



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

**Estudio sobre la densidad de dislocaciones y constantes
elásticas en aluminio policristalino mediante
Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica**

**TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE MAGÍSTER EN
CIENCIAS CON MENCIÓN EN FÍSICA**

MARÍA TERESA CERDA GUEVARA

PROFESORES GUÍA:
NICOLÁS MUJICA FERNÁNDEZ
FELIPE BARRA DE LA GUARDA

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
FERNANDO LUND PLANTAT
GONZALO GUTIÉRREZ GALLARDO
LUIS GAETE GARRETÓN

SANTIAGO DE CHILE
AGOSTO 2009

RESUMEN

El objetivo principal de esta tesis es el desarrollo de un protocolo experimental que permita medir de manera muy precisa las constantes elásticas en muestras de un mismo material pero que difieren significativamente en densidad de dislocaciones. En particular se plantea como objetivo la medida de velocidades del sonido con un error menor al 0,1 % en muestras de aluminio policristalino comercial 1100 que fueron preparadas con distintas densidades de dislocaciones con una diferencia de hasta dos órdenes de magnitud. Con este propósito en mente, se utiliza el método experimental llamado Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica, el cual es reportado como una técnica muy precisa bajo ciertas condiciones. Los detalles de los objetivos y las bases de la técnica experimental son expuestos en el capítulo 1.

La técnica de Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica consiste en encontrar las constantes elásticas de un sólido mediante las vibraciones mecánicas de éste al registrar las frecuencias a las cuales resuena. Para entender como se comporta el material bajo éstas circunstancias, se repasa en el capítulo 2 los fundamentos de la elasticidad lineal y las bases matemáticas de los métodos computacionales utilizados.

En el capítulo 3 se explica la metodología experimental. Se detallan los cuidados que deben considerarse para elegir y preparar las muestras, así como posicionarlas en el montaje experimental. En general se estipulan los cuidados que se deben tener para lograr una toma de datos exitosa, así como los pasos a seguir para su posterior análisis.

En el capítulo 4 se presentan los resultados. Una primera aproximación consiste en asumir que las muestras de aluminio poseen simetría isótropa, lo cual entrega resultados acordes con lo reportado anteriormente para la constante C_{44} y no así para C_{11} , el cual es aproximadamente 25 % menor. Hay dos posibilidades para explicar esta discrepancia, ya sea el número de frecuencias medidas no es suficiente o el material es ligeramente anisótropo. En ambos casos se concluye que más frecuencias deben ser medidas. Tras un cuidadoso análisis se concluye que las muestras son ligeramente anisótropas, en particular presentan isotropía transversa. Esto se debe a la fabricación de las muestras de aluminio, realizadas por extrusión, lo que induce una forma de grano policristalino alargada en la dirección del eje mayor de las muestras paralelepípedas. Con éstas consideraciones se determinan las velocidades longitudinal y transversal en función del número de las muestras, lo cual se piensa es en el orden creciente de la densidad de dislocaciones. Se presentan resultados que demuestran una clara tendencia a disminuir para la velocidad transversal tal como se predice en la teoría de A. Maurel, V. Pagneux, F. Lund y F. Barra. Las medidas de velocidad longitudinal tienen errores mayores lo que no permite concluir respecto a su comportamiento.

En el capítulo final se presentan las conclusiones de esta tesis enfatizando los puntos más importantes y relevantes de los resultados del capítulo anterior. Se comentan algunas ideas para realizar como trabajo futuro de esta tesis.

Agradecimientos

Muchas gracias a las personas que han colaborado directamente en esta tesis: a Rodrigo Espinoza por su gran trabajo, a Rodrigo Schwarz por iluminar una nueva dirección, a Felipe Barra por sus consejos y guía y a Fernando Lund por discusiones e ideas. Agradezco también a los miembros de la comisión, Gonzalo Gutiérrez y Luis Gaete por juntarse conmigo y aportar sus correcciones al trabajo.

Gracias a las personas que trabajaron antes en este experimento, a Andrés por sus explicaciones y por aguantar mis preguntas, a Alejandro por sus *tips* y experiencia, y gracias a los que trabajaron luego conmigo: a Valentin, a Víctor y a Alex muchas gracias por su ayuda.

Un especial agradecimiento merece mi profesor guía Nicolás por su buena disposición, paciencia, profesionalismo, y por compartir sus fabulosas ideas y *expertise* conmigo.

A los cabros de la U por su preocupación y consejos, Daniel, Tomás, Gabriel y Roberto. A los del lab LMFE por los almuerzos conversados y por su amistad, a Loreto, Jocelyn, Suomi, Tania, Leo, Gustavos, Pablo y Nico.

A mi familia entera por estar siempre apoyandome, a mi papá y Roxana, a mis seis hermanos, amigas y amigos, en especial a Romina, Cata, Ani, Vicky, y Jaime por seguir el proceso conmigo y por su constante interés aunque no entendieran ni quisieran saber lo que estaba haciendo.

"Ser lo que somos y convertirnos en lo que somos capaces de ser,
es la única finalidad de la vida."

Robert Louis Stevenson.

Índice general

Resumen	I
Agradecimientos	II
Índice general	III
Índice de figuras	IV
Índice de tablas	V
1. Introducción	1
1.1. Motivación	2
1.2. Epectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS)	4
1.3. Organización y objetivos	6
2. Fundamentos teóricos	8
2.1. Resorte amortiguado y forzado	9
2.2. Elasticidad en sólidos	11
2.2.1. Simetría isótropa	15
2.2.2. Simetría hexagonal	16
2.3. Ondas acústicas	17
2.4. Métodos computacionales	18
2.4.1. Calculando modos de resonancia, el código directo	19
2.4.2. Obteniendo constantes elásticas, el código inverso	22
3. Metodología Experimental	26
3.1. Muestras de Aluminio	26
3.1.1. Preparación de las muestras	28
3.1.2. Mediciones de paralelismo	30
3.1.3. Mediciones de densidad	31
3.2. Montaje Experimental	32
3.3. Una adquisición de datos	36
3.3.1. Predicción código directo	37
3.3.2. Atenuación y factor de calidad	41
3.3.3. Determinación de las constantes elásticas	43

4. Resultados y Análisis	45
4.1. Asumiendo simetría isotrópica	46
4.2. Asumiendo simetría transversalmente isotrópica	54
4.2.1. Verificación de simetría hexagonal	54
4.2.2. Constantes elásticas obtenidas	55
4.2.3. Parámetros anisotrópicos	56
4.2.4. Comparación de superficies χ^2 para ambas simetrías	57
4.3. Velocidades del sonido con simetría hexagonal	61
5. Conclusiones	66
Bibliografía	70
A. Relaciones usadas	73
B. Condiciones derivadas	74
C. Publicación	76

Índice de figuras

1.1. Dos formas de modos normales para un paralelepípedo rectangular	6
2.1. Oscilador sometido a forzamiento en una dirección.	9
2.2. Curva de resonancia entorno a una frecuencia ω_r con un factor de calidad $Q = \omega_r/(\omega_2 - \omega_1)$	11
2.3. Deformación unidireccional de una barra.	12
2.4. Esfuerzos aplicados en un sólido, (a) en dirección paralela al piso y (b) de cizalle en un ángulo θ	13
2.5. Simetría hexagonal en un paralelepípedo	16
3.1. Simetría transversal isótropa donde se aprecia la dirección de alargamiento de los granos del material debido al proceso de extrusión.	27
3.2. Densidad de dislocaciones en mm^{-2} y escala logarítmica ordenadas en orden creciente para los datos de 4 muestras con sus respectivos errores.	28
3.3. Imágenes captadas con Microscopía Electrónica de Transmisión	30
3.4. Montaje experimental RUS. En (a) una foto actualizada, y en (b) un esquema gráfico.	33
3.5. Primer esquema de montaje RUS para la adquisición de datos	34
3.6. Segundo esquema de montaje RUS para la adquisición de datos	36
3.7. Espectro completo de una medición RUS a modo de referencia. Algunas frecuencias tienen bajas amplitudes, por lo que no son visibles.	39
3.8. Adquisición de datos para frecuencia centrada en 50.543 kHz con 5 aumentos en amplitud en pasos de 0,01 V.	40
3.9. Ajuste lineal de la respuesta en máximo de amplitud versus voltaje de la fuente con parámetro $R^2 = 0,9998$	40
3.10. Ajuste con la ecuación (3.1) para datos de frecuencia $f_0 = 50,5440 \pm 0,0001$ kHz y parámetro $R^2 = 0,9975$	42
4.1. Velocidad longitudinal y transversal versus muestras de aluminio en supuesto orden creciente de densidad de dislocaciones para 13 frecuencias de resonancia con simetría isótropa.	48
4.2. Bulk modulus versus muestras de aluminio en orden creciente de densidad de dislocaciones para los datos en la tabla 4.1 con 13 frecuencias de resonancia y simetría isótropa.	49
4.3. Gráficos de χ^2 con datos de 13 frecuencias de resonancia para la muestra original. En (a) se presenta una proyección horizontal del gráfico en (b), que es la superficie completa de χ^2	50

4.4. Gráficos de χ^2 para parámetros reportados por Ogi <i>et al.</i> con 42 frecuencias de resonancia. Se aprecia en (a) un contorno más reducido para los valores de constantes elásticas.	52
4.5. Curvas de iso-superficies de 2%, 5% y 10% mayores del mínimo de χ^2 para los datos de 13 frecuencias asumiendo simetría isótropa y los datos de Ogi <i>et al.</i> con 42 frecuencias.	53
4.6. Superficie de χ^2 para datos con 30 frecuencias de resonancia asumiendo simetría isótropa para la muestra original.	58
4.7. Superficie de χ^2 para datos con 30 frecuencias de resonancia asumiendo simetría transversalmente isótropa para la muestra original.	59
4.8. Curvas de iso-superficie de 2%, 5% y 10% sobre el mínimo de χ^2 de los datos de 30 frecuencias asumiendo simetría isótropa, los datos de Ogi <i>et al.</i> y los obtenidos con 30 frecuencias asumiendo simetría transversalmente isótropa	60
4.9. El bulk modulus y la velocidad longitudinal con ≈ 30 frecuencias de resonancia. Ambos parámetros pueden tomarse como constantes debido al error, exceptuando por la muestra 4.	63
4.10. Velocidad transversal para ≈ 30 frecuencias de resonancia con tendencia a disminuir a medida que incrementa la densidad de dislocaciones.	64
4.11. Densidad de dislocaciones versus velocidades del sonido. En (a) no se observa comportamiento alguno, mientras que en (b), a pesar de los errores en la densidad de dislocaciones, puede identificarse una tendencia hacia la disminución a medida que crece la densidad de dislocaciones.	65

Índice de tablas

3.1. Densidad de dislocaciones en muestras de aluminio que se diferencian hasta en 2 órdenes de magnitud	28
3.2. Las dimensiones, masa y densidad de las cinco muestras de aluminio, ordenadas según el orden creciente de densidad de dislocaciones.	31
3.3. Resultado del código directo para la muestra 3 con 13 frecuencias, con datos de archivo <code>rusin.dat</code>	39
3.4. Resultado del código inverso para la muestra 3 con 13 frecuencias con los datos ingresados en <code>rusin.dat</code>	44
4.1. Las constantes elásticas y la velocidad transversal y longitudinal de las muestras de aluminio asumiendo simetría isótropa con sus respectivos errores. El cálculo es realizado con la variación del 10% de las semillas de Ogi <i>et al.</i>	47
4.2. Error RMS debido al cambio de orden realizado de las dimensiones del paralelepípedo en el cálculo inverso.	55
4.3. Resultado de las 5 constantes elásticas de la simetría hexagonal con ≈ 30 frecuencias de resonancia por muestra con los errores obtenidos de χ^2	56
4.4. Parámetros anisotrópicos para las 5 muestras de aluminio utilizando los datos de las constantes elásticas con simetría hexagonal, tabla 4.3.	57
4.5. Valores de la velocidad longitudinal y transversal obtenidas con los datos de las constantes elásticas de la tabla 4.3 con sus respectivos errores.	61

Capítulo 1

Introducción

Probablemente el estudio de las propiedades de los materiales sea tan antiguo como la primera construcción hecha por el hombre; sin duda este estudio ha avanzado enormemente con el tiempo, buscando materiales más resistentes y flexibles a la vez.

Conocer las propiedades elásticas de un sólido tiene grandes aplicaciones en ingeniería, metalurgia, geofísica, materia condensada y otros, por lo que no es de extrañar que el primer avance hacia la metodología de resonancia ultrasónica que utilizamos hoy haya sido hecha por Ohno [1], un profesor de ciencias de la tierra interesado en saber las propiedades de un mineral muy común en geología. Su estudio comenzó con la publicación de un artículo en 1976, donde mejoró la técnica expuesta por Demarest [2] en 1969 quien también motivado por problemas de geología, calculó las resonancias de un cubo sólido.

