

Innovaciencia 2015; 3 (1): 4 - 8

# ANÁLISIS DE RUGOSIDAD Y DETERMINACIÓN DE LOS DESPLAZAMIENTOS EN ALEACIONES DE NÍQUEL-TITANIO MEDIANTE MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

ROUGHNESS ANALYSIS AND DETERMINING DISPLACEMENT IN NICKEL-TITANIUM ALLOY BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

Edwin Fernando Mendoza Carreño<sup>1</sup> , Arturo Plata Gómez<sup>2</sup>

Cómo citar este artículo: Mendoza Carreño. EF, Plata Gómez. A. Análisis de rugosidad y determinación de los desplazamientos en aleaciones de níquel-titanio mediante microscopia de fuerza atómica. Innovaciencia facultad ciencias exactas fis. Naturales. 2015; 3(1): 4 - 8

Artículo recibido el 15 de marzo de 2015 y aceptado para publicación el 30 de junio de 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.15649/2346075X.360>

## RESUMEN

**Introducción:** En este trabajo de investigación se analiza una aleación de Níquel (Ni) y Titanio (Ti). Este tipo de materiales poseen la propiedad Física de memoria de forma; la cual consiste en aplicarle una deformación inicial al material, este puede volver a su estado original aplicándole un estímulo externo (temperatura o fuerza). **Materiales y métodos:** Mediante la utilización de un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM). Basados en la información suministrada por el AFM se obtuvieron datos de los desplazamientos que sufre el material utilizando regiones de muestreo de 1 x 1 micras. También, se realizó un análisis de la rugosidad del material, teniendo en cuenta la variación de la topografía a medida que se comprime la muestra. **Resultados y Discusión:** La transición en los materiales ocurre al pasar de una fase austenita a una fase martensítica cuando el material es sometido a una compresión siendo un estado final de la transformación más estable. **Conclusiones:** Cuando el AFM se emplea en modo de contacto permite observar como varía la topografía de la muestra lo cual determina el comportamiento de la rugosidad, evidenciada en una disminución del material a medida que se comprime y en el modo de contacto con fuerza lateral. Con el primero se logró observar la forma como rotan las partículas agrupadas en la superficie, cuando se le aplica una fuerza externa.

**Palabras clave:** Rugosidad, desplazamientos, microscopia de Fuerza Atómica, Aleaciones Níquel-titanio.

1. Físico, Magister en Física. Docente asociado. Universidad de Santander. Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales. Grupo Ciencias Básicas y Aplicadas para la Sostenibilidad CIBAS. Bucaramanga. Colombia. Correspondencia: [efmen2000@gmail.com](mailto:efmen2000@gmail.com)

2. Físico. PhD de la Université de Franche Comte en Ciencias Del Ingeniero (óptica). Profesor Titular. Universidad Industrial de Santander. Grupo de Óptica y Tratamiento de Señales. Bucaramanga. Colombia.

**ABSTRACT**

**Introduction:** In this research an alloy of nickel (Ni) and Titanium (Ti) is analyzed. Such materials possess the physical property of shape memory; which consists of applying an initial deformation to the material, it can return to its original state by applying an external stimulus (temperature or power). **Methods:** Using an Atomic Force Microscope (AFM) and based on the information provided by the AFM data of displacement experienced by the material using sampling regions of 1 x 1 micron were obtained. Roughness analysis of the material, considering the topography variation as the sample is compressed was also carried out. **Results and Discussion:** The transition occurs in the material passing an austenite phase to a martensitic phase when the material is subjected to compression to be a final state of stable transformation. **Conclusions:** When the AFM is used in contact mode allows observing the change the topography of the sample which determine the behavior of the roughness, as evident in a decrease of material as it is compressed and in contact mode lateral force. With the former were able to observe how the grouped rotate on the surface, when an external force is applied particles.

