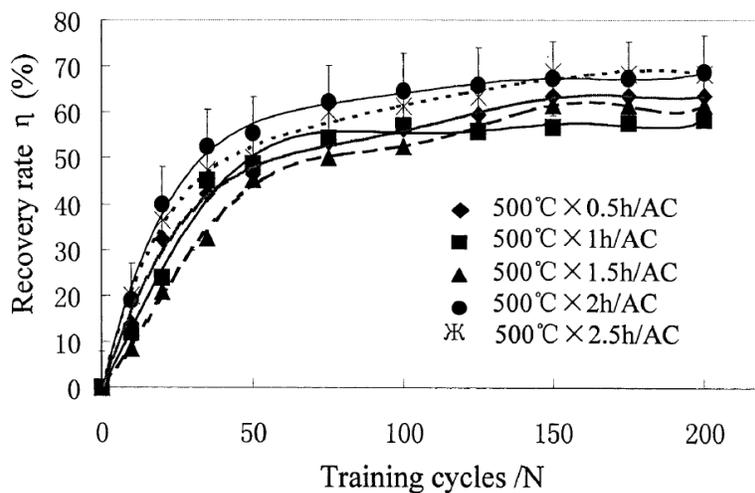


Figura 4-8. Porcentaje de recuperación (Recovery rate) en TWSME vs. número de ciclos, temperatura y tiempo de tratamiento térmico

De la Tabla 4-5 podemos inferir que los factores principales, temperatura y tiempo de tratamiento térmico y ciclos son significativos en el comportamiento de la respuesta, al igual que las interacciones cuadráticas de temperatura y ciclos.

Tabla 4-5. ANOVA para los datos de las Gráficas 4-7 y 4-8

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	55.53	1.90	29.22	0.00
TEMPERATURA DE ANNEALING	16.70	1.70	9.78	0.00
TIEMPO	4.09	1.60	2.56	0.01
CICLOS	20.47	1.39	14.73	0.00
TEMPERATURA*TEMPERATURA	-9.21	2.30	-4.00	0.00
TIEMPO*TIEMPO	4.05	2.69	1.50	0.13
CICLOS*CICLOS	-24.39	2.39	-10.21	0.00
TEMPERATURA*CICLOS	3.99	2.51	1.59	0.12
TIEMPO*CICLOS	3.53	2.25	1.57	0.12

S = 8.740	R-Sq = 84.0%	R-Sq(adj) = 82.7%
-----------	--------------	-------------------

Tabla 4-6. Análisis de varianza para los datos de las Figuras. 4-8 y 4-9.

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	8	40439.5	40439.5	5054.94	66.17	0.000
Linear	3	30415.5	24043.3	8014.43	104.91	0.000
Square	3	9642.6	9642.6	3214.21	42.07	0.000
Interaction	2	381.4	381.4	190.71	2.50	0.087
Residual Error	101	7715.6	7715.6	76.39		
Lack-of-Fit	90	7689.7	7689.7	85.44	36.23	0.000
Pure Error	11	25.9	25.9	2.36		
Total	109	48155.2				

Para corroborar los resultados obtenidos analizamos los gráficos de normalidad de los residuales mostrados en la Figura 4-9.

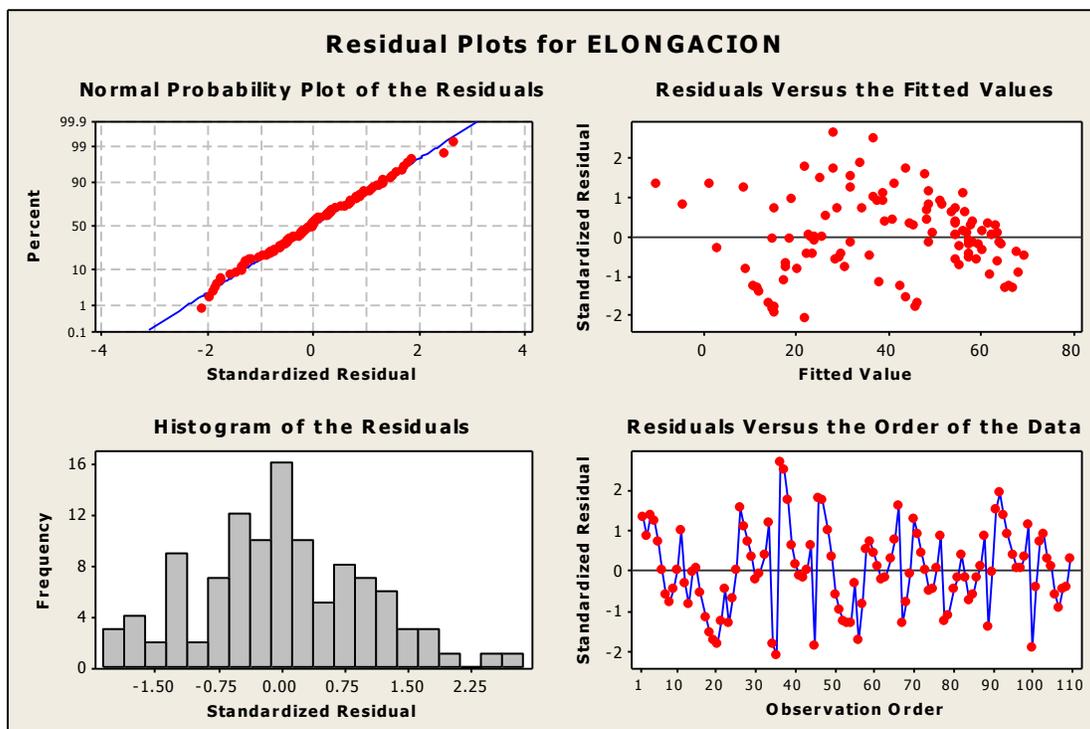


Figura 4-9. Gráfica de residuales para las Tablas 4-5 y 4-6.

No se observa ninguna tendencia de los datos tanto en el gráfico de Residuales Vs. Valores estimados ni en el de Residuales Vs. Orden de los datos, por lo tanto la recolección de información en el experimento cumple con las asunciones de ANOVA.

En el gráfico de contorno mostrado en la Figura 4-10 se puede observar que la región óptima de respuesta se obtiene en el rango de temperatura de 500 a 600 °C, tiempo entre 1.5 y 2.5h y un número de Ciclos de entrenamiento entre 80 y 200.

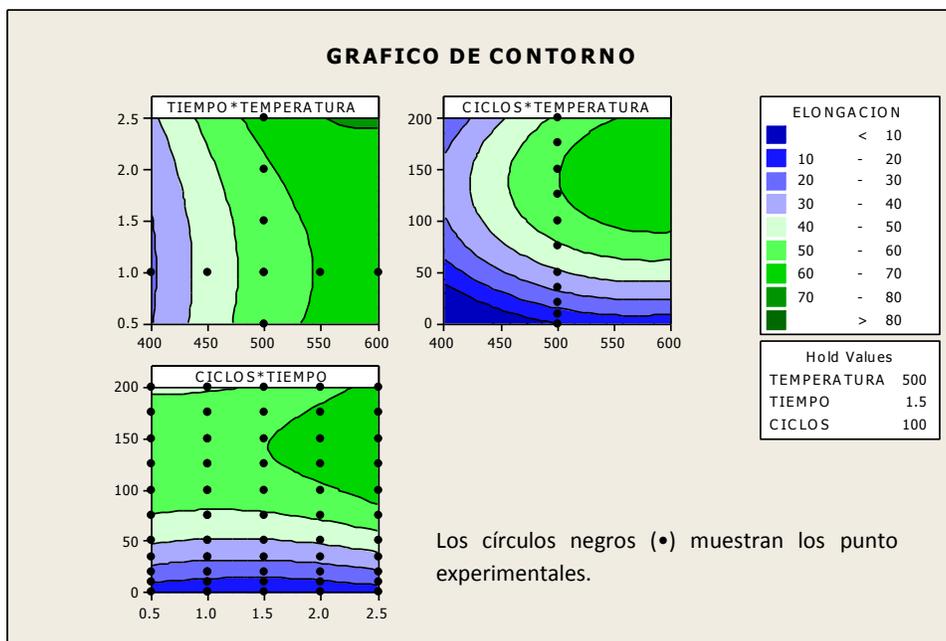


Figura 4-10. Gráfica de Contorno para las Tablas 4-5 y 4-6.

Desde el punto de vista de DOE se puede decir que este experimento es mas balanceado que los dos anteriores, aunque al comparar los tres gráficos de la Figura 4-10, se observa que la mejor información se puede estimar en la parte c, ya que los tratamientos se encuentran distribuidos ampliamente en toda la región experimental, mientras que en las gráficas a y b se cubre una mínima porción de la región de experimentación.

## 4.2 EXPERIMENTACIÓN

### 4.2.1 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

La metodología del diseño estadístico aplicado en esta investigación se basa en una secuencia de experimentos factoriales controlados. Primero se realiza un experimento factorial  $2^n$ , donde n es el número de factores, para determinar cuáles son relevantes y cuáles no. Luego se aplica la metodología de superficie de respuesta para encontrar el punto máximo de TWSME.