El trabajo de Ohno, junto con sus colaboradores [3], permaneció siendo utilizado por algunos geofísicos, hasta que varios años después Albert Migliori y J. D. Maynard de Los Alamos National Laboratory y Pennsylvania State University respectivamente, se interesaron en caracterizar superconductores a altas temperaturas. Contactaron a Orson Anderson (Profesor guía de Demarest) de UCLA con el motivo de perfeccionar la técnica, y producto de esta colaboración, junto con William Visscher también de Los Alamos, se sentaron las bases experimentales, códigos computacionales, y métodos matemáticos que lograron la popularización de la técnica. El término RUS, de *Resonant Ultrasound Spectroscopy* (y como nos referiremos a esta técnica de ahora en adelante), fue introducido al mundo científico por Migliori en su publicación de *Physica B* [4], y utilizado exitosamente por él y Maynard en superconductores [5], que tiene un especial interés debido a que el estudio de las transiciones

de fase por cambios en las temperaturas vislumbra el camino hacia el entendimiento del mecanismo superconductor. Estos avances han hecho de este método una herramienta confiable y poderosa para determinar constantes elásticas para muchos materiales y en un gran rango de temperaturas.

El método anterior a estos descubrimientos, consistía en asumir que se había encontrado un modo de resonancia puramente longitudinal, torsional o transversal, y con ello encontrar las constantes elásticas propias del material; lo que reduce la posibilidad de estudiar el problema completo y sólo era posible con geometrías muy simples. Los avances logrados por estos investigadores son de vital importancia debido a que ahora se pueden hacer mediciones para diversos materiales, de distintos tamaños y simetrías. La implementación de códigos y métodos computacionales los llevó a poder mirar el problema de caracterización de materiales a un nivel más real.

1.1. Motivación

La motivación de este trabajo es el desarrollo y la validación de un método no invasivo para medir la densidad de dislocaciones en un material. Nuestro interés general radica en el hecho que la física de las dislocaciones determina que tan dúctil o frágil es un material, por lo que su caracterización es importante para el estudio de la plasticidad de nuevos materiales. En particular, en este trabajo se implementan medidas de espectroscopía de resonancia ultrasónica para un mismo material que ha sido preparado con distintas densidades de dislocaciones. Estas medidas permiten obtener el cambio en las velocidades del sonido longitudinal y transversal para un metal que ha sido tratado para incrementar o disminuir la cantidad de dislocaciones por unidad de volumen. Una idea intuitiva de esto es pensar que una onda sonora que viaja en un material sin ningún tratamiento y que luego pasa por otro que ha sido aplastado o laminado tendrá un cambio en su velocidad de acuerdo a cuantas barreras ha debido esquivar en su trayecto. Es este cambio en velocidad lo que podemos llegar a obtener con la metodología de espectroscopía de resonancia ultrasónica.

Un propósito inicial de este trabajo ha sido el medir las diferencias en velocidad para corroborar la teoría planteada por Agnes Maurel del *Laboratoire Ondes et Acoustique de*

l' École Supérieure de Physique et des Chimie Industrielles, Vincent Pagneux del *Laboratoire d' Acoustique de l' Université du Maine*, Felipe Barra y Fernando Lund de la *Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas de la Universidad de Chile* [6, 7, 8, 9]. Esta teoría predice correcciones pequeñas en las velocidades longitudinal y transversal de sonido respecto a cambios realistas en la densidad de dislocaciones. Predice además una tendencia hacia la disminución de estas velocidades en un material isótropo a medida que se incrementa la densidad de dislocaciones. En efecto, se demuestra en este trabajo que es posible medir pequeñas diferencias en las velocidades del sonido para muestras con distintas densidad de dislocaciones. La metodología empleada puede detectar diferencias relativas en las velocidades del orden de 3 m/s, lo que corresponde a un cambio del 0,1 %.

El artículo que se encuentra en el apéndice C, así como las referencias, explica todos los detalles teóricos del cálculo, y acá sólo resaltaremos las ecuaciones (1.1) obtenidas para la velocidad del sonido longitudinal y transversal que están en función de la densidad de dislocaciones. Las ecuaciones (1.1) son resultado de 2 aproximaciones, una es que la frecuencia acústica de la onda es mucho menor que la frecuencia fundamental de resonancia de una dislocación, y la otra que el factor fenomenológico de amortiguamiento de la onda en el material (B) es pequeño. Se obtiene entonces

$$\begin{aligned} v_L &= c_L \left(1 - \frac{16}{15\pi^4} \frac{1}{\gamma^2} \frac{\mu b^2}{\Gamma} nL^3 \right), \text{ y} \\ v_T &= c_T \left(1 - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b^2}{\Gamma} nL^3 \right), \end{aligned} \quad (1.1)$$

donde Γ es la tensión de la cuerda de la dislocación, mientras que $b = |\vec{b}|$ es el vector de Burgers. El factor γ esta definido como $\gamma = c_L/c_T$, donde c_L y c_T son las velocidades del sonido para un medio isótropo, sin dislocaciones, y que se comprueba experimentalmente siempre mayor a uno. De las ecuaciones (1.1) podemos inferir la importancia de conocer el valor de nL^3 (o bien ΛL^2). Definimos $\Lambda = n \cdot L$, donde n es la cantidad de dislocaciones por unidad de volúmen, L el largo de la dislocación entre puntos de anclaje y Λ es la densidad de dislocaciones por unidad de área.

Las cantidades anteriores son difíciles de medir experimentalmente en un sólido, mas

Rodrigo Espinoza del *Departamento de Ciencias de los Materiales de la Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas de la Universidad de Chile* ha podido obtener mediante Microscopía de Transmisión de Electrones (o TEM por sus siglas en inglés y como nos referiremos de ahora en adelante) mediciones de los largos de las dislocaciones en una muestra por unidad de volúmen, con unidades de mm^{-2} . Llamaremos a esta densidad de dislocaciones Λ_{TEM} cuya correlación con Λ teórico esta por determinar, pero que podemos asumir que poseen alguna relación de proporcionalidad, tal que $\Lambda_{TEM} \propto \Lambda$.

El metal a utilizar es aluminio (AL1100) en pureza comercial por razones prácticas debido a que mecánicamente es un material dúctil para trabajar y fabricar muestras para medir en TEM, además de que cumple los requisitos para medir con Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica, que es básicamente, una forma geométrica bien definida y poca disipación acústica.

Lograr cuantificar el cambio de las constantes elásticas en materiales deformados sería de gran interés en la ciencia de los materiales, así como a futuro alguna aplicación en ingeniería. La metodología de espectroscopía de resonancia ultrasónica es capaz de distinguir estos cambios mesoscópicos en la estructura del aluminio y es ésta tendencia lo revelador de éste trabajo.

1.2. Epectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS)

La metodología de espectroscopía de resonancia ultrasónica, o RUS, consiste en enviar ondas en el rango ultrasónico a través de un transductor. Esto logra resonar al material en ciertas frecuencias específicas que son captadas por un sensor sensible a las vibraciones. A medida que el instrumento emisor envía un barrido en frecuencias a través del transductor, van apareciendo picos de frecuencias en el instrumento detector. Los puntos donde éstas frecuencias son máximas pertenecen a las frecuencias de resonancia propias del material.

Analizando las frecuencias para las cuales el material resuena, y conociendo la densidad y geometría se logra obtener las características intrínsecas de éste, las constantes elásticas. A mayor número de frecuencias obtenidas es mejor para la determinación de las constantes debido a que son más datos para ajustar. Veremos que el mismo proceso depende de

los instrumentos usados en la medición, de la geometría de la muestra y sus propiedades mecánicas.

Una ventaja del método RUS, es que se logra capturar todas las frecuencias de vibración con una sola medida, obteniéndose las constantes elásticas con estos datos. Lo innovador de esta metodología es el hecho de poder analizar los modos normales de resonancia de un material, dentro de un rango de frecuencias especificado por los instrumentos. Para un objeto sólido que oscila libremente, sus modos de resonancia están totalmente determinados por la geometría de éste y su densidad.

Este método es una poderosa herramienta debido al cálculo numérico que han desarrollado los investigadores mencionados en la introducción de este capítulo. En general la solución de las ecuaciones de movimiento de un sólido que vibra no tiene solución analítica, solamente puede resolverse para geometrías simples como esferas o calcular los modos normales del caso más conocido de una barra larga y delgada [10].

El avance que se ha logrado es en parte gracias a las computadoras y a un método numérico que logró llevar el problema a la resolución de matrices y valores propios. Este método, conocido como el método de Rayleigh-Ritz, consiste en expandir las funciones que describen el problema en una base conocida con coeficientes desconocidos, los cuales son determinados al extremar el Lagrangiano. Ahora el problema se ha transformado en uno de valores propios, pero estas matrices pueden ser bastante grandes si queremos tener una buena precisión. Esto puede ser calculable en un tiempo razonable (dependiendo de la simetría del material) con los computadores de escritorio de hoy.

Los modos de resonancia pueden ser movimientos complejos de describir, una prueba de esto se puede visualizar en la figura 1.1, que fueron hechas computacionalmente en **Matlab** por el estudiante de intercambio Valentin Louf [11]. Las figuras fueron calculadas usando el método de Rayleigh-Ritz, aunque los modos que se muestran son exageraciones del movimiento que presenta una muestra al ser sometida a la onda de ultrasonido, ya que al medir no se aprecia movimiento alguno. Esto grafica el gran avance hecho por los investigadores responsables de ésta técnica.

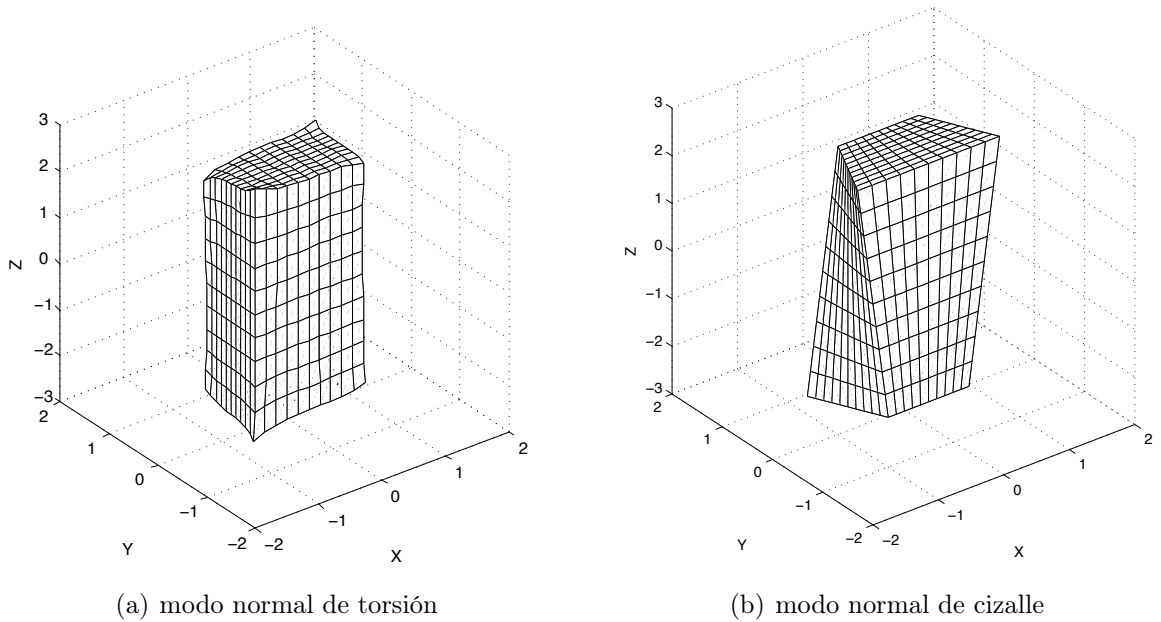


Figura 1.1: Dos formas de modos normales para un paralelepípedo rectangular, calculado con el método de Rayleigh-Ritz. Gentileza de Valentin Louf.

1.3. Organización y objetivos

La organización de este trabajo comienza por repasar algunos conceptos teóricos en el Capítulo 2 necesarios para comprender las bases de esta tesis, como la teoría lineal de elasticidad y ecuaciones fundamentales para los cálculos y análisis posteriores. Este capítulo comienza dando un modelo simple de oscilación de una masa unida a un resorte y hace una analogía con la idea de las bases fundamentales para entender el estiramiento, compresión y fuerzas que deforman los sólidos. En esta sección se explicarán además los métodos computacionales a usar, extendiéndose la explicación para comprender la base del cálculo completo. Trataremos el problema de obtener las frecuencias de resonancia a partir de datos conocidos como la densidad, dimensiones, y constantes elásticas tentativas del material. El cálculo inverso, es decir el cálculo que obtiene las constantes elásticas, se basa en entregar al programa todos los datos conocidos, como frecuencias, geometría y densidad para obtener como resultado las constantes elásticas, por lo que es éste cálculo el que entrega finalmente lo buscado.

En el Capítulo 3 se reportan los datos empíricos de las muestras de aluminio, su densidad, dimensiones, tamaño de grano y densidad de dislocaciones, así como una breve discusión

sobre la necesidad de utilizar una muestra que posea una geometría de paralelepípedo casi perfecta, dentro de ciertos márgenes estipulados en la literatura. Luego se presentan los montajes experimentales usados en las mediciones y los instrumentos ocupados en ellos. Se exponen todos los detalles para una correcta medición de las frecuencias de resonancia, ya que se simula una medición tipo considerando los cuidados al medirlas y los resultados que se desean obtener.

Los capítulos expuestos sirven para el análisis del capítulo 4 de resultados, donde se presentan las constantes elásticas y velocidades del sonido obtenidas con las distintas simetrías discutidas en el capítulo 2. Se discute la correcta simetría a emplear para las muestras usadas utilizando parámetros de anisotropía. Además se realiza un análisis de la superficie de mínimos cuadrados que es el parámetro de minimización utilizado por el programa computacional para datos encontrados en la literatura, como para los medidos en este estudio. Se entiende en base a este análisis la importancia de obtener un mayor número de frecuencias de resonancia, así como la correcta caracterización del material en base a su simetría.