**Keywords:** Roughness, displacement, atomic force microscopy, Nickel-titanium alloys.

**INTRODUCCIÓN**

En el año 1962 en el Naval Ordnance Laboratory (ahora Naval Surface Warfare Center), Buehel y sus colaboradores desarrollaron una aleación de Níquel y titanio (Ni-Ti) y lo denominaron Nitinol. Esta aleación está inmersa dentro de las SMA (Shape Memory Alloy) las cuales sometidos a una deformación, vuelven a su estado original después de aplicarle un estímulo como el calentamiento. Este efecto se denomina memoria de forma y es debido a un cambio de fase llamado transformación martensítica<sup>1</sup>. Estas transformaciones ocurren cuando se presentan cambios en la red cristalina pasando desde una fase madre llamada Ausentita a una fase llamada Martensítica, la cual se produce cuando se le coloca una temperatura al material. Cabe resaltar que las transformaciones de Fase martensíticas en materiales de Ni-Ti pueden suceder a temperatura ambiente<sup>1</sup>.

Este trabajo se centra en realizar un análisis de carácter microscópico de la superficie cuando ocurren las transformaciones martensíticas en las aleaciones de NiTi, cuando son sometidas a fuerzas compresivas. Para caracterizar los cambios que se presentan en la superficie de la muestra es necesario contar con un microscopio cuya resolución sea del orden de los nanómetros y nos brinde información tridimensional. El microscopio de fuerza atómica (AFM de sus siglas en inglés) puede obtener información de la topografía con una resolución por debajo de los micrómetros en el eje z o en las alturas con

el uso de piezo-eléctricos de alta precisión<sup>2</sup>. Se puede agregar que los AFM pueden funcionar de tres diferentes formas: contacto, no contacto y modo intermitente<sup>3</sup>. El modo de contacto puede brindar información acerca del coeficiente de rozamiento del material si se usa el AFM en fuerza lateral, el cual analiza los cambios laterales que se producen en la punta.

Las imágenes se trabajan utilizando una región de muestreo de 10 µm x 10 µm, la cual es la región óptima para hacer el análisis de datos relacionados con las superficies<sup>3,4,5</sup> También se observaron los cambios en el eje z para realizar un análisis de los cambios en la rugosidad del material para ver cómo afecta el cambio de fase martensítico a la superficie.

Uno de los puntos a destacar son las imágenes obtenidas del AFM las cuales poseen una extensión. HDF (ver figura 1). El formato HDF (Hierarchical Data Format), representa una alternativa eficaz al ser adoptado como estructura de almacenamiento de datos, cuyas características más representativas son las siguientes:

1. Permite obtener información acerca de los datos de un archivo desde dentro de ese archivo, sin necesidad de recurrir a fuentes externas.
2. Permite almacenar datos de distinta naturaleza en un mismo archivo y relacionarlos entre ellos.
3. Estandariza los formatos y las descripciones de los tipos de datos más comúnmente empleados.
4. Se trata de un formato abierto, con sus especificaciones publicadas, lo que permite su implementación en diversas aplicaciones informáticas, facilitando la portabilidad, así como permitiendo al usuario desarrollar sus propias aplicaciones específicas.
5. Es flexible y puede ser adaptado para almacenar cualquier tipo de dato<sup>6</sup>.

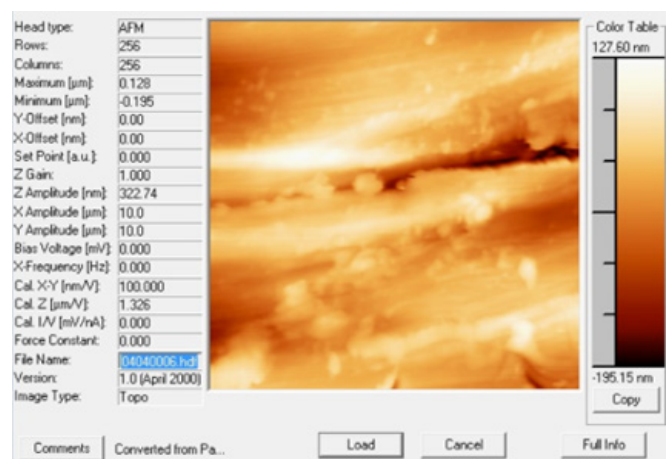
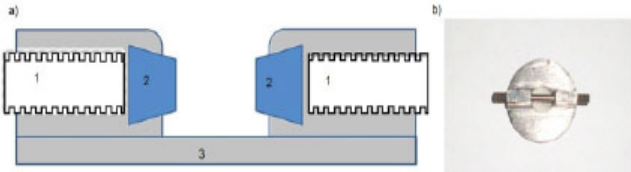