#### 4.2.1.1 Experimentos factoriales

Se tomaron en cuenta tres factores principales, temperatura del horno, tiempo en el horno y número de ciclos para el primer experimento factorial. Se incluyeron repeticiones y puntos centrales, y se aleatorizó el orden de las corridas. Las corridas y sus respectivos niveles se muestran en la Tabla 4-7. La tabla completa del diseño del experimento se puede observar en el Anexo A.

Tabla 4-7. Niveles de los factores principales.

<b>CORRIDA</b>	<b>TEMPERATURA (°C)</b>	<b>TIEMPO (min)</b>	<b>CICLOS</b>
1	450	25	20
2	450	25	30
3	450	15	20
4	450	15	30
5	500	25	20
6	500	25	30
7	500	15	20
8	500	15	30
9	475	20	25
10	450	25	20
11	450	25	30
12	450	15	20
13	450	15	30
14	500	25	20
15	500	25	30
16	500	15	20
17	500	15	30
18	475	20	25

La región experimental que abarcan los factores principales y sus interacciones se puede observar en la Figura 4-11.

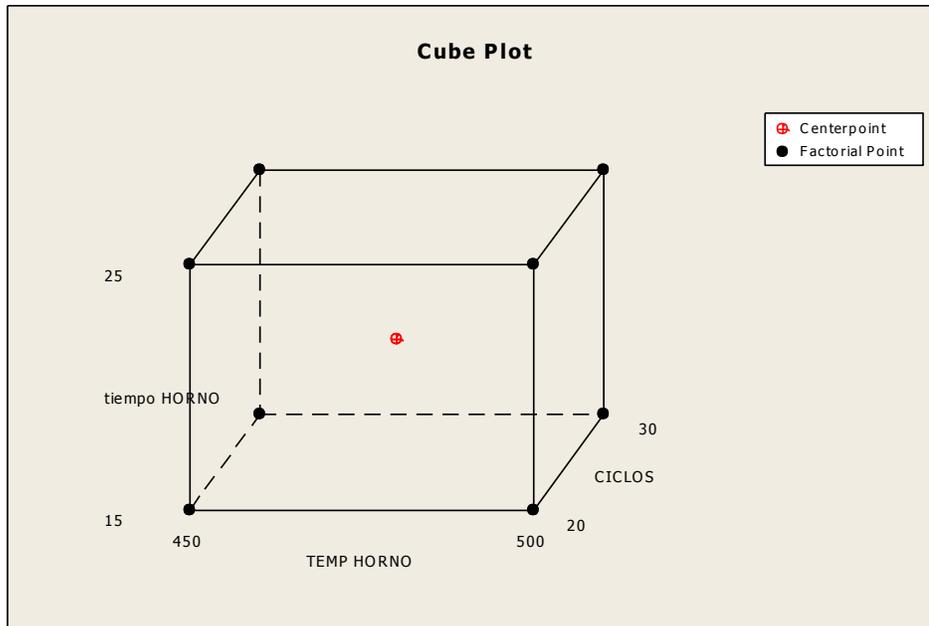


Figura 4-11. Región experimental

#### 4.2.1.2 Superficie de respuesta.

Después de realizado el paso anterior se aplica la metodología de superficie de respuesta, comprobando en cada paso la linealidad o no linealidad de la región de experimentación, y buscando al mismo tiempo la trayectoria de máximo ascenso de la respuesta. La Figura 4-12 muestra gráficamente el procedimiento de análisis estadístico

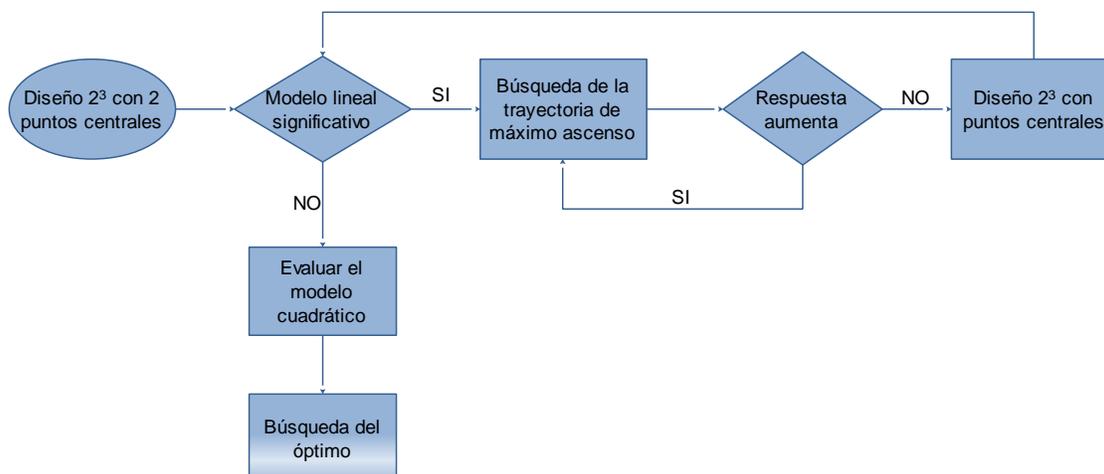


Figura 4-12. Metodología de Superficie de Respuesta

#### 4.2.2 FACTORIAL INICIAL.

El primer experimento desarrollado es un factorial, teniendo como factores principales la temperatura del horno, tiempo en el horno y el número de ciclos de entrenamiento. En la siguiente tabla se muestran los factores con sus respectivos niveles y la respuesta obtenida.

Tabla 4-8. Niveles de los factores del primer experimento y respuesta obtenida

TEMPERATURA(°C)	TIEMPO(min)	CICLOS	TWSME (%)
450	25	20	30.28
450	25	30	32.62
450	15	20	15.85
450	15	30	17.39
500	25	20	98.06
500	25	30	107.34
500	15	20	49.86
500	15	30	65.00
475	20	25	52.54
450	25	20	70.54
450	25	30	54.55
450	15	20	40.57
450	15	30	10.88
500	25	20	93.04
500	25	30	105.5
500	15	20	66.67
500	15	30	58.52
475	20	25	57.21

Estos factores fueron seleccionados después de haber intentado el primer factorial hasta niveles de temperatura de 600°C. En la región de temperatura de 600°C, se observó que el comportamiento del material, en la forma de resorte, presentaba una deformación excesiva que no permitía medir apropiadamente la respuesta.

Al aplicar la técnica de ANOVA a este set de datos se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 4-9. ANOVA para los datos de la Tabla 4-8

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant	0.57295	0.03297	17.38	0.000	
TEMPERATURA	0.46421	0.23211	0.03297	7.04	0.000
TIEMPO	0.33403	0.16702	0.03297	5.07	0.001
CICLOS	-0.01626	-0.00813	0.03297	-0.25	0.811
TEMPERATURA*TIEMPO	0.07582	0.03791	0.03297	1.15	0.280
TEMPERATURA*CICLOS	0.08823	0.04411	0.03297	1.34	0.214
TIEMPO*CICLOS	0.03661	0.01830	0.03297	0.56	0.592
TEMPERATURA*TIEMPO*CICLOS	0.00038	0.00019	0.03297	0.01	0.995
Ct Pt		-0.02423	0.09890	-0.24	0.812
S = 0.131864			R-Sq = 89.75%	R-Sq(adj) = 80.63%	

Como se puede observar, los valores P de los factores de temperatura y tiempo, son menores que 0.05 por lo que resultan ser significativos, en tanto que el factor ciclos y las interacciones no se muestran significativas. Esto permite que el valor del factor ciclos en los siguientes experimentos se pueda fijar en su valor mínimo, lo cual se traduce en un ahorro de tiempo

A continuación se genera un gráfico de probabilidad normal, el cual sirve de soporte a los resultados obtenidos en la ANOVA.

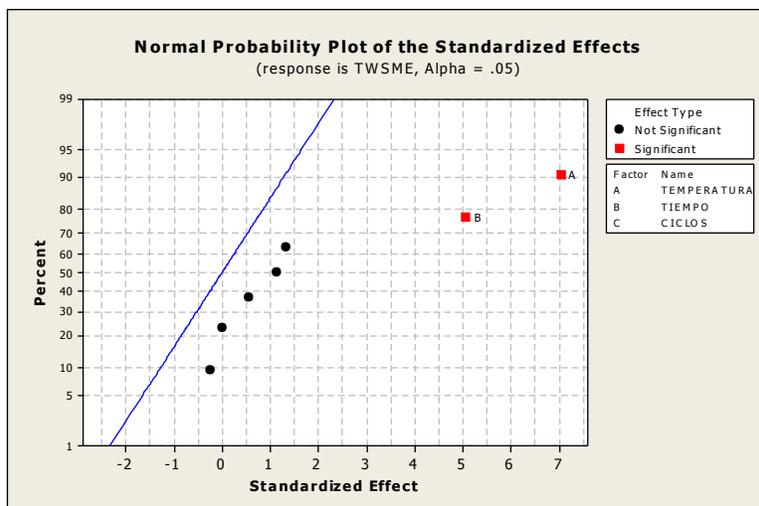


Figura 4-13. Gráfica probabilidad normal de los datos de la Tabla 4-8.