Termina este trabajo con las conclusiones expuestas en el capítulo 5, analizando los puntos más importantes discutidos en esta tesis. En el apéndice C se encuentra un artículo admitido para publicación que es la base y motor de este trabajo.

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

Para comprender la elasticidad en cuerpos sólidos, deberemos repasar algunos conceptos de la teoría de elasticidad lineal, con lo cual aprovecharemos de estipular las variables y notación a usar a lo largo del trabajo.

Como se mencionó en el capítulo 1, la técnica RUS consiste en encontrar las constantes elásticas de un sólido, ya sea isótropo y homogéneo o anisotrópico, mediante las vibraciones mecánicas de éste al registrar experimentalmente las frecuencias en las cuales resuena. Para comprender el movimiento del sólido que conduce a registrar las frecuencias, se verán fundamentos básicos de elasticidad en sólidos en el régimen lineal y la propagación de ondas acústicas. A su vez, se relacionará el sólido con las constantes elásticas y se estudiarán las posibles simetrías de las muestras.

Es necesario explicar las bases matemáticas de los métodos computacionales utilizados para comprender los resultados obtenidos en los capítulos siguientes. El cálculo directo se encarga de predecir las frecuencias de resonancias para una densidad y dimensiones dadas, y el cálculo inverso es un algoritmo que ajusta mediante mínimos cuadrados las frecuencias predichas por el cálculo directo y las obtenidas de la medición experimental. Debe entenderse desde ahora que al ser este último cálculo un ajuste, quiere decir que no estamos obteniendo las constantes elásticas definitivas en forma directa, éstas son las mejores que pudieron ajustarse a las medidas experimentales.

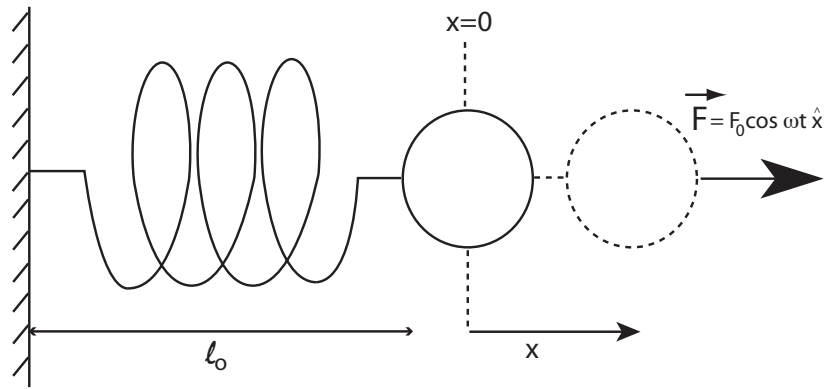


Figura 2.1: Oscilador sometido a forzamiento en una dirección.

2.1. Resorte amortiguado y forzado

Describir completamente la oscilación de un sólido es muy difícil debido a los variados modos de vibración que posee, como ejemplificamos en la figura 1.1. La identificación individual de cada uno se torna compleja por la geometría de los materiales y los modos de oscilación pueden estar degenerados o ser tan complejos que se vuelven indistinguibles. Para simplificar el entendimiento de éste, revisaremos un oscilador armónico que se mueve en una sola dirección. De este ejemplo se obtienen ideas y ecuaciones relevantes para la posterior comprensión del trabajo.

Comenzemos escribiendo la ecuación de movimiento de un oscilador forzado simple de masa m , coeficiente de fricción r , sometido a una fuerza externa de amplitud F_0 y frecuencia de oscilación ω , como el de la figura 2.1, que es

$$m\ddot{x} + r\dot{x} + kx = F_0 \cos \omega t, \quad (2.1)$$

para la cual existe una solución homogénea y una particular. La solución homogénea decae a cero con el tiempo, siendo la particular la que describe el movimiento estacionario. Ésta tiene la forma

$$x = \frac{F_0}{\omega \sqrt{r^2 + \left(\omega m - \frac{k}{\omega}\right)^2}} \sin(\omega t - \alpha) = A(\omega) \sin(\omega t - \alpha), \quad (2.2)$$

donde $A(\omega)$ es la amplitud de oscilación. De la amplitud, ecuación (2.2), puede obtenerse la frecuencia de resonancia si se deriva con respecto a ω y se encuentra el mínimo del denominador, es decir, cuando la amplitud es máxima. Esto entrega una frecuencia de

$$\omega_r^2 = \frac{k}{m} - \frac{r^2}{2m^2} = \omega_0^2 - 2b^2, \quad (2.3)$$

con $b = r/2m$, para seguir con la notación del libro *An Introduction to Acoustics* [12] y con $\omega_0^2 = k/m$ la frecuencia natural. Si el coeficiente de fricción (r) es pequeño, esto implica que la frecuencia de resonancia se aproxima a la frecuencia natural, $\omega_r \approx \omega_0$. La amplitud de oscilación para la frecuencia de resonancia se obtiene reemplazando ω_r en la definición de amplitud $A(\omega)$ de la ecuación (2.2), lo que resulta en

$$A(\omega_r) = \frac{F_0}{\omega_r \sqrt{r^2 + \left(\omega_r m - \frac{k}{\omega_r}\right)^2}}, \quad (2.4)$$

de la cual podemos obtener una relación que describa el amortiguamiento de la amplitud de resonancia con $\omega_2 - \omega_1 = 2b$ que es el ancho de banda a la mitad de la altura, o bien, la diferencia de frecuencias a media altura de amplitud, como se grafica en la figura 2.2. Definamos

$$Q = \frac{\omega_r}{\omega_2 - \omega_1}, \quad (2.5)$$

que llamaremos el factor de calidad. De la figura 2.2 podemos concluir que la precisión en una medida de frecuencia es del orden de $1/Q$, ya que en la ecuación (2.5) vemos como la frecuencia de resonancia es directamente proporcional a Q , por lo que mientras más estrecho sea el pico de amplitud, mejor determinada estará la frecuencia de resonancia. Por esta razón, buscaremos que nuestras medidas de frecuencia tengan un alto valor de Q , tal que se pueda considerar en el experimento una disipación despreciable.

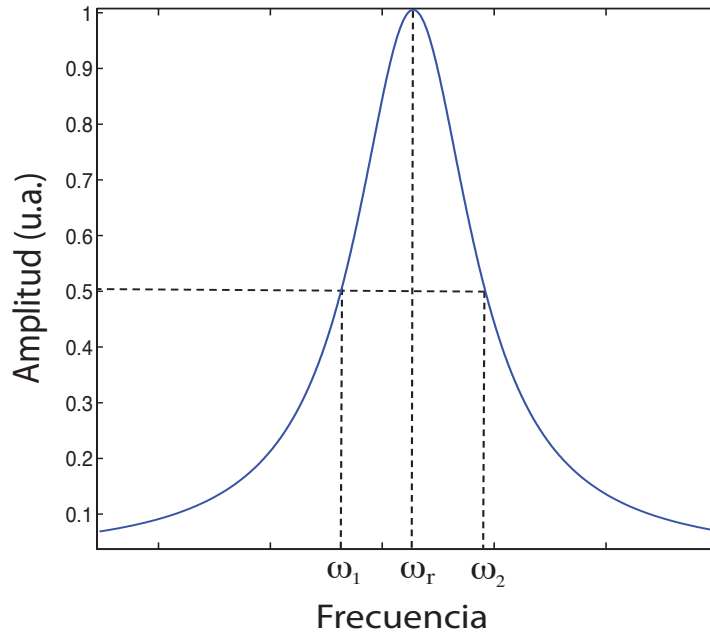


Figura 2.2: Curva de resonancia entorno a una frecuencia ω_r con un factor de calidad $Q = \omega_r/(\omega_2 - \omega_1)$.

2.2. Elasticidad en sólidos

Un material puede resonar al ser sometido a esfuerzos externos a ciertas frecuencias de resonancia, lo que provoca una amplitud máxima de movimiento, y este hecho ha sido de vital importancia para construir edificios que puedan soportar un terremoto o temblor.

La teoría de elasticidad lineal es una aproximación a primer orden y lo que relaciona es la cantidad de fuerza recibida por un cuerpo con las deformaciones provocadas a éste. A diferencia de lo visto en 2.1 para una masa unida a un resorte, ahora hablaremos de deformaciones en cantidades infinitesimales, como se ve en la figura 2.3.

En un sólido se tienen pequeñas deformaciones para cada punto en él, ya que se trata de un medio continuo. Definiremos la deformación por unidad de largo como

$$\epsilon = \frac{u_x(x + dx) - u_x(x)}{dx} = \frac{\partial u_x}{\partial x_x}.$$

donde $u_x(x)$ y $u_x(x + dx)$ describen el desplazamiento de los puntos A y B debido a un

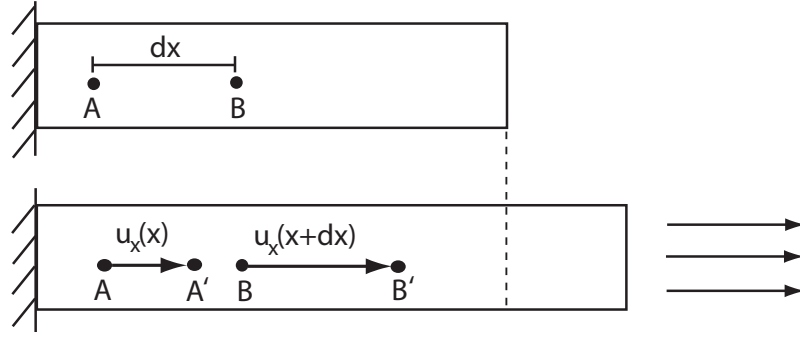


Figura 2.3: Deformación unidireccional de una barra. Los puntos A y B están originalmente separados una distancia dx y luego la barra es deformada a los puntos A' y B' por una fuerza que la estira en una dirección i , por lo que los vectores desplazamiento son distintos.

estiramiento unidireccional. Llamaremos a esta fracción de estiramiento una deformación debido a un forzamiento.

Aplicando esto a un sólido en dos dimensiones podemos tener el mismo forzamiento que en la barra, como se aprecia en la figura 2.4(a), pero además existen fuerzas de cizalle que lo desplazan horizontalmente conservando su volúmen. El tensor de deformaciones debe explicar ambos movimientos en forma general. Por lo que el cizalle no debe confundirse como una rotación, ya que éste podría ser descompuesto en dos movimientos. Si se deforma en un ángulo pequeño $\theta/2$ y luego se rota por el mismo $\theta/2$, resulta ser el movimiento de cizalle en un ángulo θ del cubo original. Esto se explica gráficamente en la figura 2.4(b).

Como el tensor de deformaciones debe ser invariante ante rotaciones éste se debe definir como simétrico, donde los detalles matemáticos de la ecuación (2.6) se encuentran bien explicados en el libro de Landau [10]. Olvidándonos de las contribuciones de segundo orden porque asumimos pequeñas deformaciones, entonces el tensor es

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \right). \quad (2.6)$$

El tensor de deformaciones es simétrico $\epsilon_{ik} = \epsilon_{ki}$ y los elementos diagonales del tensor (ϵ_{ik}) dan cuenta de la longitud deformada en una dirección, como compresiones y dilataciones, mientras que los otros ik son una medida del cambio en el ángulo entre el eje i y el k o cambios medios. Podemos decir entonces, que el tensor ϵ_{ik} da cuenta de los cambios relativos

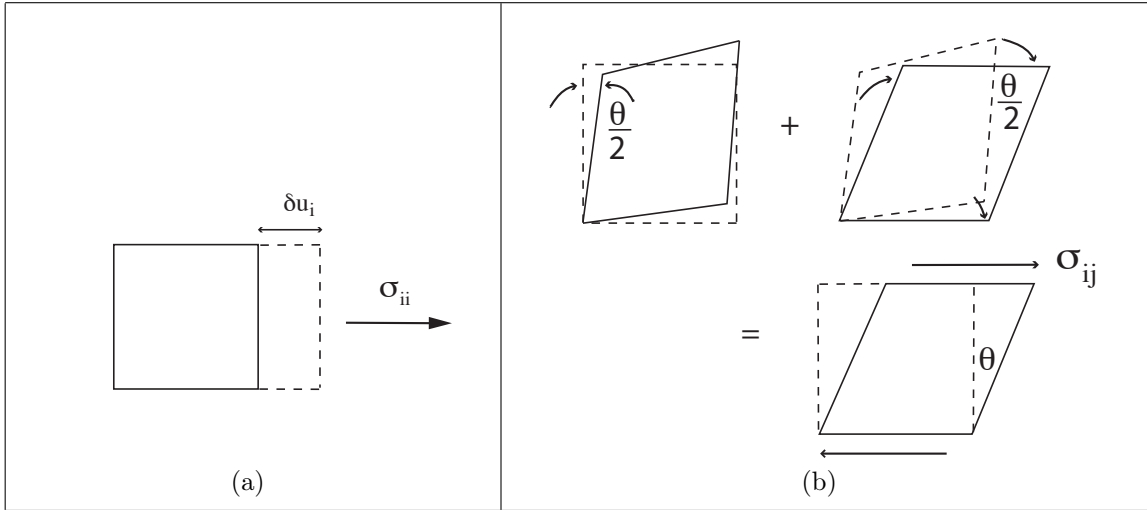


Figura 2.4: Esfuerzos aplicados en un sólido, (a) en dirección paralela al piso (b) cizalle. Se explica en (b) la igualdad del esfuerzo de cizalle como una descomposición de una deformación en $\theta/2$ que luego es rotada en $\theta/2$, que es análogo a realizar un esfuerzo para deformar el sólido en un ángulo θ .

en las distancias de un material.