Figura 1. Información dentro del formato HDF de las imágenes<sup>6,9</sup>

## MATERIALES Y MÉTODOS

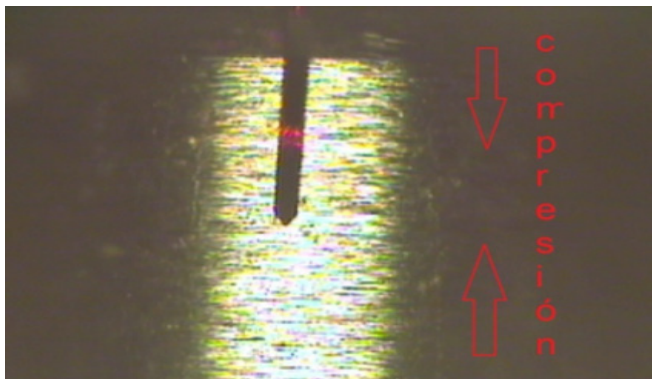
Para la realización de este trabajo de investigación se contó con un microscopio de fuerza atómica PC-II marca Veeco, ubicado en la sede de Guatiguara de la Universidad Industrial de Santander (UIS). También, se creó un soporte para comprimir las muestras de Ni-Ti que fueron suministradas por la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la UIS; teniendo en cuenta que estas eran de forma cilíndrica de 1,2 cm de largo y de 1,5 cm de diámetro.



**Figura 1.** a) Ilustración interna del soporte, b) vista superior del soporte terminado.

En la parte a de la figura 1 se ilustra la parte interna del soporte, en donde se observan tres partes numeradas. La parte número uno (1) es un tornillo de avance micrométrico que se encuentra en cada lado del soporte. La parte número dos (2) es un tope de forma trapezoidal, la cual estaba en contacto con la muestra y por último tenemos la parte tres (3) que es el cuerpo de acero del soporte, el cual no permite deformaciones del soporte. También, se puede observar que las partes internas del soporte son curvas para permitir una fácil entrada y movimiento del cantiléver del AFM. En la parte b de la figura se puede observar el soporte en su forma final y con una muestra de Ni-Ti lista para su estudio.

La toma de muestras se realizó a una temperatura de 16°C, en la cual no se presentan transformaciones de fase martensíticas<sup>5</sup>.

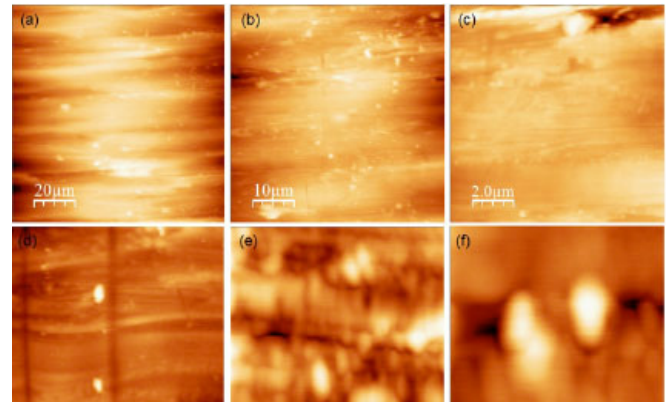


**Figura 3,** vista de la ubicación del cantiléver en la muestra y dirección de la compresión.

El cantiléver es ubicado en el punto más alto de la muestra cilíndrica como se muestra en la figura 3. También, se puede observar en la misma figura la forma uti-

lizada para comprimir el micro-tubo de Ni-Ti, lo cual se hace de forma paralela al cantiléver.