En donde los factores A y B corresponden a temperatura y tiempo en el horno. Los gráficos de residuales demuestran la validez del experimento.

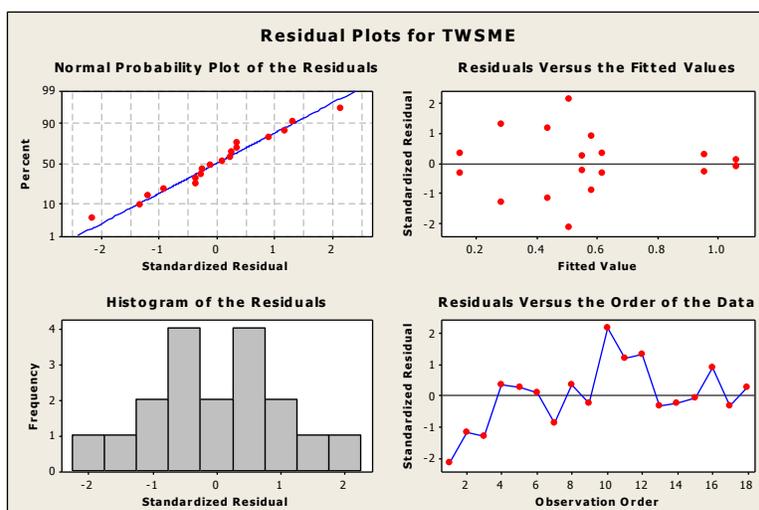


Figura 4-14. Gráficos de residuales para la Tabla 4-8

Como se observa en los residuales estandarizados los datos obtenidos tienen un comportamiento normal, y el orden de las observaciones no muestra ninguna tendencia aparente, lo cual permite afirmar la independencia de los resultados con respecto al orden de experimentación.

### 4.2.3 METODOLOGÍA DE SUPERFICIE DE RESPUESTA

Con base en los resultados de la etapa anterior, se procedió a definir un paso para el procedimiento del *steepest ascent* en los factores de temperatura (A) y tiempo (B) de *annealing*. Para esto se halló el modelo con variables codificadas, como sigue:

$$TWSME = 0.57295 + 0.23211 A + 0.16702 B \quad (4-1)$$

Del modelo se desprende que el desplazamiento en el factor A debe ser mayor, por lo tanto  $\Delta A = 1$ ,  $\Delta B = \frac{0.16702}{0.23211} = 0.71957$ . En variables naturales esto corresponde a 500°C y 24 minutos. Los pasos hasta la temperatura de 600°C son los siguientes:

Tabla 4-10. Paso de mayor pendiente para el experimento.

Temperatura (°C)	Tiempo (min)	TWSME (%)
500	24	63.00
525	27	74.30
550	31	61.00
575	34	N.A
600	38	N.A

El valor de 600°C para la temperatura, se realizó con el objetivo de validar el comportamiento obtenido en la Etapa 1.

#### Observaciones

- A partir de la temperatura de 575°C, se observó el problema de deformación de los espirales. Esto pudo ser debido al sobrecalentamiento del material.

- La mejor respuesta se encontró en el punto de 525°C y 27 minutos. Que se utilizó como punto central de la nueva región experimental, para el diseño factorial, que permitirá encontrar una nueva dirección.

Se realizó un experimento factorial, con el siguiente diseño:

Tabla 4-11. Factorial en el punto de cambio de pendiente

Temperatura (°C)	Tiempo (min)	TWSME (%)
500	24	32.43
550	24	15.20
500	30	66.07
550	30	14.00
500	24	37.52
550	24	16.03
500	30	60.99
550	30	16.40
525	27	55.94
525	27	63.95

### Observaciones

- Se encontró que la curvatura es significativa. También se observó que al evaluar los datos como un diseño de superficie de respuesta, el modelo cuadrático es adecuado. Confirmando así, que el experimento ha llegado cerca de la región óptima.

- El gráfico de contorno de la superficie de respuesta, sugiere que el óptimo debe estar cerca del punto 515°C con 30 minutos de Annealing.

Tabla 4-12. ANOVA para la Tabla 4-11

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant	0.3234	0.01235	26.18	0.000	
Temperatura	-0.3383	-0.1692	0.01235	-13.69	0.000
Tiempo	0.1406	0.0703	0.01235	5.69	0.002
temperatura*tiempo	-0.1450	-0.0725	0.01235	-5.87	0.002
Ct Pt		0.2761	0.02762	10.00	0.000
S =		R-Sq =	R-Sq(adj) =		
0.0349374		98.61%	97.49%		

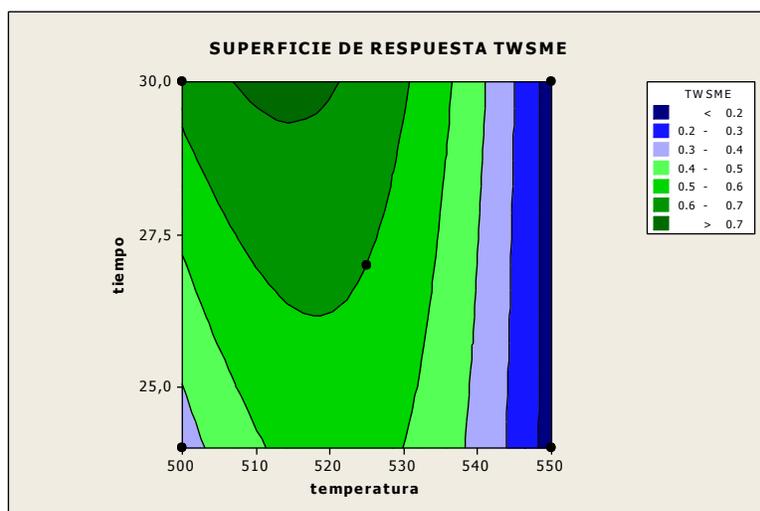


Figura 4-15. Gráfica de contorno del experimento. La temperatura está dada en °C.

Para comprobar los resultados obtenidos, se realiza un nuevo experimento factorial, tomando como punto central 525C y 27 minutos, además se agregaron 4 puntos aleatorios para comprobar el comportamiento de la región. Los resultados se muestran en la Tabla 4-13

Tabla 4-13. Diseño del experimento de comprobación de los resultados

StdOrder	Run Order	CenterPt	Blocks	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	DEF FRIO (mm)	DEF CAL (mm)	TWSME (%)
1	1	1	1	500	24	0.677	0.939	32.43
2	2	1	1	550	24	1.090	1.270	15.25
3	3	1	1	500	30	0.520	1.033	66.07
4	4	1	1	550	30	1.102	1.268	14.01
5	5	1	1	500	24	0.630	0.921	37.52
6	6	1	1	550	24	1.056	1.240	16.03
7	7	1	1	500	30	0.580	1.089	60.99
8	8	1	1	550	30	1.030	1.214	16.40
9	9	0	1	525	27	0.627	1.114	55.95
10	10	0	1	525	27	0.567	1.100	63.95
12	12			520	30	0.565	1.224	73.67
13	13			520	30	0.600	1.306	74.08
14	14			520	40	0.880	0.925	4.98
15	15			520	40	0.800	0.827	3.32

Se agregaron cuatro puntos más dentro de la región de experimentación para comprobar el comportamiento dentro de ésta.

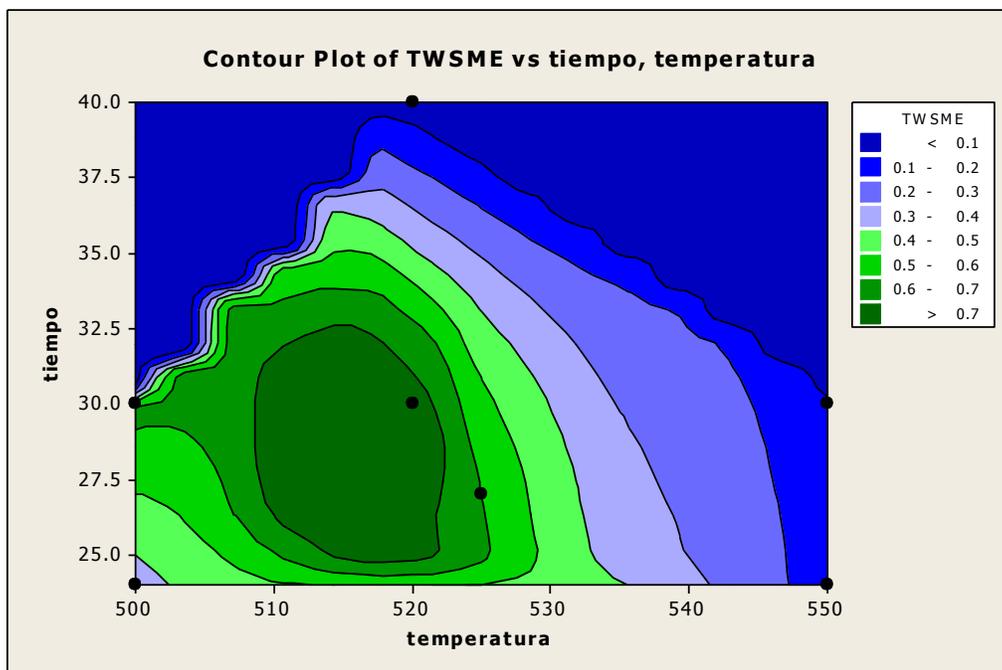


Figura 4-16 . Gráfica de contorno del diseño mostrado en la tabla 4-13.La temperatura está dada en °C y el tiempo en minutos.