Para describir las fuerzas que producen estos desplazamientos, pensemos en una fuerza aplicada a un elemento de área dS , la cual puede tener componentes perpendiculares o paralelas a la superficie. Utilizando la clara descripción usada por Gladden [13], la fuerza normal la escribimos como $\mathbf{F}_n = \mathbf{t} \cdot \mathbf{n} dS$ y la fuerza paralela o de cizalle $\mathbf{F}_c = \mathbf{t} \times \mathbf{n} dS$, donde \mathbf{n} es el vector unitario normal a la superficie y \mathbf{t} es la fuerza de tracción, que es igual a

$$t_i = \sigma_{ij} n_j , \quad (2.7)$$

donde σ_{ij} es el tensor de esfuerzos. Este tensor representa la componente i de la fuerza aplicada en la j -ésima dirección de la normal, lo que se ve representado en la figura 2.4(b). Este es por definición simétrico y tiene unidades de fuerza por unidad de área.

El tensor de esfuerzos puede obtenerse mediante la teoría lineal de elasticidad [10] como la derivada de la energía libre, de donde se obtiene la ley de Hooke

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} , \quad (2.8)$$

la cual relaciona de forma directa ambos tensores que participan en la deformación de un sólido al aplicar fuerza mediante el tensor de constantes C_{ijkl} . Podemos inferir que este tensor de constantes es una característica intrínseca de los materiales, y conocer su valor nos servirá no sólo para conocer la relación entre los tensores de esfuerzo y desplazamiento, sino que se puede obtener más información a través de ecuaciones que iremos viendo a lo largo del trabajo.

En tres dimensiones las componentes (o constantes elásticas) en el tensor de elasticidad C_{ijkl} son 81, pero la simetría que poseen los tensores ϵ_{kl} y σ_{ij} impone una simetría en el tensor de elasticidad, consistente en que se pueden intercambiar los pares ij con los kl . Esto reduce el tensor C_{ijkl} a sólo 36 elementos. Finalmente, notando la relación de la energía potencial de un sólido con el tensor de deformaciones,

$$U = U_0 + \frac{1}{2}C_{ijkl}\epsilon_{ij}\epsilon_{kl} , \quad (2.9)$$

concluimos que también podemos intercambiar los pares de índices sin alterar el valor de la energía, por lo que los elementos quedan igual a 21. Dependiendo de las propiedades de simetría de cada material, este número disminuye. Los límites serían uno sin simetrías (material triclínico) quedaría con 21 constantes independientes, mientras que un material isotrópico tiene sólo dos. Basados en esta reducción, es usual escribir las constantes de manera más simple, según la notación de Voigt, como se ve a continuación:

$$\begin{array}{ll} 11 \rightarrow 1 & 23 \rightarrow 4 \\ 22 \rightarrow 2 & 13 \rightarrow 5 \\ 33 \rightarrow 3 & 12 \rightarrow 6 . \end{array}$$

Esta notación sirve para trabajar de forma simplificada, sin embargo en los cálculos computacionales se deben utilizar todos los índices de la notación para luego reducirlos mediante consideraciones simétricas.

2.2.1. Simetría isótropa

Un sólido es considerado como elásticamente isótropo si sus propiedades se mantienen inalterables independientemente de la dirección donde se mida. Para un material considerado isótropo existen sólo 2 constantes elásticas, $C_{1111} \rightarrow C_{11}$ y $C_{2323} \rightarrow C_{44}$. Estas se relacionan con los coeficientes de Lamé λ y μ , que son muy utilizados en la literatura, de la siguiente forma,

$$\begin{aligned} C_{11} = C_{22} = C_{33} &= \lambda + 2\mu , \\ C_{12} = C_{13} = C_{23} &= \lambda , \\ C_{44} = C_{55} = C_{66} &= \mu . \end{aligned}$$

Estas relaciones serán útiles para obtener las velocidad longitudinal y transversa, cuyas ecuaciones se encuentran en el apéndice [A](#).

Escribiendo explícitamente las componentes de el tensor de elasticidad con las dos constantes elásticas independientes, queda

$$C_{ij} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{11} - 2C_{44} & C_{11} - 2C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{11} - 2C_{44} & C_{11} & C_{11} - 2C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{11} - 2C_{44} & C_{11} - 2C_{44} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} ,$$

donde $C_{11} - 2C_{44} = C_{12}$ que es una combinación de las dos constantes independientes.

Será provechoso en los capítulos que siguen escribir la ecuación del módulo de bulk o módulo elástico (K). Esto es debido a que según estudios realizados, como el de R. Schwarz [\[14\]](#), esta comprobado que este módulo es independiente del número de densidad de dislocaciones que posea un material. Para la simetría isótropa la definición es

$$K = \frac{1}{3}(C_{11} + 2C_{12}) . \quad (2.10)$$

El módulo de bulk es el resultado de la segunda derivada de la energía total con respecto al volumen, a diferencia de las constantes elásticas que son derivadas con respecto al tensor de deformaciones [10].

2.2.2. Simetría hexagonal

En algunos materiales existen direcciones privilegiadas debido a su preparación o bien por su estructura misma, como por ejemplo compósitos de polímeros en largas cadenas. Para estos casos es necesario considerar otra simetría para calcular las constantes elásticas.

Considerando los resultados encontrados en esta tesis en el capítulo 4, describamos la simetría hexagonal, la cual cuenta con cinco constantes elásticas y describe a un material transversalmente isótropo. Esto quiere decir, que el material es isótropo en un plano pero no en la dimensión perpendicular a él. Esta idea queda mejor graficada en la figura 2.5.

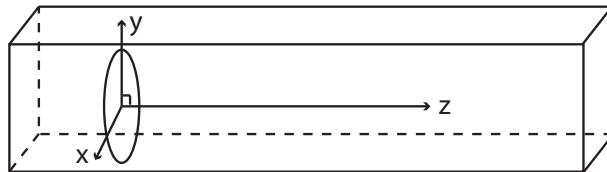


Figura 2.5: Simetría hexagonal: En el plano xy existe simetría isotrópica, pero no así con el eje z , llamado también isotropía transversa.

En este caso las constantes elásticas a calcular son cinco, $[C_{11} \ C_{33} \ C_{23} \ C_{12} \ C_{44}]$, con las relaciones $C_{13} = C_{23}$, $C_{44} = C_{55}$, $C_{11} = C_{12}$ y para C_{66} utilizamos la relación $C_{66} = (C_{11} - C_{12})/2$. Esto deja la matriz de las constantes elásticas de la siguiente forma,

$$C_{ij} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{23} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix}.$$

Al igual que en la sección anterior, daremos la expresión que relaciona al módulo de bulk con las constantes elásticas. Este se define como

$$K = \frac{2}{9} \left(C_{11} + C_{12} + 2C_{23} + \frac{C_{33}}{2} \right). \quad (2.11)$$

2.3. Ondas acústicas

Para describir las vibraciones de un sólido elástico, debemos conocer las ecuaciones de movimiento que lo rigen. En la sección anterior no se describe el movimiento con dependencia del tiempo, por lo que ahora nos concentraremos en presentar dicha ecuación. En el método RUS se genera una señal acústica que pasa a través del material para ser captada por un sensor, por lo que se hace evidente que la ecuación de onda de este movimiento es nuestro problema a resolver.

La fuerza neta sobre un elemento de volumen cúbico es el resultado de las diferentes compresiones, o en general esfuerzos, en las caras del cubo. Si la densidad de masa es ρ , la segunda ley de Newton podemos escribirla como,

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}. \quad (2.12)$$

Utilizaremos la ley de Hooke (2.8) y la definición del tensor de deformaciones (2.6) (con índices ϵ_{ik}) en esta ecuación,

$$\frac{1}{2}C_{ijkl} \frac{\partial}{\partial x_j} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right) = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}, \quad (2.13)$$

ahora, usando la simetría del tensor de constantes elásticas, $C_{ijkl} = C_{ijlk}$, obtenemos la ecuación de movimiento,

$$C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}. \quad (2.14)$$

Esta ecuación nos hace recordar la ecuación de ondas, pero debido a que existen tensores de segundo orden en ella, complica su solución. En gran medida, la resolución de esta ecuación ha retrasado el avance experimental, pero con las nuevas tecnologías computacionales y métodos numéricos implementados desde Demarest [2] se han podido calcular las constantes elásticas con mejor precisión cada vez.

2.4. Métodos computacionales

La solución de las ecuaciones planteadas para un sólido anisotrópico es un problema difícil, y para ello requerimos de métodos computacionales y matemáticos. Dada la complejidad del cálculo sobre las vibraciones libres de un sólido, en general no existe una solución analítica, y es preciso restringir la geometría de los sólidos a calcular. Para resolver las ecuaciones, se utiliza el principio de Hamilton que plantea las ecuaciones de movimiento para luego calcular los vectores desplazamiento con el método de Rayleigh-Ritz que entrega los valores de las frecuencias de resonancia.

Utilizando el principio de Hamilton, se plantea el lagrangiano del sistema para obtener las ecuaciones de movimiento del sólido, como la ecuación (2.14), y la condición de borde libre. Se emplea el método de Rayleigh Ritz para aproximar los vectores desplazamiento por polinomios con funciones conocidas y coeficientes a determinar. Los investigadores previos a W. M. Visscher, entre ellos Demarest y Ohno, utilizaban polinomios de Legendre como base en el método de Rayleigh-Ritz, pero Visscher [15] implementó series de potencia que logran resolver ciertas integrales de volumen analíticamente. Si bien el método anterior era

más rápido computacionalmente, con esta nueva metodología se logró incorporar una mayor cantidad de geometrías y lograr una resolución del problema más sistemática.

A continuación se expone como resolver el método para el caso de un paralelepípedo. Los códigos computacionales expuestos pueden ser obtenidos de la página web de *Los Alamos Laboratory* para nuestra geometría paralelepípeda, así como para otras.¹

2.4.1. Calculando modos de resonancia, el código directo

Para comprender a lo que nos referiremos al hablar de código directo o cálculo directo, repasaremos en esta sección la metodología matemática empleada en este cálculo. Los métodos utilizados son conocidos y se encuentran bien documentados en la literatura ([16], [17], [2], [15], [18], [5], [13], [19]), y la metodología fue implementada por I. Ohno, H. Demarest, J. D. Maynard, O. Anderson, W. M. Visscher, así como otros colaboradores y posteriores investigadores.

El lagrangiano del sistema para un cuerpo sólido sin disipación de energía esta dado por

$$L = \int_V (E - U) dV, \quad (2.15)$$

donde E es la densidad de energía cinética y U la densidad de energía potencial. Estas energías para un material cualquiera con tensor de elasticidad C_{ijkl} y densidad ρ son

$$E = \frac{1}{2} \sum_i \rho \omega^2 u_i^2, \quad U = \frac{1}{2} \sum_{ijkl} C_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l}, \quad (2.16)$$

donde ω es la frecuencia angular e i representa los ejes de coordenadas cartesianas (por lo que en 3D todas las sumas van de 1 a 3) y $u_j(x, t) = u_{0j}(x)e^{i\omega t}$.

Mediante un cálculo de pequeñas perturbaciones puede probarse que se obtienen las condiciones de borde libre que hemos visto en (2.7) y una forma de ecuación de ondas similar a la mostrada en (2.14). Esto se realiza en el apéndice B.

¹<http://www.magnet.fsu.edu/inhousersearch/rus/index.html>

Método de Rayleigh Ritz

Utilizaremos la ecuación del lagrangiano (2.15) junto con (2.16), para plantear el método de Rayleigh-Ritz. Este consiste en utilizar un polinomio con funciones conocidas y constantes desconocidas para reemplazar el vector desplazamiento. Esto es de la forma

$$u_i = \sum_{\lambda} a_{i,\lambda} \phi_{\lambda}, \quad (2.17)$$

donde $\phi_{\lambda} = x^l y^m z^n$. Sustituyendo éste reemplazo en la ecuación lagrangiana (2.15), nos da

$$L = \int_V \frac{1}{2} \left[\sum_{i,i',\lambda,\lambda'} \delta_{i,i'} \rho \omega^2 a_{i\lambda} a_{i'\lambda'} \phi_{\lambda} \phi_{\lambda'} - \frac{1}{2} \sum_{ijkl\lambda\lambda'} C_{ijkl} a_{i\lambda} a_{i'\lambda'} \frac{\partial \phi_{\lambda}}{\partial x_j} \frac{\partial \phi_{\lambda'}}{\partial x_l} \right] dV, \quad (2.18)$$

con las sumas de λ y λ' que van de 1 hasta N bajo la siguiente restricción:

$$l + m + n < N. \quad (2.19)$$

Renombrando las variables de la ecuación (2.18), según se ha visto en [16], ésta se puede reescribir de la siguiente forma matricial

$$L = \frac{1}{2} \omega^2 \vec{a}^T \vec{E} \vec{a} - \frac{1}{2} \vec{a}^T \vec{\Gamma} \vec{a}, \quad (2.20)$$

donde definimos

$$\vec{E} = \delta_{i,i'} \int_V \phi_{\lambda} \rho \phi_{\lambda'} dV \quad \text{y} \quad \vec{\Gamma} = \sum_{j,j'} C_{ijj'} \int_V \frac{\partial \phi_{\lambda}}{\partial x_j} \frac{\partial \phi_{\lambda'}}{\partial x_{j'}} dV. \quad (2.21)$$

Las matrices \mathbf{E} y $\mathbf{\Gamma}$ tienen orden $R = 3(N+1)(N+2)(N+3)/6$, el cual está restringido por la misma condición anterior (2.19).