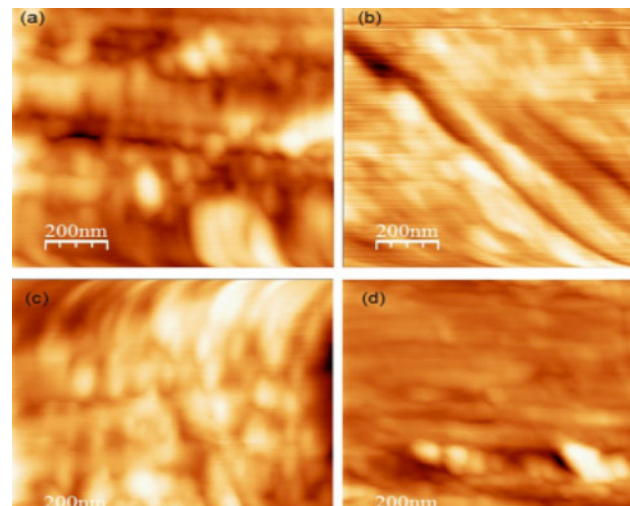
Las imágenes se obtienen variando el tamaño de la región de muestreo, empezando desde los 100  $\mu\text{m}$  (figura 4-a), pasando por 50  $\mu\text{m}$  (figura 4-b), 10  $\mu\text{m}$  (figura 4-c), 5  $\mu\text{m}$  (figura 4-d), 1  $\mu\text{m}$  (figura 4-e) hasta 0.5  $\mu\text{m}$  (figura 26-f). En otras palabras, se realiza un acercamiento de región central de la primera imagen la cual tiene una región de muestreo de 100  $\mu\text{m}$  hasta llegar a una región de muestreo de 0.5  $\mu\text{m}$ . La reducción de la región de muestreo se realiza directamente sobre el software del AFM, lo cual garantiza que los datos obtenidos sean de la misma área de trabajo.



**Figura 4,** secuencia de imágenes a diferentes tamaños de zona de muestreo<sup>7</sup>. Cabe destacar que debido a las propiedades de memoria de forma el material vuelve a su estado original cuando se le retira la compresión.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De acuerdo a la figura 5 los datos de muestreo se obtuvieron con un rango de muestreo de 1 x 1  $\mu\text{m}$  y en modo de contacto, realizando tres variaciones del tornillo de compresión.



**Figura 5,** transformación de fase al aplicar una fuerza externa<sup>7</sup>.

V. Son un instrumento estandarizado para la evaluación externa de la calidad de la Educación Superior para estudiantes de último semestres. Forma parte, con otros procesos y acciones, de un conjunto de instrumentos que el Gobierno Nacional dispone para evaluar la calidad del servicio público educativo y ejercer su inspección y vigilancia (Ley 1324 de 2009)

VI. Son lineamientos enviados a cada institución educativa para la recolección de la información. Al recolectar la información, son enviados al MEN para su respectivo análisis.

La figura 5-a muestra la topografía inicial del micro-tubo Ni-Ti, sin la aplicación de una fuerza externa. Entre tanto, las figuras 5-b y 5-c muestran la transición que ocurre al pasar de una fase austenita<sup>4</sup> a una fase martensítica<sup>4</sup> cuando el material es sometido a una compresión. Por último, en la figura 5-d se observa un estado final de la topografía cuando ha pasado a la fase martensítica, la cual es más estable<sup>1</sup>. Con estas imágenes se realizará el análisis de rugosidad del material a una escala nanométrica.