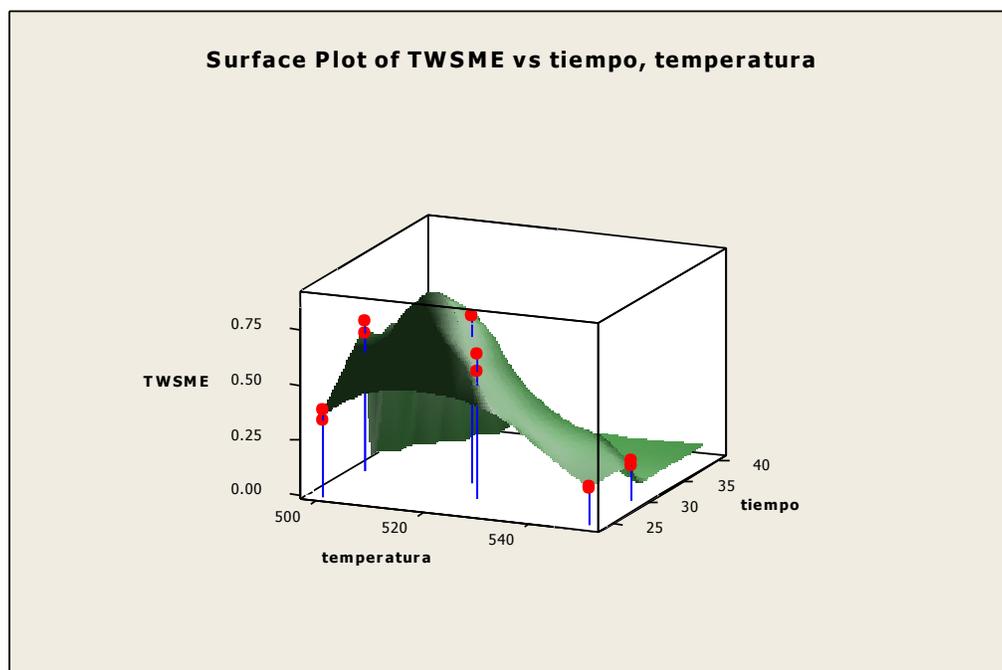


Figura 4-17. Superficie de repuesta. Los datos del experimento mostrado en la Tabla 4-13. Lo círculos rojos indican los puntos de experimentación.

Utilizando la herramienta “Optimizer” del software estadístico Minitab, podemos ubicar un estimado del punto máximo de respuesta. Para esto usamos como punto de aproximación un máximo de 75% de TWSME, comenzando a iterar desde 500 °C y 25 minutos de tratamiento térmico. Los resultados obtenidos se muestran a en el Apéndice 4. Según los resultados el punto máximo de TWSME tiene un valor de 72.26% y se consigue con los valores de 514.14°C y 30 minutos de tratamiento térmico. Podemos observar en el parámetro de “Composite Desirability” un valor de 0.89, estadísticamente hablando, este valor nos dice que tan cerca estamos del valor de optimización que queríamos alcanzar, de 0 a 1 entre más cerca de uno estemos la respuesta obtenida será mejor.

Al realizar un experimento en el punto logrado en el procedimiento del Optimizer, el TWSME obtenido alcanzo un valor de 69.93%, cercano a la zona optima conseguida con la metodología de RSA.

#### 4.2.4 DISCUSION DE RESULTADOS

En contraste con la metodología usada por los autores referenciados en los artículos citados en la sección 4.1, la metodología utilizada para esta investigación proporciona evidencia para presumir que no toda la información que podía ser obtenida en el proceso de experimentación fue tomada en cuenta. Los métodos en cuales se basa el diseño de experimentos y la superficie de respuesta están sustentados en una fuerte base estadística, como lo es el diseño de ANOVA, la cual nos permite detectar diferencias y cambios en el comportamiento de un proceso y como estos cambios pueden afectar el valor de una respuesta, en este caso el TWSME. Quedo demostrado por medio del procedimiento de ANOVA que los experimentos de los autores citados eran unos desbalanceados, que solo cubren un rango de la amplia región de experimentación que un fenómeno como el TWSME abarca.

Además no se tuvieron en cuenta en estos experimentos el efecto que podía producir en la respuesta las interacciones entre los factores, la cual es una parte que debe considerarse muy importante al momento de analizar un fenómeno como el TWSME. Aunque para el caso de esta investigación no resultaron significativas, las interacciones entre factores juegan un papel importante al momento del análisis de la respuesta obtenida, ya que estas pueden ser causa de variabilidad en la respuesta, la cual sin un análisis con el que se puede detectar, pueden ser

atribuidas a otros factores que no son los que realmente están produciendo el cambio en la respuesta.

Desde el punto de vista gráfico, la metodología de superficie de respuesta nos permite realizar una búsqueda organizada, sistemática y orientada hacia un punto específico, teniendo en cuenta que la mayoría de los fenómenos que se presentan en la naturaleza tienen un comportamiento de orden mayor al lineal, y sobre todo cuando se consideran más de dos factores. Una de las ventajas de el método de RSA es que la respuesta se puede mostrar de forma que se puede visualizar fácilmente donde se encuentran los puntos críticos del modelo obtenido mediante la metodología del diseño de experimentos. Así se puede presenta mucha más información en un Gráfica de superficie de respuesta que en varios gráficos lineales como podemos comparar en las Figura 4-16 y 4-17 contra los gráficos de respuesta de los artículos citados en la sección de Data Mining (Figura 4-7 y 4-8).

Al igual que la interacción entre factores, el orden de experimentación puede introducir una variabilidad en la respuesta, la cual si no es detectada mediante las gráficas de residuales puede ser atribuida a cualquiera de los factores principales, produciendo esto conclusiones erróneas. Es por eso que la metodología utilizada precisa una aleatoriedad en el orden de experimentación, la cual muchas veces es pasada por alto para ahorrar tiempo al momento de realizar los experimentos. Los autores citados en ningún momento mencionan que sus experimentos fueron aleatorios, lo cual puede producir que parte de la respuesta obtenida tenga un componente de variabilidad debido al orden de experimentación que no se detecto.

### **4.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN**

#### **4.3.1 MEDICIÓN DE LAS TEMPERATURAS DE TRANSFORMACIÓN.**

Las temperaturas de transformación se midieron en cada punto experimental de la RSA, con el ánimo de observar el comportamiento en cada etapa del proceso de búsqueda del punto óptimo. La medición se llevo a cabo mediante el método de resistencia temperatura y los resultados obtenidos fueron como sigue:

#### 4.3.1.1 *Nitinol sin tratamiento térmico:*

En este estado, sin someter el material a ningún tratamiento térmico, la relación entre temperatura y resistencia es casi lineal, y los valores de resistencia son más altos que en los siguientes dos estados. Esto se debe a que el material todavía tiene la configuración cristalina resultante del proceso de fabricación, la cual contiene defectos acumulados, tales como las dislocaciones, los cuales son reducidos en el tratamiento térmico para fijar la forma de trabajo del material. Las temperaturas de transformación se miden en los puntos en donde se observa un mayor cambio en la pendiente de la gráfica, tanto para el calentamiento como para el enfriamiento, como se muestra en la Figura 4-18. Los valores obtenidos de las temperaturas de transformación se muestran en la Tabla 4-14.