Si $N \rightarrow \infty$ entonces tendríamos la solución numérica exacta de la ecuación, pero como

esto es inviable computacionalmente, entonces se trata de ocupar el mayor número según la capacidad y tiempo computacional posible. Matemáticamente está demostrado que un truncamiento produce un valor más grande de la norma de los vectores propios que el valor real, pero esto no resulta ser un error muy elevado. En la práctica se observó que para $N = 10$ ya es un orden aceptable como aproximación [20] y, en este estudio, se comprobó que para valores más elevados como $N = 16$ el tiempo computacional aumenta mucho, y que ya para $N = 20$ pueden aparecer errores de truncamiento numérico. Como un buen compromiso entre tiempo de cálculo y precisión, se eligió $N = 14$.

Los vectores desplazamiento u_i corresponden a la solución de vibración libre si la ecuación (2.15) es estacionaria, las cuales pueden ser calculadas a partir de las derivadas de (2.18) con respecto a los coeficientes del problema e igualando a cero. Esto da como resultado,

$$\omega^2 \vec{E} \vec{a} = \vec{\Gamma} \vec{a}. \quad (2.22)$$

Ambas matrices son simétricas y \mathbf{E} es definida positiva. La solución a esta ecuación da los valores propios o frecuencias de resonancia, y los vectores propios son los desplazamientos al oscilar o modos de oscilación, teniendo así todo lo necesario para relacionarlo con los coeficientes de elasticidad.

Por construcción hemos definido funciones ϕ_λ conocidas, que por la forma adoptada para \mathbf{E} y $\mathbf{\Gamma}$, los coeficientes de éstas son en un contexto general para cualquier geometría

$$f(l, m, n) = \int_V x^l y^m z^n dV. \quad (2.23)$$

Para un paralelepipedo de lados $2d_1$, $2d_2$, y $2d_3$, esta integral puede ser evaluada analíticamente si ninguno de los índices l m n es impar, de lo contrario la integral resulta ser cero, de no ser el caso se obtiene la expresión

$$f(l, m, n) = \frac{8d_1^{l+1} d_2^{m+1} d_3^{n+1}}{(l+1)(m+1)(n+1)}. \quad (2.24)$$

2.4.2. Obteniendo constantes elásticas, el código inverso

Hemos mencionado en el Capítulo 1 que el código inverso es un ajuste de los parámetros experimentales con los predichos por el cálculo directo, sólo cabe destacar que en este caso es una optimización no-lineal de los parámetros. Esto significa que no existe una solución única de constantes, por lo que el resultado de este método son las constantes elásticas que mejor resuelven el ajuste, y que la minimización debe resolverse iterativamente.

Recordando como se resuelve un ajuste lineal, es sencillo entender el concepto, ya que para este caso también se debe buscar la minimización de una función objetivo χ^2 . Para nuestro problema, esta función debe ser una medida que evalúe la buena aproximación de las frecuencias medidas con las frecuencias predichas por el cálculo directo. Nuestra función a modelar la llamaremos $y(x)$, y la función χ^2 la definiremos como

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^N w_i (y_i - y(x_i; \mathbf{a}))^2, \quad (2.25)$$

donde $y_i = y(x_i)$ hace referencia a las frecuencias experimentales, $y(x_i; \mathbf{a})$ son las frecuencias teóricas del cálculo directo que dependen de las constantes elásticas \mathbf{a} y w_i es la función peso que se le asignará a cada par de frecuencias, es decir, un número entre cero y uno, dependiendo de la confiabilidad de los datos medidos.

Lo que tenemos ahora es un modelo que depende no-linealmente de un conjunto desconocido de parámetros, que para nosotros son las constantes elásticas a determinar. Se debe encontrar el mínimo global para un espacio multidimensional de dimensión igual al número de parámetros desconocidos. Este método matemático resuelve el problema general para un conjunto a_k con $k = 1, 2, \dots, M$ de parámetros, que pueden referirse a dimensiones de longitud, ángulos entre caras de la muestra o frecuencias. Este modelo se encuentra bien desarrollado en los *Numerical Recipes* [19] en fortran o lenguaje C.

Como muchos métodos de minimización, cerca del mínimo encontrado la función χ^2 se debe aproximar a una función cuadrática de la forma

$$\chi^2(\mathbf{a}) \approx \gamma - \mathbf{d} \cdot \mathbf{a} + \frac{1}{2} \mathbf{a} \cdot \mathbf{D} \cdot \mathbf{a}, \quad (2.26)$$

donde \mathbf{d} es un vector de dimensión M , y \mathbf{D} una matriz de $M \times M$. Si esta es una buena aproximación, entonces el próximo paso hacia los valores que minimizan χ^2 es

$$\mathbf{a}_{min} = \mathbf{a}_{act} + \mathbf{D}^{-1} \cdot [-\nabla\chi^2(\mathbf{a}_{act})], \quad (2.27)$$

con \mathbf{a}_{min} siendo el vector de parámetros minimizados, y \mathbf{a}_{act} los valores actuales. Si la ecuación (2.26) es una mala aproximación al mínimo, entonces en este caso el siguiente paso debiera ser un descenso hacia el mínimo, como se hace en el método de *steepest descent*, el cual sería,

$$\mathbf{a}_{prox} = \mathbf{a}_{act} - cte \times \nabla\chi^2(\mathbf{a}_{act}), \quad (2.28)$$

con \mathbf{a}_{prox} el próximo paso, y la constante un número pequeño para no dar un paso demasiado grande en la dirección contraria al gradiente. Para poder calcular las ecuaciones (2.27) y (2.28) debemos conocer el gradiente de χ^2 y en (2.27) también necesitamos la matriz \mathbf{D} . El gradiente de χ^2 , que definimos previamente como la ecuación (2.25), esta dado por

$$\frac{\partial\chi^2}{\partial a_k} = -2 \sum_{i=1}^N w_i [y_i - y(x_i; \mathbf{a})] \frac{\partial y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_k} \quad , \quad k = 1, 2, \dots, M, \quad (2.29)$$

y su segunda derivada resulta

$$\frac{\partial^2\chi^2}{\partial a_k \partial a_l} = 2 \sum_{i=1}^N w_i \left[\frac{\partial y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_k} \frac{\partial y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_l} - (y_i - y(x_i; \mathbf{a})) \frac{\partial^2 y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_l \partial a_k} \right]. \quad (2.30)$$

Definimos los siguientes coeficientes α y β como:

$$\beta_k \equiv -\frac{1}{2} \frac{\partial\chi^2}{\partial a_k} \quad \alpha_{kl} \equiv \frac{1}{2} \frac{\partial^2\chi^2}{\partial a_k \partial a_l}, \quad (2.31)$$

así nos queda una relación directa para la matriz \mathbf{D} , $\alpha = \frac{1}{2}\mathbf{D}$, de modo que la ecuación 2.27 puede ser reescrita como las siguientes ecuaciones lineales

$$\sum_{l=1}^M \alpha_{kl} \delta a_l = \beta_k, \quad (2.32)$$

y, si este paso no llega al mínimo buscado, reemplazamos la ecuación (2.28) por

$$\delta a_l = cte \times \beta_l. \quad (2.33)$$

El segundo término de la ecuación (2.30) se elimina según los planteamientos de [19], por lo que reemplazando ahora esta relación en la ecuación de α_{kl} (2.31), queda

$$\alpha_{kl} = \sum_{i=1}^N w_i \left[\frac{\partial y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_k} \frac{\partial y(x_i; \mathbf{a})}{\partial a_l} \right]. \quad (2.34)$$

Método de Levenberg-Marquardt

Hasta este punto el método parece una buena forma de buscar mínimos globales, pero no entrega una receta de cómo dar la constante en la ecuación (2.33) o cual es el paso más conveniente, si éste o (2.32). El método de Levenberg-Marquardt lo primero que implementa es un factor λ que reemplaza la ecuación (2.33) por

$$\delta a_l = \frac{1}{\lambda \alpha_{ll}} \beta_l. \quad (2.35)$$

El segundo avance del método es combinar la reciente ecuación (2.35) con el primer paso visto, la ecuación (2.32), al definir una nueva matriz α de la siguiente forma

$$\begin{aligned} \alpha'_{jj} &\equiv \alpha(1 + \lambda) \\ \alpha'_{jk} &\equiv \alpha_{jk} \quad (j \neq k) \end{aligned} \quad (2.36)$$

entonces ahora podemos reemplazar (2.32) y (2.35) en una sola

$$\sum_{l=1}^M \alpha'_{kl} \delta a_l = \beta_k . \quad (2.37)$$

Lo primero a observar es que si $\lambda \gg 1$, entonces la matriz α' es primordialmente diagonal, por lo que la ecuación (2.37) vuelve a ser (2.35). Por otro lado, si λ tiende a cero, la ecuación (2.37) regresa a ser (2.32).

El método Levenberg-Marquardt puede ser resumido de la siguiente forma:

1. Calcular $\chi^2(\mathbf{a})$
2. Escoger un valor pequeño de λ ($\sim 0,001$)
3. Resolver las ecuaciones 2.37 para $\delta \mathbf{a}$ y evaluar $\chi^2(\mathbf{a} + \delta \mathbf{a})$
4. Si $\chi^2(\mathbf{a} + \delta \mathbf{a}) \geq \chi^2(\mathbf{a})$, aumentar λ en un factor diez y volver al paso 3.
5. Si $\chi^2(\mathbf{a} + \delta \mathbf{a}) < \chi^2(\mathbf{a})$, disminuir λ en un factor 10, hacer el reemplazo $\mathbf{a} \rightarrow \mathbf{a} + \delta \mathbf{a}$ y volver al paso 3.

Es necesario imponer una condición que detenga la iteración, por lo que se puede inicializar un valor `ochisq=0` al inicio del cálculo para que luego se iguale al χ^2 en cada iteración que entrega el método y cuando esta diferencia entre `(ochisq-chisq)/chisq` sea menor que 10^{-13} o algún valor similar a convenir, se detenga el proceso.

El método de Levenberg-Marquardt funciona muy bien como modelo no lineal, y se ha convertido en la rutina por defecto de mínimos cuadrados no-lineal.

Capítulo 3

Metodología Experimental

La técnica RUS tiene la ventaja que pueden determinarse todas las constantes elásticas obteniendo los modos normales en un rango de frecuencias determinado. Sin embargo, requiere de varios preparativos y consideraciones para la muestra y en el montaje mismo del experimento para que esa medición sea una buena toma de datos. En este capítulo repasaremos los cuidados que deben tomarse al elegir y preparar la muestra, además de las precauciones a tomar al momento de posicionarla en el montaje. Revisaremos también los detalles que deben fijarse como un buen precedente para una toma de datos exitosa, como los pasos a seguir luego en el análisis.

3.1. Muestras de Aluminio

Una primera parte consiste en optar por un material a medir, el cual debe ser lo más cercano a las condiciones planteadas en el capítulo 2 por la teoría de elasticidad lineal, es decir, con baja dispersión o atenuación de energía, así como apto para un estudio de densidad de dislocaciones y tamaño de grano. El material debe ser manejable mecánicamente, en cuanto se refiere a su preparación, ya que se necesitaron diferentes dimensiones, para la medición en RUS y en TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión), por lo que se optó por aluminio en pureza comercial.

El material utilizado se encuentra en el mercado en su estado puro como Aluminio (AL1100), el cual podemos asumir homogéneo. El aluminio es un cristal con simetría **fcc**, lo que resulta más fácil de medir a través de Microscopía Electrónica y Óptica porque las

dislocaciones se encuentran principalmente en la dirección $(1\ 1\ 1)$, según se especifica en el informe de R. Espinoza [21].

Durante su fabricación, el material original adquirido estuvo sometido a un proceso de extrusión en caliente, lo que provoca un alargamiento de los granos cristalinos. Esto se observa en [21], donde se estipula un tamaño de grano para la muestra original en la dirección de corte longitudinal de $541 \pm 31\ \mu\text{m}$ y transversal de $464 \pm 28\ \mu\text{m}$, por lo que podemos asumir este alargamiento de los granos en todas las muestras que se obtuvieron de este trozo. Este proceso produce un efecto que se grafica en la figura 3.1.

Se realizaron cinco muestras del trozo original entregado mediante la técnica de electroerosión¹, dos fueron recocidas a 400°C a distintos tiempos, otras dos fueron laminadas por rodillos en porcentajes distintos y una fue dejada como el material original. Debido a este proceso, las muestras tienen diferentes densidades de dislocaciones en su estructura, y las conclusiones del profesor R. Espinoza son que las muestras recocidas poseen una densidad de dislocaciones menor a las muestras laminadas ya que el tratamiento térmico logra un reordenamiento de las dislocaciones dentro de los granos hacia los bordes. Las otras muestras son deformadas plásticamente, lo que genera más dislocaciones. Las muestras laminadas al ser tratadas con rodillos debieran tener granos más alargados, y debido al proceso de extrusión, nos sugiere la posibilidad de la existencia de simetría hexagonal, como vimos en el capítulo 2.2.2.