En la figura 5-a se observan agrupaciones de material de forma horizontal, con una región de muestreo de 1 x 1 micras y utilizando el modo de contacto del AFM. En la segunda imagen (Figura 5-b), se puede observar como las agrupaciones de material empiezan a rotar una vez aplicado el estímulo externo, el cual ocurre formando un ángulo aproximado de 45°. También, la figura 5-c, muestra como dichas agrupaciones de material se está acomodando para terminar en la figura 5-d.

### Rugosidad

La rugosidad es el conjunto de irregularidades o imperfecciones que posee la superficie de un material. En la figura 6, se tienen varias graficas de rugosidad para cada estado presentado en la figura 5; en la cual se presenta en las ordenadas el número de variaciones en el eje Z y en las abscisas el tamaño de las mismas

o topografía (Numero de Eventos Vs Topografía). Para determinar la rugosidad podemos aplicar la ecuación:

$$\sqrt{1/L \int_0^L Y(x)^2 dx} \tag{1}$$

En donde L es la longitud de Muestreo y Y(x) las aturas de cada posición XY de la imagen de topografía<sup>8</sup>.

En la Figura 6-a se observa cómo están distribuidas las variaciones de topografía de la muestra cuando el material no está expuesto a compresiones; Este presenta la mayor cantidad de variaciones de topografía entre 4 y 6 nm y con un pico máximo en 5,32 nm. También, teniendo como base esta grafica se puede obtener una rugosidad de 1,840 nm (análisis realizado a la figura 5-a). Para las figuras 5-b y 5-c obtuvimos rugosidades de 2,125 y 1,884 nm y picos máximos de 9,71 y 6,89nm respectivamente. Por último, para la figura 5-d encontramos que el material presenta variaciones entre 8 y 12 nanómetros, rugosidad de 1,809 nm y un pico máximo en 10,12 nm como se puede ver el histograma (la figura 6-d).

El análisis de la rugosidad es una herramienta para hacer una caracterización cualitativa de las transformaciones martensíticas de las aleaciones con memoria de forma. Estas transformaciones hacen que el material se agrupe en pequeñas islas con una altura promedio de 8.00 nm.