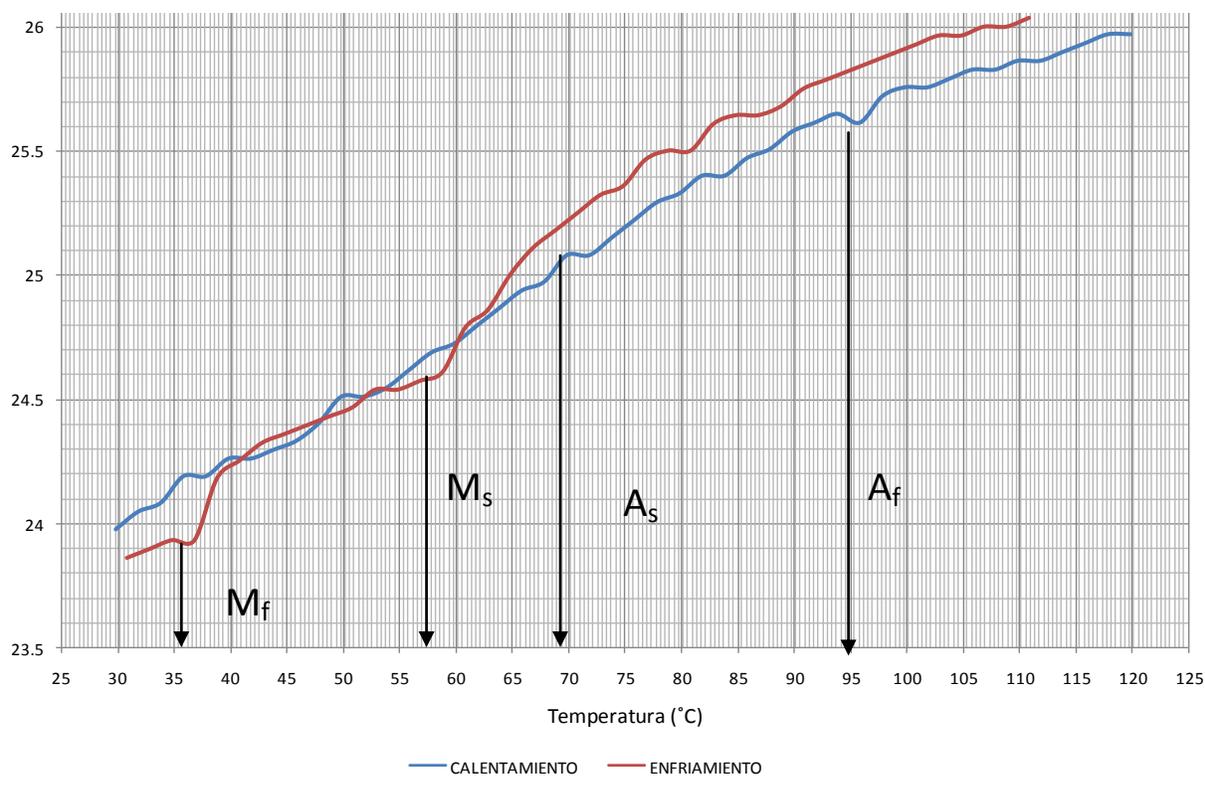


Figura 4-18. Gráfica de resistencia eléctrica Vs. Temperatura. Se puede observar la relación lineal de temperatura y resistencia. Las temperaturas de transición se miden en los cambios abruptos de la gráfica

#### 4.3.1.2 Primer paso de RSA (500°C y 24 min.):

Al someter la muestra a un tratamiento térmico se observa que la resistencia del material disminuye, y también se pueden observar cambios de pendientes pronunciadas, las cuales demuestran el cambio de fase de martensita a austenita y viceversa. En los cambios de pendiente tanto en la fase de enfriamiento como en la de calentamiento se aplica el método de la intersección de las dos tangentes. El mismo consta de trazar tangentes en los tramos donde se presenta el cambio de pendiente y el intercepto de estas se toma como el valor de la temperatura de transformación correspondiente. (Figura 4-18). Los valores de resistencia obtenidos en esta etapa (Tabla 4-14) son menores que en la anterior, esto se debe a que a través del tratamiento térmico aplicado, se disminuye la cantidad de defectos provocados por el proceso de fabricación del material.

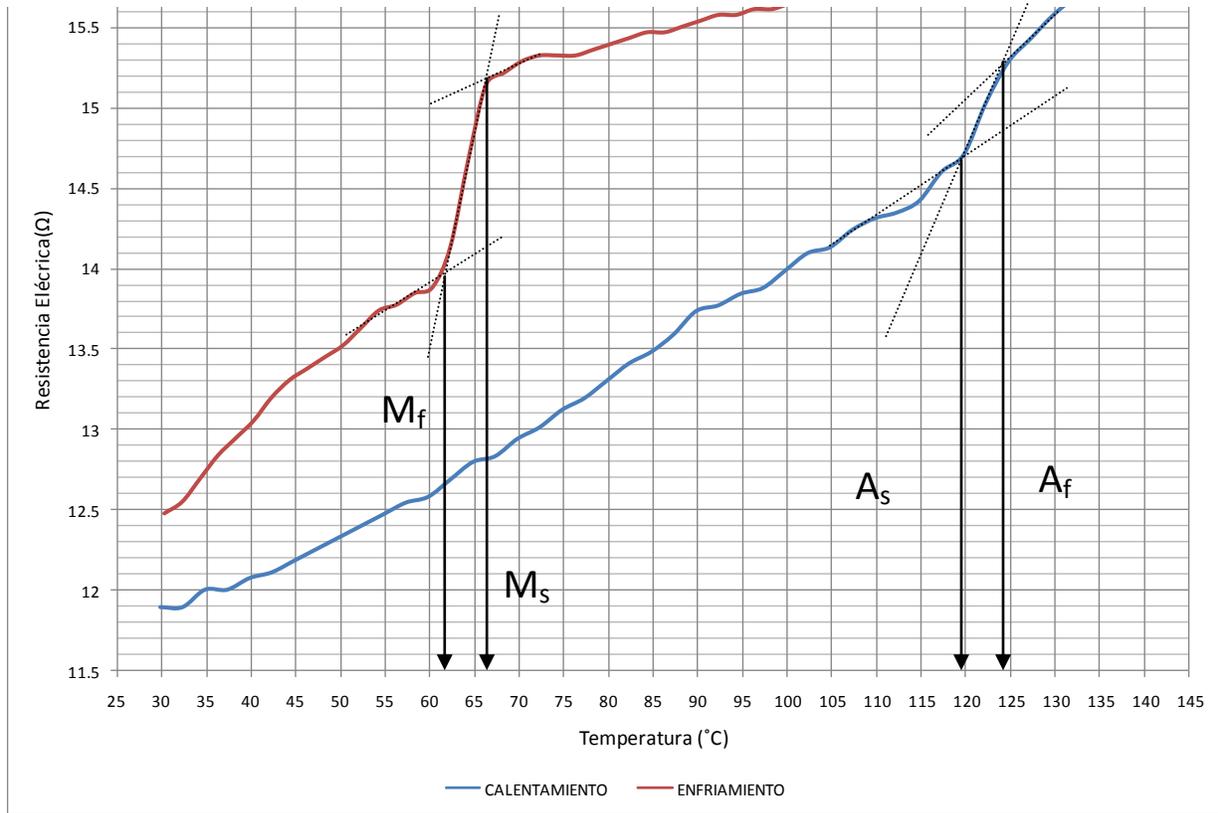


Figura 4-19. Temperatura Vs. Resistencia Eléctrica para el primer paso de la RSA. Los cambios en resistividad se hacen más notorios.

#### 4.3.1.3 Segundo paso de RSA (525°C y 27 min.):

La resistencia del material disminuye, y los cambios de pendiente en las etapas de enfriamiento y calentamiento se presentan bien pronunciadas (Figura 4-19), mostrando los respectivos cambios de fase de austenita a martensita y viceversa. De nuevo se usa el método de la intersección de las dos tangentes para calcular las temperaturas de transformación, las cuales se muestran en la Tabla 4-14.

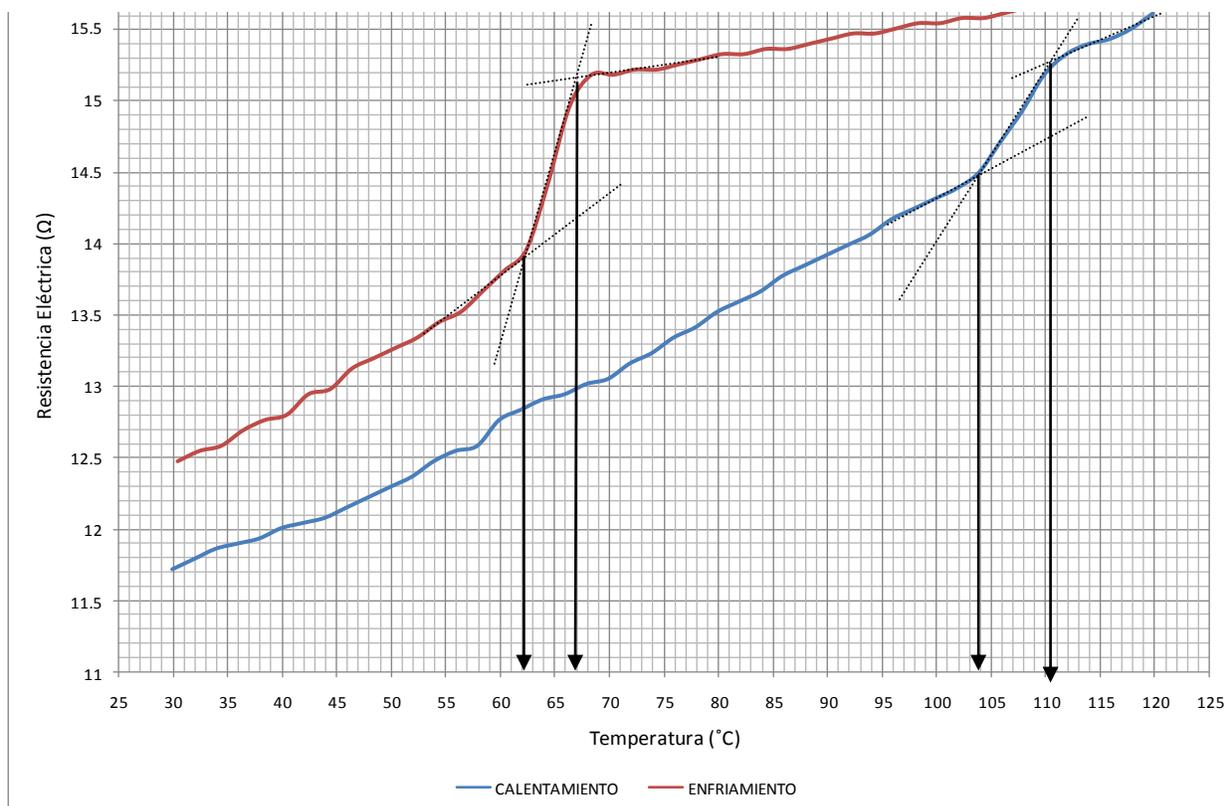


Figura 4-20. Temperatura Vs. Resistencia Eléctrica para el segundo paso del RSA.