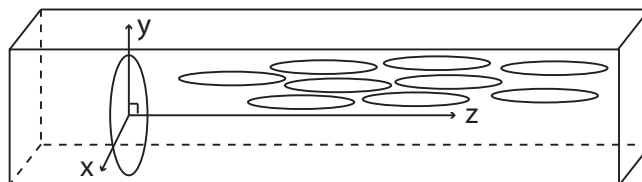


Figura 3.1: Simetría transversal isotrópica donde se aprecia la dirección de alargamiento de los granos del material debido al proceso de extrusión.

¹Realizado por la Empresa Impexsa S. A., página web: www.impexsa.cl

3.1.1. Preparación de las muestras

La preparación de muestras y medición de densidad de dislocaciones estuvo a cargo el profesor R. Espinoza, el que realizó un estudio en base a imágenes captadas con Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), y otras técnicas, como microscopía óptica y microdureza Vickers, especificadas en su reporte [21] a CIMAT por lo que no será un tema tratado en este trabajo. En la tabla 3.1 están los valores tabulados de la densidad de dislocaciones encontradas para cada muestra, y en la figura 3.2 se grafican los valores con sus respectivos errores.

N°	Tratamiento	Densidad de dislocaciones (mm^{-2})	Error (mm^{-2})
1	Recocido 400°C, 10 hrs	$2,7 \cdot 10^6$	$6,8 \cdot 10^5$
2	Recocido 400°C, 5 hrs	$2,3 \cdot 10^7$	$1,8 \cdot 10^7$
3	Original	$1,3 \cdot 10^7$	$1,4 \cdot 10^7$
4	Laminado 33 %	$2,8 \cdot 10^8$	$1,8 \cdot 10^8$
5	Laminado 43 %	En proceso	En proceso

Tabla 3.1: La densidad de dislocaciones aumenta para las muestras laminadas en dos órdenes de magnitud respecto a la primera muestra.

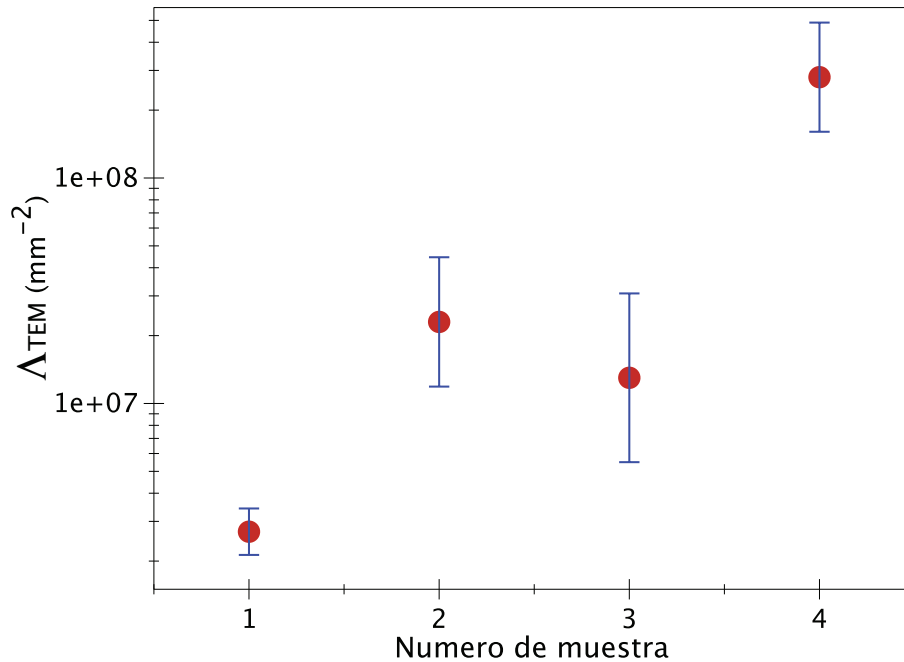
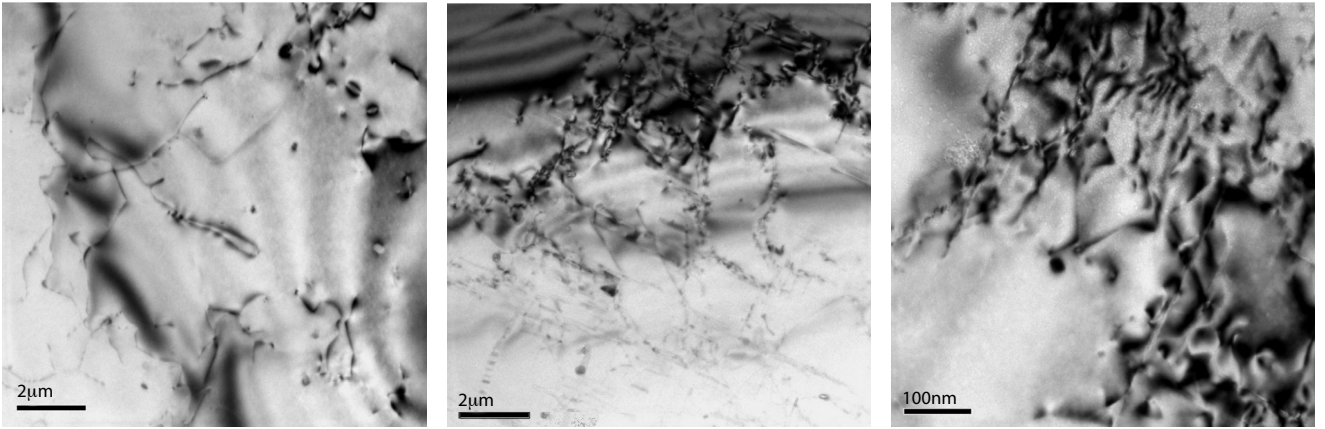


Figura 3.2: Densidad de dislocaciones en mm^{-2} y escala logarítmica ordenadas en orden creciente para los datos de 4 muestras con sus respectivos errores.

La identificación con números del uno al cinco para las muestras de aluminio están ordenadas de acuerdo al aumento esperado en densidad de dislocaciones y será consistente a lo largo de los posteriores capítulos. El error asociado se debe a la baja estadística ya que se necesitan muchas imágenes TEM como para poder aumentar la precisión de los datos. El bajo error de la primera muestra se debe a que se tomaron 8 imágenes para calcular su desviación standard, mientras que para la muestra 2 y 3, se realiza en base a 3 imágenes TEM, y para la muestra 4 se tomaron sólo 2 imágenes. Actualmente se sigue trabajando en reducir este error tomando más imágenes TEM para cada muestra.

Se esperaban diferencias mayores en densidad de dislocaciones ya que, según el gráfico 3.2, las muestras 2 y 3 aparecen muy cercanas debido al error, por lo que no se puede afirmar un orden entre ellas. Esta densidad de dislocaciones, Λ_{TEM} , se obtiene a partir de la medición de los distintos largos de las dislocaciones observadas para una imagen, las que son sumadas para obtener un largo total L que es dividido por la unidad de volumen correspondiente de la imagen, de esta forma obtenemos la densidad de dislocaciones por unidad de superficie. El análisis requerido para obtener realmente la longitud de una dislocación depende de una completa caracterización de la longitud entre puntos de anclaje (L), ya que para poder correlacionar con la teoría de A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra y F. Lund [6, 7, 8, 9] es necesario conocer las cantidades nL^3 o ΛL^2 . Según las unidades de densidad de dislocaciones, las mediciones son proporcionales a la densidad teórica Λ , pero esto no puede aseverarse definitivamente. Las medidas de L siguen siendo un trabajo en proceso y, a lo largo del trabajo, asumiremos que $\Lambda_{\text{TEM}} \propto \Lambda$.

Para ilustrar la complejidad de medir dislocaciones en un material, vemos en la figura 3.3 imágenes captadas mediante TEM de las muestras de aluminio para tres muestras. En ellas podemos ver algunas dislocaciones como si fueran cuerdas entre puntos de anclaje atravesando a lo largo del material, aunque las imágenes son sólo de un plano de dirección específico, se observa fácilmente en la muestra con menos dislocaciones, figura 3.3(a). Debido a la diferencia de escala en 3.3(c), es comprensible entender que al laminar la muestra se genera una deformación plástica que realmente produce más densidad de dislocaciones, ya que de realizarse un alejamiento a la escala de $2\mu\text{m}$ la imagen se vería densamente dominada por dislocaciones.



(a) Aluminio recocido por 10 hr.

(b) Aluminio original

(c) Aluminio laminado 33 %

Figura 3.3: Imágenes captadas por TEM, donde en (a) tenemos el material recocido por 10 horas, el que posee la menor cantidad de dislocaciones. La imagen (b) corresponde al aluminio en su estado original de adquisición, y (c) es el material laminado en un 33%. La escala en (a) y (b) es de $2\ \mu\text{m}$, mientras que en (c) es de 100 nm. Gentileza de R. Espinoza [21].

3.1.2. Mediciones de paralelismo

En RUS, la forma geométrica de la muestra es un factor importante para la determinación de los modos normales de resonancia. Como vimos en el capítulo 2, éstos podrían tener estados degenerados si la forma es un cubo o una esfera y afectar en las matrices $\mathbf{\Gamma}$ y \mathbf{E} , por lo que la mejor geometría es la de un paralelepípedo [22]. Para no tener frecuencias que se repitan en las mediciones, se debe tener un paralelepípedo con las tres longitudes distintas.

En la tesis de doctorado de P. Spoor [23] se realizó un estudio metódico en esta materia. Esta concluye que si los ángulos de caras opuestas del paralelepípedo o bien los lados de caras ortogonales tienen desviaciones de décimas de grado pueden causar corrimientos en las frecuencias experimentales del orden de un diez por ciento. Además postula que es significativo debido a que sus mediciones RUS concuerdan dentro del 0,1 % entre las frecuencias predichas y las experimentales. Como conclusión final de su estudio, un buen paralelepípedo debe tener sus caras perpendiculares dentro de $0,5^\circ$ y ser paralelas en $0,3^\circ$. Esto lograría que no fuera un impedimento para una buena toma de datos.

Las mediciones de paralelismo y ortogonalidad de nuestras muestras estuvo a cargo nuevamente del profesor R. Espinoza que reportó que nuestras muestras se encuentran dentro de lo postulado por P. Spoor [23], siendo los lados adyacentes ortogonales dentro de un $0,3^\circ$

Parámetro	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
	Recocido 400°C/10 hrs	Recocido 400°C/5 hrs	Original	Laminado 33%	Laminado 43%
d_1 [cm]	$1,701 \pm 0,001$	$1,700 \pm 0,001$	$1,7011 \pm 0,0002$	$1,696 \pm 0,001$	$1,701 \pm 0,001$
d_2 [cm]	$1,0015 \pm 0,0002$	$0,9997 \pm 0,0004$	$0,9998 \pm 0,0003$	$1,001 \pm 0,001$	$1,001 \pm 0,001$
d_3 [cm]	$4,902 \pm 0,001$	$4,900 \pm 0,001$	$4,901 \pm 0,001$	$4,901 \pm 0,001$	$4,900 \pm 0,001$
M [g]	$22,45 \pm 0,01$	$22,38 \pm 0,01$	$22,43 \pm 0,01$	$22,35 \pm 0,01$	$22,42 \pm 0,01$
ρ [g/cm ³]	$2,688 \pm 0,002$	$2,687 \pm 0,002$	$2,691 \pm 0,002$	$2,687 \pm 0,004$	$2,687 \pm 0,003$

Tabla 3.2: Las dimensiones, masa y densidad de las cinco muestras de aluminio, ordenadas según el orden creciente de densidad de dislocaciones.

y teniendo una desviación de paralelismo entre los lados opuestos menor a $0,06^\circ$.

3.1.3. Mediciones de densidad

Es necesario para un buen ajuste de datos tener precisión en la densidad de las muestras, esto se debe principalmente a dos razones. Una es por el efecto inmediato que tiene en el cálculo computacional directo debido a que éste requiere las dimensiones y densidad del material para calcular las frecuencias de resonancia, así como en el cálculo inverso. Otra razón sería la mala determinación de las velocidades del sonido longitudinal y transversal si se dan densidades pobremente medidas ya que en las fórmulas (A.4) y (A.5) del apéndice A tienen una relación inversamente lineal.

Las masas de las muestras fueron tomadas en una balanza digital marca OHAUS modelo SP402 con una capacidad de peso máximo de 400 g y error de precisión de 0,01 g. A su vez se realizó una calibración con pesas conocidas de 10 g, 20 g, 50 g, 100 g, 200 g, para obtener el valor real de las masas, esto es ajustando con la ecuación $m_{\text{real}} = \alpha \cdot m_{\text{medido}}$ donde $\alpha = 0,9992 \pm 0,0001$. Los datos de masa y densidad para cada muestra obtenida con este ajuste es lo reportado en la tabla 3.2, y es aproximadamente equivalente a restar 0,02 g a la masa medida. Esta calibración es necesaria porque disminuye el error de medición en la densidad para RUS. Mejorar la medición directa de masas será considerado como trabajo futuro.