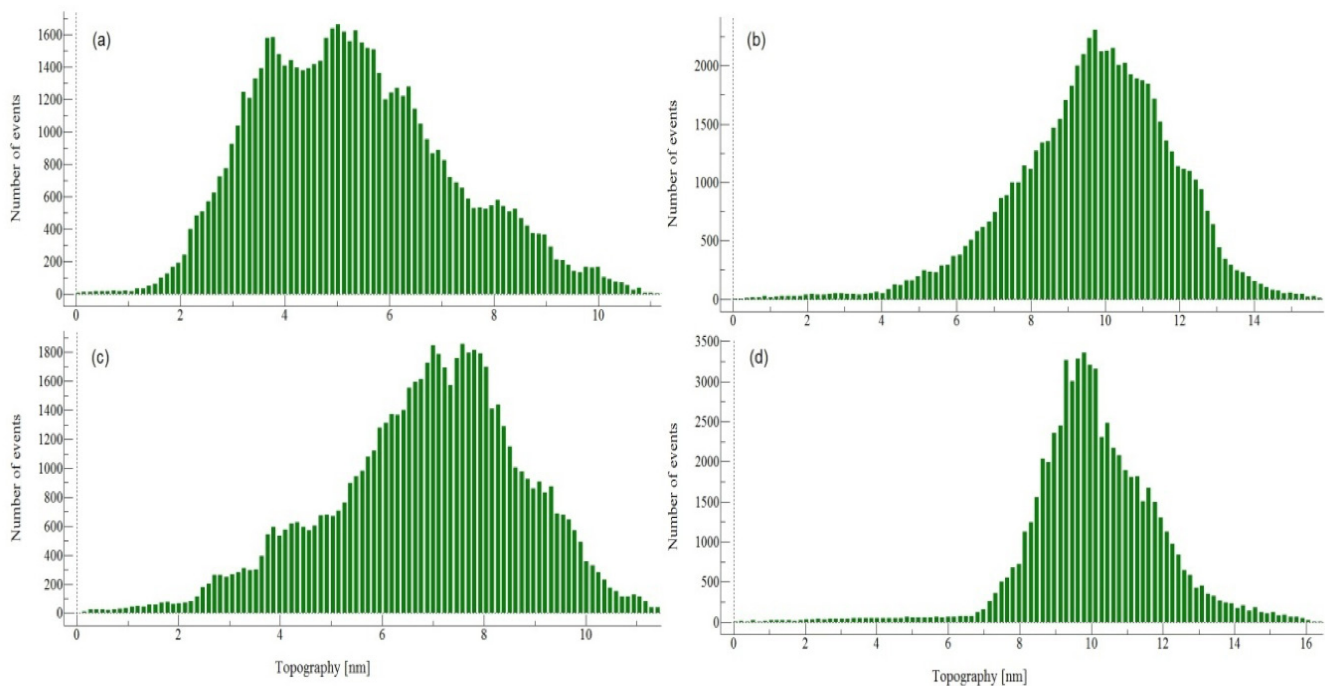


Figura 6, análisis de la rugosidad<sup>7</sup>



## CONCLUSIONES

Los materiales de Ni-Ti presentan una propiedad especial, como lo es la memoria de forma, la cual fue el centro de toda la investigación, mediante el empleo del microscopio de fuerza atómica se observaron las transformaciones de Fase que tienen las SMA y los cambios que se presentan en la superficie cuando estas ocurren. Estas observaciones, producen una ampliación del uso de esta herramienta, ya que la mayoría de las aplicaciones son empleadas para hacer mediciones en la topografía de las muestras. También, ayuda a disminuir la región de análisis en las muestras, ya que con este tipo de microscopios se obtiene información de sucesos por debajo de las micras.

Las transformaciones Austenita - Martensita producen un aumento en la altura de la topografía comprobado por el aumento de la rugosidad de la muestra a medida que se le aplica el estímulo, llegando a un máximo de rugosidad para luego descender a medida que la estructura se vuelve más estable, indicando que el material se vuelve más liso a medida que la transformación llega a su fase final.

## AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander por el apoyo dado en la presentación de este trabajo y al Grupo de Óptica y Tratamiento de Señales por todas las orientaciones brindadas durante el proceso educativo.

## CONFLICTO DE INTERESES

Los autores expresan que no existen conflictos de intereses y aceptan todo el contenido.

## BIBLIOGRAFÍA

1. De La Flor S. Aleaciones con memoria de forma. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Cataluña. España. 1999.
2. Digital Instruments CP-II User's guide part I: Basic imaging techniques. Copyright. Veeco Instruments Inc. Santa Barbara California USA. 2004; 56-62.
3. Digital Instruments CP-II User's guide part II: advanced techniques. Copyright Veeco Instruments Inc. Santa Barbara California USA, 2004; 15- 19
4. Kaupp, G. Atomic force microscopy on photoreactive organic solids: nanostructures. *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* 1994; 252(1):259-68.
5. Mendoza Carreño, E. Medida de las deformaciones por temperatura en materiales metálicos mediante métodos interferométricos. Tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. 2007.
6. Palomo M, Ormeño S, Rincón JA. El formato HDF: Un modelo de datos para el almacenamiento y gestión de información espacial de carácter ambiental. Universidad Politécnica de Madrid y CONACYT, Colegio de Postgraduados, México. Poster.
7. Horcas, I., Fernández, R., Gomez-Rodriguez, J. M., Colchero, J., Gómez-Herrero, J. W. S. X. M., & Baro, A. M.. WSXM: a software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology. *Rev. Sci. Instrum.* 2007; 78(1): 013705.
8. Rivera MH, Melo ER. La rugosidad de las superficies: Topometría. *Ingenierías*, 2001; 4(11): 27.