Como se puede observar en la Tabla 4-14 las temperaturas de transformación de las muestras sometidas a tratamientos térmicos se desplazan a la derecha con respecto a las temperaturas de la muestra original sin tratamiento térmico.

Tabla 4-14 Temperaturas de transformación obtenidas por el método de temperatura-resistividad.

	Original	Etapa 1 de RSA	Etapa 2 de RSA
M <sub>f</sub>	36	61	62
M <sub>s</sub>	58	66	67
A <sub>s</sub>	70	119	104
A <sub>f</sub>	96	124	111

#### 4.4 FRACCIÓN DE MARTENSITA.

Calculadas las temperaturas de transformación, y utilizando el modelo unidimensional de Liang-Rogers descrito en el numeral 2.4.1 su puede ahora calcular la fracción de martensita presente en cada etapa del proceso de RSA a las diferentes temperaturas de trabajo para el TWSME.

Para la aplicación del modelo es necesario el cálculo los siguientes parámetros:

Tabla 4-15 Parámetros usados en el modelo de Liang-Rogers.

	$M_f$	$M_s$	$A_s$	$A_f$	$a_A$	$a_M$
Muestra inicial	36	58	70	96	0.12083	0.1428
Etapa 1 de RSA	61	66	119	126	0.448799	0.628319
Etapa 2 de RSA	62	67	104	112	0.392699	0.628319

A partir de la Ecuación 2-8 del modelo de Liang-Rogers, se obtiene la función correspondiente para cada punto experimental, en el rango de temperaturas de  $M_f$  a  $M_a$ , y en el rango de  $A_s$  a  $A_f$ , luego se completa la gráfica agregando las líneas correspondientes a los valores de 0 y 1 de fracción de martensita, tal como se escribe en el apartado 2.4.1 Al llevar todo esto a una gráfica se obtienen la Figura 4-21.

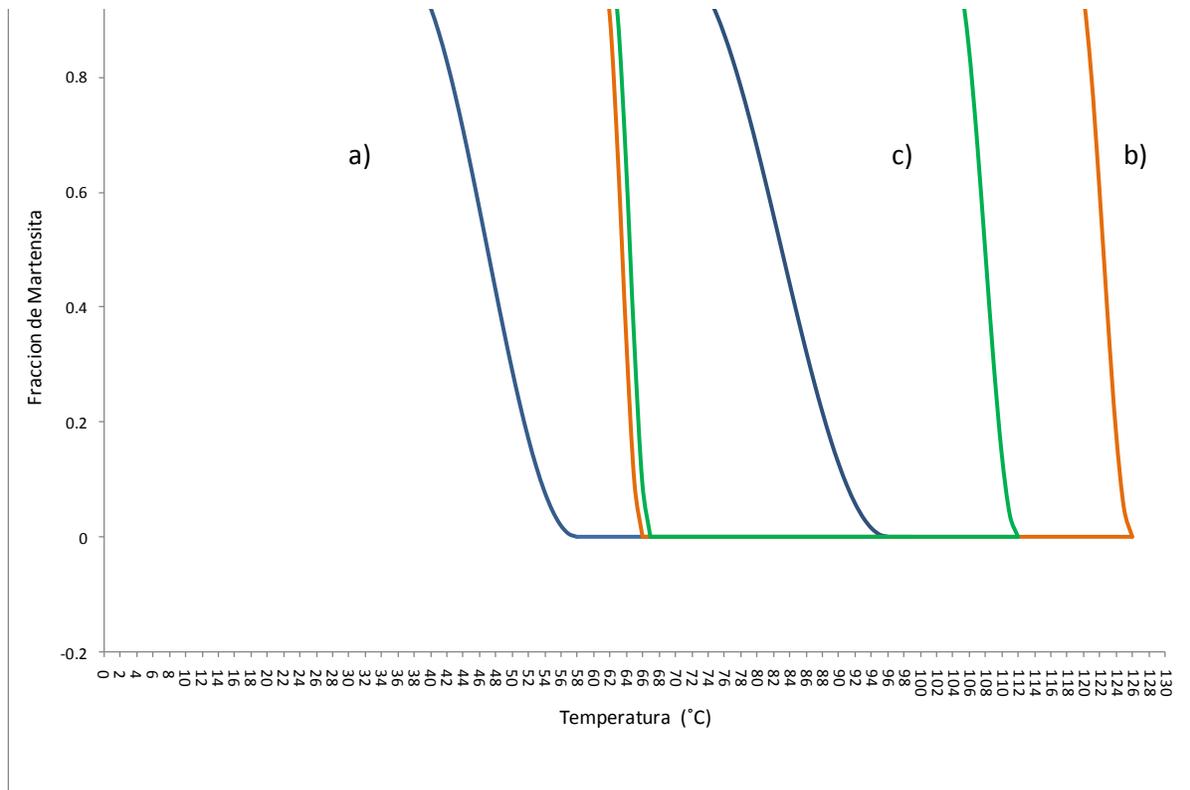


Figura 4-21. Fracción de martensita Vs. Temperatura. Modelo de Liang-Rogers. a) Material sin tratamiento térmico. b) Etapa 1 de RSA y c) Etapa 2 de RSA

Como se puede verificar en Figura 4-21 la aplicación de tratamiento térmico produce un desplazamiento hacia la derecha en las temperaturas de transformación, con respecto a las calculadas en las condiciones iniciales del material. La diferencia es bastante notable si se comparan las temperaturas de los estados subsiguientes de tratamientos térmicos, con las condiciones iniciales. En la Figura 4-22 se puede observar esta diferencia.

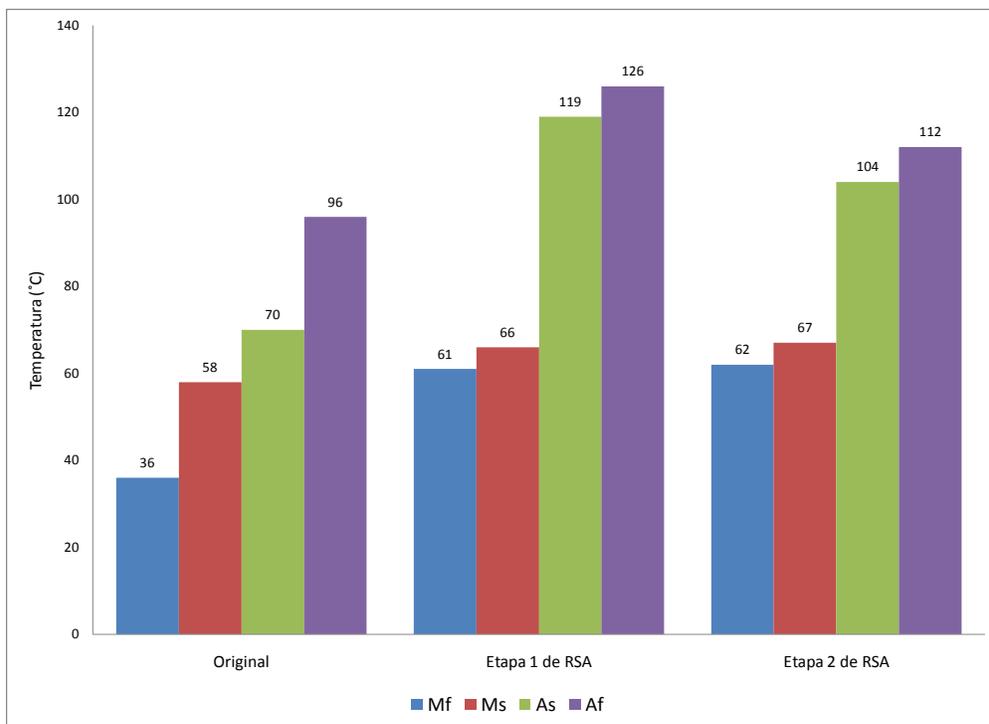


Figura 4-22. Temperaturas de transición de los tres estados de la superficie de respuesta.