La medición de las longitudes fue más compleja de realizar debido a la precisión buscada y los instrumentos disponibles. Si bien dos longitudes se midieron con un tornillo micrométrico

MITUTOYO con un error de 0,0001 cm, la dirección más larga se realizó con un pie de metro de precisión de 0,001 cm. Para obtener mejor determinación de estas cantidades, se tomaron varias medidas para obtener el promedio de ellas. Las dimensiones d_1 y d_2 , que hacen referencia a las longitudes de la base rectangular del paralelepípedo, tienen una estadística de 6 y 9 medidas correspondientemente, mientras que para d_3 , son 5 medidas. Al calcular el volúmen, el error relativo es aproximadamente el mismo que el de masa, siendo alrededor de un 0,001, por lo que masa y volúmen contribuyen por igual al error final de la densidad. Los resultados estadísticos están tabulados en la tabla 3.2 con sus respectivos errores calculados con propagación de error.

3.2. Montaje Experimental

Parte importante del montaje experimental de este trabajo fue hecho previamente, donde la construcción metálica mostrada en la figura 3.4(a) está hecha en duraluminio y fue realizada por A. Carú [20] y mejorada por A. Jara [24]. Esta estructura es acompañada de un rodamiento lineal que es alimentado con un flujo de aire a presión constante para minimizar la fricción, que junto con los resortes, hace que el sistema esté en una posición de equilibrio, de tal forma que al colocar la muestra, ésta no toque a ambos transductores a la vez. Esta posición de equilibrio es calibrada con anterioridad y debe ser un poco mayor al largo de la diagonal del sólido a medir, esto es para evitar el acoplamiento entre la muestra y el transductor debido al peso. Para que la muestra quede fijada entre los transductores, se escoge una masa calibrada (típicamente 7 g o 10 g) para que baje el sistema hasta una punta del paralelepípedo, de manera que la muestra no caiga o resbale. Se trata de minimizar la fuerza de contacto por las razones expuestas en el capítulo 2 de condiciones de borde libre y por el acoplamiento mecánico.

En el esquema de la figura 3.4(b) se grafican los transductores encargados de emitir la señal acústica y el receptor de ella. El transductor cilíndrico de mayor volúmen es el emisor de la onda mecánica, éste envía una onda con un barrido en frecuencia, mientras el transductor cilíndrico más pequeño de la parte superior es el receptor.

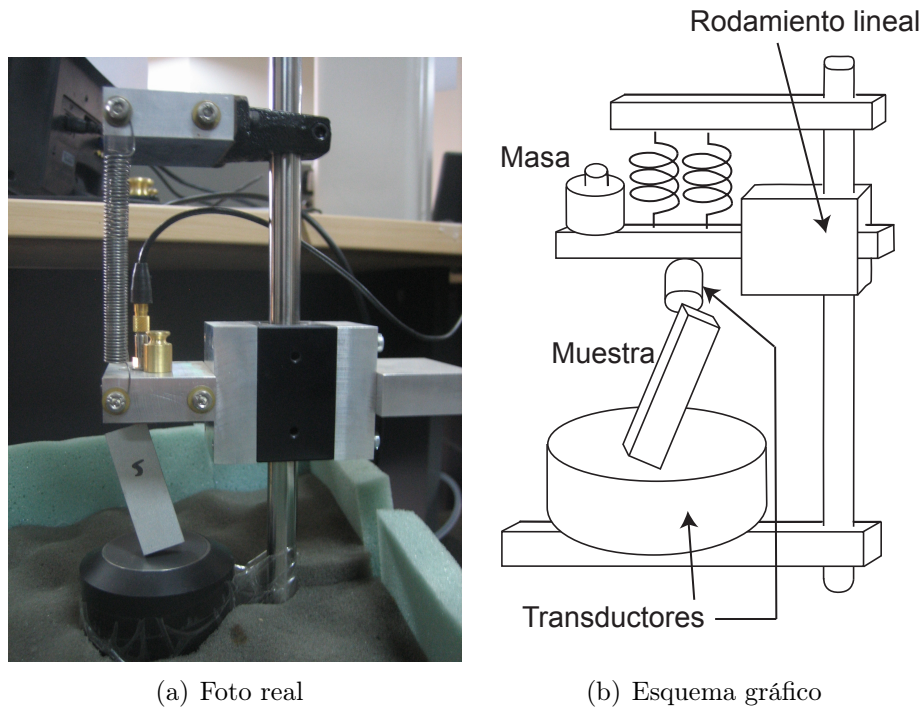


Figura 3.4: Montaje experimental de RUS. En (a) tenemos una foto actualizada del montaje hecho en duraluminio, y en (b) un esquema explicativo de las partes.

Las especificaciones técnicas del montaje son:

- El flujo de aire que pasa a través del rodamiento lineal es controlado por el compresor de aire *Black and Decker* modelo H11965F-B2, que mantiene una presión de 60-80 Psi, con la recomendación del fabricante de no pasar los 120 Psi.
- El primer transductor piezoeléctrico, de marca Panametrics modelo V1012, emite una señal a frecuencia variable, con una frecuencia de resonancia centrada en los 250 kHz, por lo que su respuesta mejora para las frecuencias más altas del experimento.
- El transductor que recibe la señal emitida es un sensor de presión modelo 113A22 de alta frecuencia marca PCB, con frecuencia de resonancia ~ 500 kHz.

Para evitar que las vibraciones del suelo hicieran caer a la muestra del montaje, se utiliza una plataforma marca Minus K Technology modelo 100BM-6 que resiste un peso en el rango de 22,7 - 47,7 kg. El fabricante garantiza que este producto es mejor para aislar vibraciones

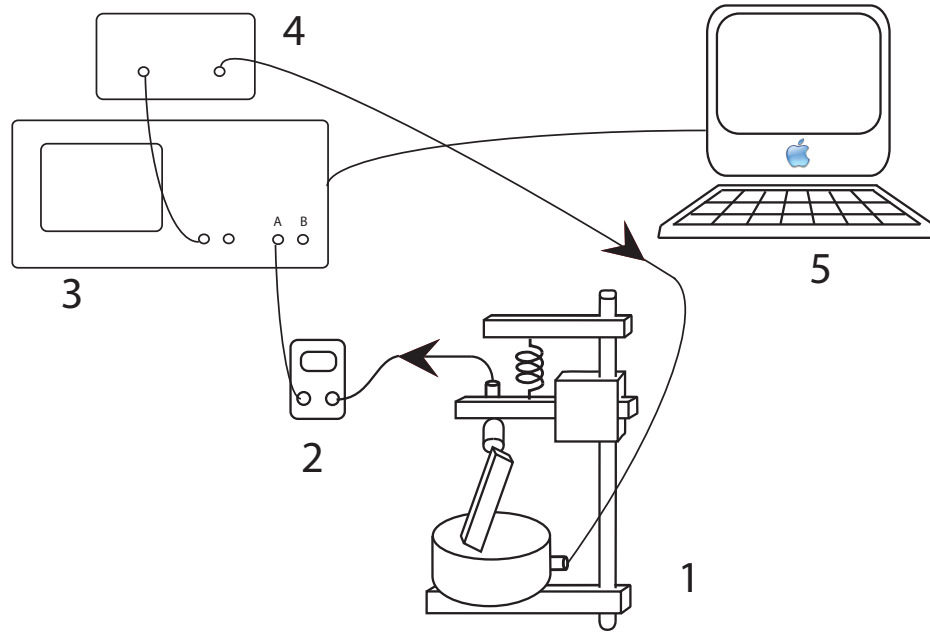


Figura 3.5: Primer montaje RUS para la adquisición de datos. 1.- Montaje RUS 2.- Sensor condicional de señal 3.- Analizador de espectros 4.-Amplificador. 5.-Computador.

que una mesa de aire, y es efectivo para el rango de peso especificado, por lo que se posicionó el montaje RUS sobre un trozo de hormigón de peso ≈ 29 kg que logra mantener a todo el sistema estable.

El problema de cuánta masa poner sobre el sistema es algo que se ha estudiado detenidamente, y algunas referencias ([18], [25]) estipulan que la fuerza de contacto debe ser menor o igual que al peso de la muestra. Sin embargo, se observa que un aumento en la masa logra un corrimiento en las frecuencias de un 0,1% - 0,5%, que es aproximadamente observado en nuestro experimento. A. Carú [20] estudió sobre el peso necesario, y volvió a repetirse en esta oportunidad, midiendo con distintas masas para luego lograr una extrapolación a la masa cero, que nos lleva a un corrimiento dentro del orden citado. El peso que se ocupa es 0,1 N que consideramos pequeño teniendo en cuenta que éste es la mitad del peso de la muestra (ver tabla 3.2) alrededor de 0,22 N, que es visto en la literatura como un margen aceptable.

La adquisición de datos requiere de varios instrumentos en el experimento RUS y, como en un comienzo se siguieron las pautas hechas por A. Carú [20], en la figura 3.5 se encuentra esquematizado este primer montaje RUS, por lo que para medir las frecuencias entregadas por

el código directo se usó un analizador de espectros SRS modelo SR780 en modo de barrido, con una frecuencia de corte superior de 102,4 kHz. Los otros componentes del esquema serán explicados en el segundo montaje RUS.

El analizador de espectros emite una señal que es aumentada por el amplificador para que sea enviada al primer transductor, que luego de atravesar la muestra, es captada por el sensor de presión, el cual envía la información a un condicionador de señal para que luego vuelva al analizador de espectros que muestra en pantalla las frecuencias de resonancia. Los datos pueden ser grabados al enviarse al computador o puede realizarse esta misma secuencia automáticamente programándolo en Labview.

Un segundo montaje RUS fue diseñado para ampliar el rango de frecuencias posibles de medir, éste envía una onda acústica por medio de un generador de funciones, luego pasa por un amplificador que aumenta la señal que llega al transductor de emisión. Luego, la recepción del sensor de presión es pasada por un condicionador de señal que luego la envía a un pre-amplificador para entregarle al computador su respuesta aumentada. Una vez en el computador los datos son manejados por un programa de Labview que a la vez se encarga de ajustar los parámetros en los instrumentos previo a la medición.

Los detalles técnicos de cada parte que componen este sistema de medición son detallados a continuación:

- El generador de funciones marca Stanford Research modelo DS335 con frecuencia máxima de 3.1 MHz envía una onda sinusoidal de amplitud máxima de $10 V_{pp}$ a 50Ω de impedancia.
- El amplificador es de marca NF modelo HSA4011, que posee una frecuencia de corte de 1 MHz, con voltaje máximo de $50 V_{rms}$ y corriente máxima de $1 A_{rms}$.
- Al ser las vibraciones del material muy pequeñas, deben amplificarse para poder medir, por lo que el sensor condicionador de señal marca PCB modelo 480C02 que alimentado por 3 baterías de 9 V da corriente al amplificador de transductores construido dentro, aumenta la señal del sensor de presión.

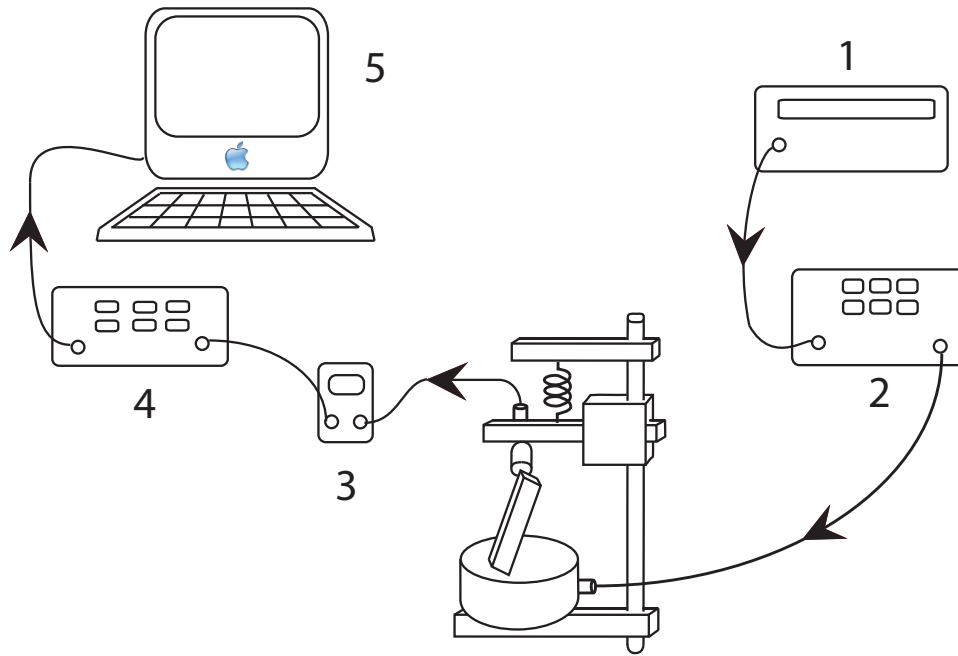


Figura 3.6: Segundo montaje RUS para la adquisición de datos. 1.- Generador de funciones. 2.- Amplificador. 3.Sensor condicional de señal.- 4.-Pre-amplificador. 5.-Computador.

- El pre-amplificador marca Stanford Research modelo SR560 de bajo ruido con voltaje de salida máximo de $10 V_{pp}$ aumenta la señal que va al computador.
- En el computador se ha instalado una tarjeta de adquisición de datos serie M de marca National Instruments modelo PCI-6251 que cuenta con una velocidad de muestreo de 1.25 MS/s y un voltaje máximo de entrada de $10 V_{pp}$.