## 5. CONCLUSIONES

Las principales conclusión derivadas de este trabajo de investigación son las siguientes:

1. El punto óptimo de TWSME obtenido con la metodología de RSA y Diseño estadístico de experimentos fue de 20 ciclos de entrenamiento con 514°C y 30 min. de tratamiento térmico, con un valor de elongación de alrededor de 72%.
2. El experimento realizado en este punto óptimo arrojó un resultado de 69.92% de TWSME, este valor resultó cercano al óptimo y mayor que los encontrados en las referencias estudiadas.
3. Los factores relevantes resultaron ser el tiempo y la temperatura de tratamiento térmico, mientras que el número de ciclo resulto no significativo.
4. El valor de TWSME obtenido resulto ser mayor que los obtenidos en las referencias citadas.
5. El comportamiento de las temperaturas de transformación se dio de la manera esperada, en relación al tratamiento térmico aplicado.
6. Con 20 ciclos de entrenamiento termomecánico se pudo obtener una buena elongación en los resortes del Nitinol utilizado en esta investigación (hasta un 72%).
7. La metodología de RSA permitió alcanzar un punto óptimo en un número reducido de pasos (3) luego de los experimentos factoriales iniciales. Esto de muestra la eficiencia de este método.
8. La aplicación de un tratamiento térmico ejerce gran influencia en las temperaturas de transformación, tanto así la diferencia entre las temperaturas de la muestra no tratada y las tratadas es de entre 9°C y 30°C, mientras que entre las muestras tratadas la diferencia va desde 1°C a 15°C.

## RECOMENDACIONES

- Considerar más factores para el diseño de experimentos, por ejemplo, diámetro del alambre, velocidad aplicación de la carga, uso de corriente alterna o directa.

- Estudiar aleaciones de Nitinol de diferentes composiciones.
- Utilizar otros métodos de entrenamiento para el TWSME, y comprobar su influencia.
- Investigar el TWSME en configuraciones diferentes a la de resortes.
- Investigar el comportamiento del TWSME en otras formas de Nitinol, como barras, tubos, láminas, etc.
- Obtener las temperaturas de transición por medio de otro método como el DSC

## 6. REFERENCIAS.

Auricchio, F., S. Marfia, y E. Sacco. «Modelling of SMA materials: Training and two way memory effects.» *Computers and Structures* 81, nº 24-25 (2003): 2301–2317.

Box, G, y N Draper. *Response Surfaces, Mixtures, and Ridge Analyses*. 2nd. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc, 2007.

Chau, E.T.F, C.M Friend, D.M Allen, J Hora, and J.R Webster. "A technical and economic appraisal of shape memory alloys for aerospace applications." *Materials Science and Engineering* 438-40, no. 11 (2006): 589–592.

Cornell, J. *How to Apply Response Surface Methodology*. Vol. 8. Milwaukee: American Society For Quality, 1990.

De La Flor, S. *Simulación numérica y correlación experimental de las propiedades mecánicas en las aleaciones con memoria de forma*. Tesis Doctoral, Departamento de Resistencia de Materiales y Estructuras en Ingeniería, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona, Tarragona: Universidad Politécnica de Cataluña, 2005, 469.

Gall, K., H. Sehitoglu, and Y Chumalakov. "NiTi experiments versus modelling: where do we stand?" *Smart Structures and Materials* 3992 (2000): 536-547.

He, J.J., Y.T. Huang, y H.Q Cheng. «A study of two-way shape memory effect in CuZnAl alloy.» *Journal de Physique III* 1, nº 10 (1991): 1617-1621.

James, R.D., y K.F. Hane. «Martensitic transformations and shape-memory materials.» *Acta Materialia* ( Elsevier) 48, nº 1 (1999): 197-222.

Kuehl, R. *Diseño de experimentos*. 2nd Edition. Mexico: Thomson Editores, 2000.

Lagoudas, D., ed. *Shape Memory Alloys. Modeling and Engineering Applications*. Texas: Springer, 2008.

Lahoz, R, y J.A. Puértolas. «Entrenamiento y memoria de forma de doble camino en aleaciones NiTi.» *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*. Valencia, 2002. 185-194.

Lahoz, R., y J.A. Puértolas. «Training and two-way shape memory in NiTi alloys: influence on thermal parameters.» *Journal of Alloys and Compounds* Vol.381 (2004): 130–136.

Leclercq, S., y C. Lexcellent. «A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloys.» *Journal of the mechanics and physics of solids* 44, nº 6 (1996): 953-980,.

Leo, D. *Engineering Analysis of Smart Material Systems*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2007.

Lexcellent, C., S. Leclercq, y G. Bourbon. «The two way shape memory effect of shape memory alloys: an experimental study and a phenomenological model.» *International Journal of Plasticity* 16, nº 10-11 (2000): 1155-1168.

Liang, C., y C.A. Rogers. «One-Dimensional Thermomechanical Constitutive Relations for Shape Memory Materials.» *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* Vol. 1, nº 2 (1990): 207-234.

López, E. «Una introducción a las aleaciones con memoria de forma.» *Ingenierías Vol V, No. 16* Vol. V, nº 16 (2002): 11.

Montgomery, D., C. *Design & Analysis of Experiments*. 7 Ed. New York: John Wiley & Sons, 2009.

Morgan, N. B. «Medical shape memory alloy applications—the market and its products.» *Materials Science and Engineering A* Vol. 378, nº 1-2 (2004): 16–23.

Paiva, A., y M. Amorim. «An overview of constitutive models for shape memory alloys.» *Mathematical Problems in Engineering* Vol. 2006 (2006): 30.

Pfeiler, W., ed. *Alloy Physics: A Comprehensive Reference*. Weinheim: Wiley-VCH, 2007.

RAE. *Real Academia Española de la Lengua*. 23 de abril de 2009. <http://www.rae.es/rae.html>.

Schwartz, M. *Encyclopedia of Smart Materials, Volumes 1-2*. New York: John Wiley & Sons, 2002.

Song, G, N Ma, y H.-N. Li. «Applications of shape memory alloys in civil structures.» *Engineering Structures* Vol.28, nº 9 (2006): 1266–1274.

University, Texas State. *The Effect of Plastic Deformation on the Magnetic Properties of Thin Iron and Permalloy Films*. <http://uweb.txstate.edu/~ag1327/Nitinol.htm> (accessed Diciembre 15, 2009).

van der Wijst, M.W.M. *Shape Memory Alloys featuring Nitinol*. Faculty Report, Faculteit der Werktuigbouwkunde, Technische Universiteit Eindhoven, Veldhoven: Stageverslag, 1992.

Van Humbeeck, J. «Non-medical applications of shape memory alloys.» *Materials Science and Engineering A* Vol. 273-275 (1999): 134–148.

Wada, K, y Y Liu. «Factors affecting the generation of stress-assisted two-way memory effect in NiTi shape memory alloy.» *Kiyohide Wada, Yong Liu* Vol. 400, n° 1-2 (2005): 163–170.

Wang, Z G, X D Feng, S Zhu, Z W Bao, y L M Wang. «Characteristics of two-way shape memory TiNi springs driven by electrical current.» *Materials and Design* Vo.I 25, n° 8 (2004): 699–703.

Xie, Z, J Van Humbeeck, y L Yong. «Cyclic deformation of NiTi shape memory alloys.» *Materials Science and Engineering A* Vol. 273-275 (1999): 673–678.

## APÉNDICES

## APÉNDICE 1. Microestructura del Nitinol

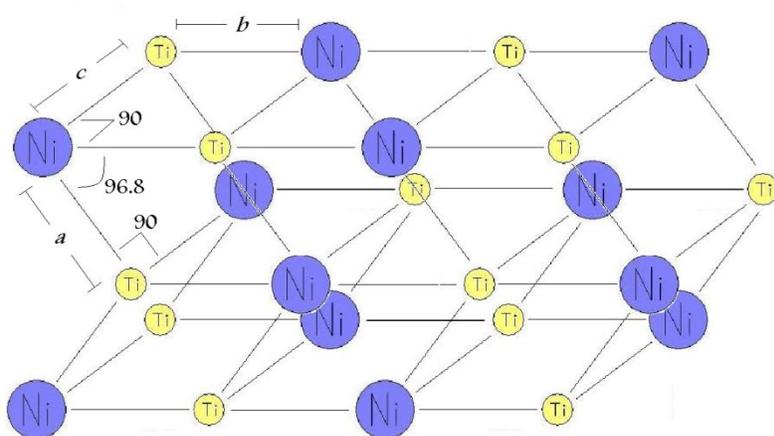


Figura A-6-1. Microestructura monoclinica del Nitinol (martensita)  
(<http://uweb.txstate.edu/~ag1327/Nitinol.htm>)

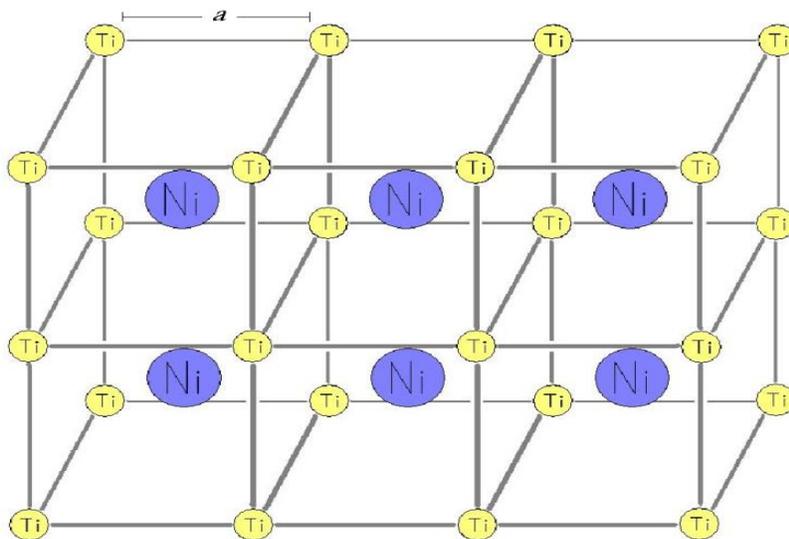


Figura A-6-2 Microestructura cubica del Nitinol (austenita)  
(<http://uweb.txstate.edu/~ag1327/Nitinol.htm>)

## APÉNDICE 2. Diseño del experimento factorial

Tabla 6-1 . Diseño del experimento factorial en variables naturales.

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (min)	CICLOS	TWSME (%)	Std Order	Run Order	Blocks	CenterPt
450	25	20	30.28	1	1	1	1
450	25	30	32.62	2	2	1	1
450	15	20	15.85	3	3	1	1
450	15	30	17.39	4	4	1	1
500	25	20	98.06	5	5	1	1
500	25	30	107.34	6	6	1	1
500	15	20	49.86	7	7	1	1
500	15	30	65.00	8	8	1	1
475	20	25	52.52	9	9	1	0
450	25	20	70.54	10	10	1	1
450	25	30	54.55	11	11	1	1
450	15	20	40.57	12	12	1	1
450	15	30	10.88	13	13	1	1
500	25	20	93.04	14	14	1	1
500	25	30	105.54	15	15	1	1
500	15	20	66.67	16	16	1	1
500	15	30	58.52	17	17	1	1
475	20	25	57.21	18	18	1	0

## APÉNDICE 3. Datos recopilados

Tabla A2. Datos recopilados de la Figura 4-1

TIPO DE CORRIENTE	DENSIDAD (A/mm <sup>2</sup> )	TIEMPO DE RESPUESTA (seg)	ELONGACIÓN (%)
DC	2,7574	-	0,1801
DC	3,5671	16,8212	51,3393
DC	4,6120	8,9327	60,4762
DC	6,3227	6,9023	67,0003
DC	6,7406	3,0166	65,1755
DC	8,4254	1,7570	59,6914
AC	3,1824	71,4652	-0,0451
AC	4,1752	56,0978	28,4777
AC	5,2847	26,8296	34,1277
AC	6,2482	23,4163	38,7023
AC	7,3869	19,7555	62,1112
AC	8,4090	13,9037	62,1112
AC	10,5112	12,6845	47,5818
AC	12,5549	11,4622	44,8916
AC	14,7153	10,7319	34,1277

## APÉNDICE 4. Datos recopilados

Tabla A-3. Datos obtenidos de las figs. 4-7 y 4-8

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)
400,00	1,00	0,00	0,00	500,00	1,00	0,00	0,00	600,00	1,00	20,00	42,20
400,00	1,00	10,00	2,29	500,00	1,00	20,00	23,87	600,00	1,00	35,00	45,06
400,00	1,00	20,00	12,22	500,00	1,00	35,00	45,25	600,00	1,00	50,00	47,35
400,00	1,00	35,00	18,90	500,00	1,00	50,00	48,50	600,00	1,00	75,00	49,64
400,00	1,00	50,00	21,00	500,00	1,00	75,00	54,23	600,00	1,00	100,00	53,65
400,00	1,00	75,00	23,29	500,00	1,00	100,00	57,09	600,00	1,00	125,00	55,75
400,00	1,00	100,00	23,48	500,00	1,00	125,00	55,75	600,00	1,00	150,00	56,52
400,00	1,00	125,00	24,06	500,00	1,00	150,00	56,71	600,00	1,00	175,00	54,61
400,00	1,00	150,00	25,97	500,00	1,00	175,00	57,85	600,00	1,00	200,00	57,66
400,00	1,00	175,00	25,77	500,00	1,00	200,00	58,62	500,00	0,50	0,00	0,00
400,00	1,00	200,00	26,16	550,00	1,00	0,00	0,00	500,00	0,50	10,00	13,37
450,00	1,00	0,00	0,00	550,00	1,00	10,00	4,19	500,00	0,50	20,00	30,74
450,00	1,00	10,00	1,91	550,00	1,00	20,00	51,17	500,00	0,50	35,00	40,10
450,00	1,00	20,00	14,51	550,00	1,00	35,00	58,23	500,00	0,50	50,00	44,49
450,00	1,00	35,00	22,91	550,00	1,00	50,00	59,00	500,00	0,50	75,00	50,41
450,00	1,00	50,00	24,63	550,00	1,00	75,00	59,19	500,00	0,50	100,00	53,46
450,00	1,00	75,00	27,88	550,00	1,00	100,00	61,67	500,00	0,50	125,00	56,71
450,00	1,00	100,00	30,36	550,00	1,00	125,00	63,01	500,00	0,50	150,00	60,33
450,00	1,00	125,00	31,69	550,00	1,00	150,00	63,01	500,00	0,50	175,00	60,52
450,00	1,00	150,00	30,55	550,00	1,00	175,00	62,43	500,00	0,50	200,00	60,52
450,00	1,00	175,00	31,69	550,00	1,00	200,00	61,86	500,00	1,00	0,00	0,00
450,00	1,00	200,00	32,08	600,00	1,00	0,00	0,00				

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)
500,00	1,00	10,00	11,07
500,00	1,00	35,00	42,96
500,00	1,00	50,00	46,78
500,00	1,00	75,00	51,93
500,00	1,00	100,00	54,61
500,00	1,00	125,00	53,08
500,00	1,00	150,00	53,84
500,00	1,00	175,00	55,18
500,00	1,00	200,00	55,75
500,00	1,50	0,00	0,00
500,00	1,50	10,00	7,64
500,00	1,50	20,00	19,48
500,00	1,50	35,00	30,36
500,00	1,50	50,00	42,39
500,00	1,50	75,00	47,35
500,00	1,50	100,00	49,26
500,00	1,50	125,00	54,03
500,00	1,50	150,00	57,85
500,00	1,50	175,00	58,04
500,00	1,50	200,00	58,43
500,00	2,00	0,00	0,00
500,00	2,00	10,00	18,33
500,00	2,00	20,00	37,80
500,00	2,00	35,00	50,02
500,00	2,00	50,00	52,89
500,00	2,00	75,00	59,19

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)
500,00	2,00	100,00	61,67
500,00	2,00	125,00	63,01
500,00	2,00	150,00	64,15
500,00	2,00	200,00	65,49
500,00	2,50	0,00	0,00
500,00	2,50	10,00	18,71
500,00	2,50	20,00	34,56
500,00	2,50	35,00	45,25
500,00	2,50	50,00	47,92
500,00	2,50	75,00	57,09
500,00	2,50	100,00	58,43
500,00	2,50	125,00	60,33
500,00	2,50	150,00	65,68
500,00	2,50	175,00	64,73
500,00	2,50	200,00	65,30
550	1	0	59,3
550	1	25	58,66
550	1	50	56,4
550	1	75	55,68
550	1	100	54,88
550	1	125	54,88
550	1	150	54,15
550	1	200	54,15
550	1	250	50,06
550	1	300	48,82
550	1	350	48,18
550	1	400	46,11
550	1	450	46,11

TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (seg)	CICLOS	TWSME (%)
550	1	500	46,11
550	1	550	45,53
550	1	600	45,02
550	1	700	44,93
550	1	750	45,02
550	1	800	45,11
550	1	850	45,02
550	1	900	45,02
550	1	950	45,02
550	1	1000	44,85
500	2	0	61,51
500	2	25	61,04
500	2	50	57,13
500	2	75	57,13
500	2	100	54,39
500	2	125	53,55
500	2	150	52,52
500	2	200	52,53
500	2	250	49,96
500	2	300	49,16
500	2	350	49,16
500	2	400	49,16
500	2	450	49,16
500	2	500	49,16
500	2	550	49,16
500	2	600	46,01
500	2	650	46,01
500	2	700	46,01

## APÉNDICE 5. Herramienta "Optimizer" de Minitab

Resultados de la herramienta "Optimizer" de Minitab.

**Response Optimization**

## Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
TWSME	Maximum	0.5	0.75	0.75	1	1

## Starting Point

temperatura = 500  
tiempo = 25

## Local Solution

temperatura = 514.141  
tiempo = 30

## Predicted Responses

TWSME = 0.722622 , desirability = 0.890487

Composite Desirability = 0.890487

## Global Solution

temperatura = 514.141  
tiempo = 30

## Predicted Responses

TWSME = 0.722622 , desirability = 0.890487

Composite Desirability = 0.890487