3.3. Una adquisición de datos

Para comprender plenamente el proceso de adquisición de datos y posterior análisis, realizaremos una a modo de ejemplo. Aprovecharemos de mencionar en esta sección los cuidados del montaje que deben tomarse en cuenta al momento de medir.

Una de las primeras tareas es verificar que el montaje tenga una presión de aire dentro del rango aceptable. Hecho esto, el rodamiento lineal se encontrará sin fricción, por lo que podemos colocar una muestra ladeada y sujeta únicamente por sus puntas diagonales, como vimos en la figura 3.4, al poner una masa calibrada sobre el montaje. En este ejemplo utili-

zaremos 7 g por ser la mínima masa capaz de sostener la muestra; si esta cayera, sería muy perjudicial para la geometría, es por esto que se aprecia en la figura 3.4(a) una esponja para evitar un accidente de este tipo.

Este último punto es crítico para una buena medición, ya que si la muestra cae del montaje, la sesión de medición queda perdida porque cada experimento debe ser para un único posicionamiento. Como este montaje y experimento depende fuertemente de vibraciones, el hecho de caminar cerca es preocupante para el experimentador, por lo que se debe tener cuidado de cualquier vibración fuerte del suelo y de repentinas ráfagas de viento.

Tomando las consideraciones anteriores, procedemos a la adquisición de datos con los programas computacionales ajustados para la correcta medición. En un programa de Labview pueden controlarse el generador de funciones, analizador de espectros, osciloscopios y generadores de funciones, así como el rango de frecuencias, amplitud, definición de puntos, y tiempo de medición. Una primera estimación de las frecuencias a las cuales se debe tomar datos son obtenidas del código directo usando valores conocidos de C_{11} y C_{44} . Luego, se buscan manualmente una a una para ingresar las frecuencias correctas, ya que pueden correrse de lo predicho hasta en 300 o 400 Hz.

3.3.1. Predicción código directo

La primera interrogante que debe estar clara en este experimento es qué constantes elásticas se quiere encontrar, y determinado eso se debe buscar la mejor manera de medir. En el libro de Migliori y Sarrao [16] se menciona que para una buena determinación de las constantes elásticas o parámetros independientes en general que se quiera variar en el código (como pueden ser las dimensiones de las muestras), se necesitan al menos 5 veces la cantidad de frecuencias, o mejor aún 8-10 veces. Es decir, si queremos determinar 2 constantes elásticas porque tenemos un material homogéneo e isotrópico, entonces necesitamos al menos 10 frecuencias.

Esto es debatido en la tesis doctoral de Gladden [13], ya que según la experiencia de su laboratorio, el mínimo serían 3 veces la cantidad de frecuencias necesarias por parámetro independiente si se trabaja en un buen análisis. Tomando esto en cuenta, para este ejemplo

mediremos 2 constantes elásticas con 13 frecuencias, lo que nos deja tranquilamente en ambos márgenes. Sin embargo, en el transcurso de este trabajo se observó que las primeras 2 frecuencias son difíciles de medir adecuadamente, ya sea por amplitud o bien el bajo valor de Q , lo que se debe a que son las frecuencias que más fuertemente dependen del acoplamiento mecánico, esto es conocido y se encuentra bien documentado en el libro de A. Migliori [16]. Aún así, es necesario mencionar que estamos en el rango estipulado para lograr un buen ajuste de datos.

El código directo fue facilitado por R. Schwarz (o puede ser bajado de internet del sitio de Los Alamos National Laboratory ²) y a continuación vemos un esquema de los datos que deben ingresarse al archivo `rusin.dat` para realizar el cálculo directo visto en la sección 2.4.1.

```
Isotropic aluminum (alloy 110), parallelepiped
2 0 14 13 22.43 1.00 1.00 0 0 0 0 0 0 0 0
1.09 0.26
1.7011 0.9998 4.901
```

En la primera línea se comenta el material a calcular y su geometría para recordar en el archivo estos datos. La segunda línea contiene el número de parámetros a considerar, en este caso, 2 constantes elásticas, el 0 es un número que podría indicar si se varían además las dimensiones, pero en este caso no será así. A continuación se especifica el número del polinomio, $N=14$, como vimos en la sección 2.4.1, y el número 13 indica la cantidad de frecuencias que se pide calcular; si este valor es inicializado 0, entonces el programa calcula el código inverso que será revisado en la sección 3.3.3. El dato que sigue es la masa en gramos, seguido de números de control del programa. Los dos números que continúan en la línea que sigue son valores encontrados en la literatura de las constantes elásticas en unidades de 10^{11} Pa, por supuesto, que es necesario usar la información más precisa para obtener las frecuencias de resonancia más cercanas a las reales. La cuarta línea contiene las dimensiones del paralelepípedo en centímetros. El resultado que entrega el programa se encuentra en la tabla 3.3 y es una guía para buscar las frecuencias de resonancia dentro de ese rango.

²página web: <http://www.magnet.fsu.edu/inhousersearch/rus/index.html>

N	Frec. teo.(MHz)
1	0.019528
2	0.025965
3	0.028263
4	0.045547
5	0.051779
6	0.052305
7	0.056948
8	0.075362
9	0.077549
10	0.086586
11	0.097550
12	0.101039
13	0.103161

Tabla 3.3: Resultado del código directo para la muestra 3 con 13 frecuencias, con datos de archivo `rusin.dat`.

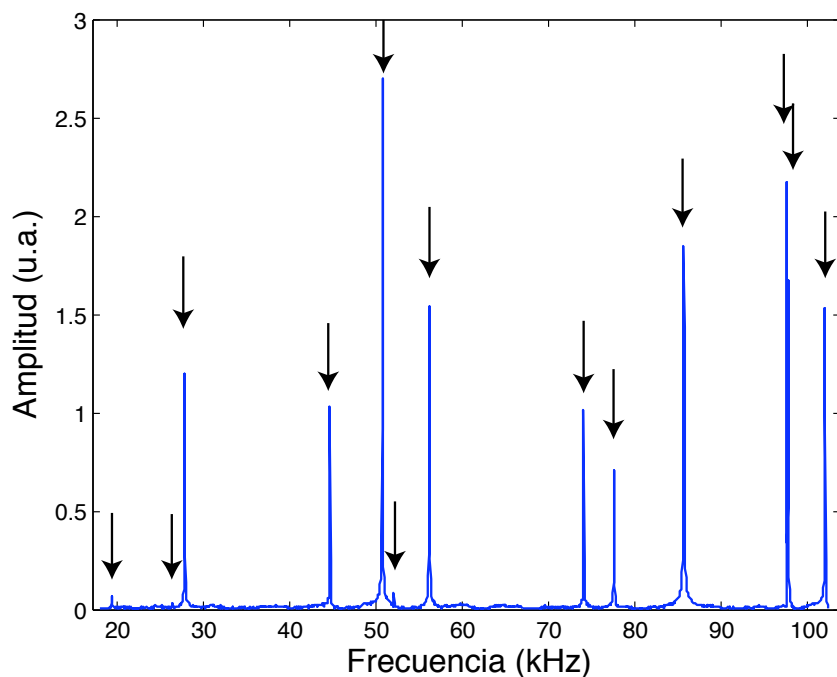


Figura 3.7: Espectro completo de una medición RUS con 13 frecuencias a modo de referencia, la primera está alrededor de los 19 kHz y la última en 102 kHz. Algunas frecuencias tienen amplitudes muy bajas, por lo que no todas son visibles.

Para la medición de estas frecuencias utilizaremos el primer montaje experimental explicado en la sección 3.2. Existe una restricción instrumental en el analizador de espectros cuya frecuencia de corte está en los 102,4 kHz. Esto nos hace medir 13 frecuencias debido a que el primer modo de resonancia para el aluminio AL1100 está en ~ 19 kHz, y los siguientes hasta

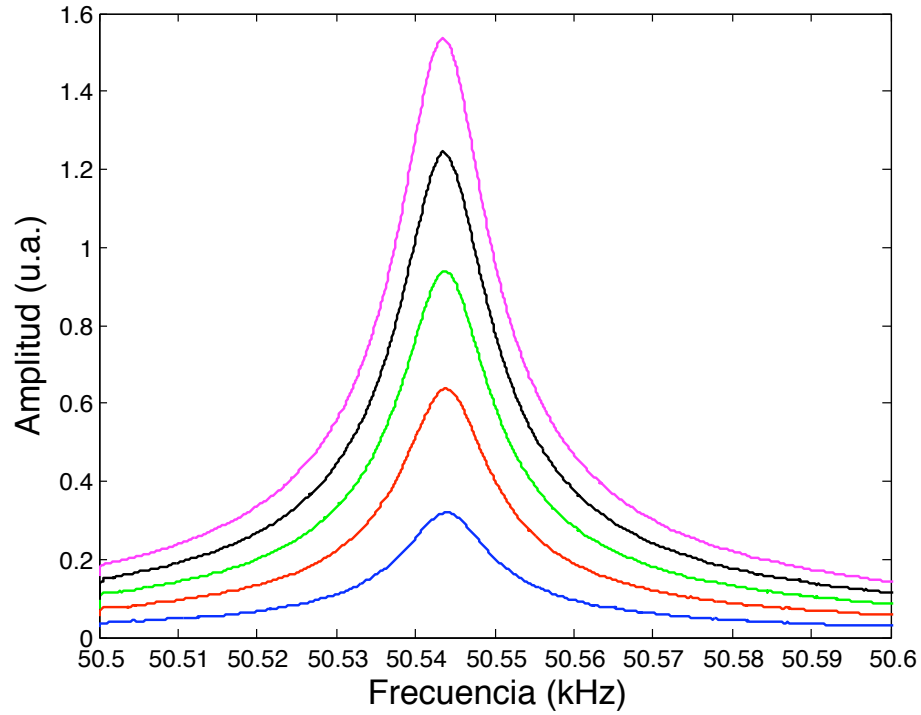


Figura 3.8: Adquisición de datos para frecuencia centrada en 50.543 kHz con 5 aumentos en amplitud en pasos de 0,01 V.

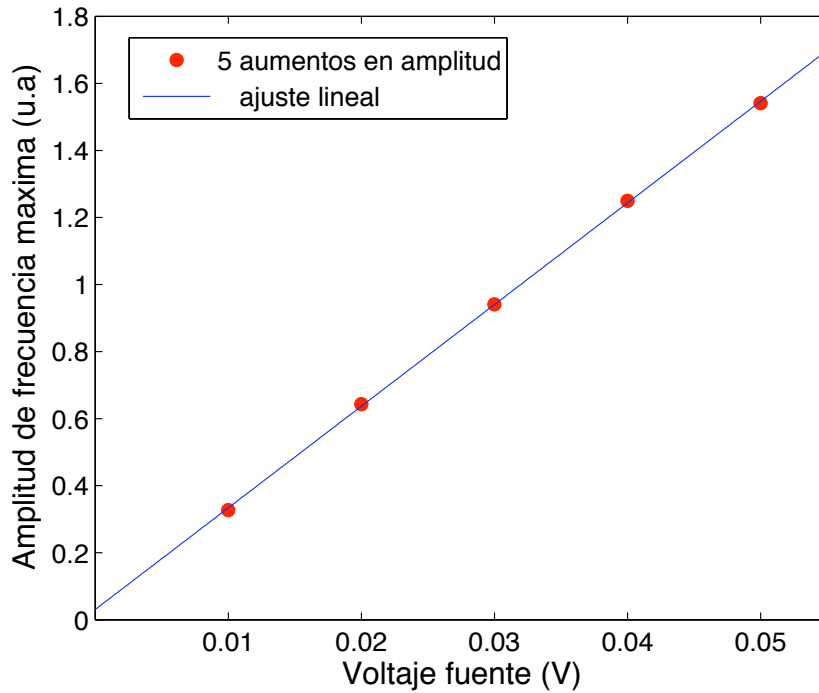


Figura 3.9: Ajuste lineal ($y = mx + b$) de la respuesta en máximo de amplitud versus voltaje de la fuente con una pendiente ajustada de $m = 0,30 \pm 0,01$, intersección $b = 0,03 \pm 0,02$ y parámetro $R^2 = 0,9998$.

102,4 kHz son 12 más. Se puede ver como referencia un espectro completo en la figura 3.7, el cual corresponde a un típico espectro RUS.

El programa hecho en Labview no toma datos de espectro completo como en la figura 3.7 sino que busca cada frecuencia y registra cada una entre un rango de ± 50 Hz con 1000 puntos de resolución. Para cada medición aumenta el voltaje 5 veces en pasos que van desde los 0.1 V para las primeras 2 frecuencias hasta 0.005 V para las más altas, para así obtener un promedio y asegurarse de que nos encontramos en el régimen lineal, es decir, que el aumento de este voltaje es proporcional al aumento en la amplitud. Se verificó esto último para cada frecuencia realizando un ajuste lineal como el de la figura 3.9 revisando que $R^2 \approx 1$ para cada una. Previamente se suaviza la curva con la función de suavización `smooth` en Matlab y gráficamente lo que hace es lo que se ve en la figura 3.8, ya que por cada aumento se registran los datos de frecuencia. Esto se realiza para las 13 frecuencias y para 5 posicionamientos distintos por cada muestra.

En el ajuste de la figura 3.9 la recta no interseca en cero, si no que $b = 0,03 \pm 0,02$, lo que se debe a que éste es el ruido de fondo, que al ser pequeño sugiere una aceptable razón señal - ruido.

3.3.2. Atenuación y factor de calidad

Es importante en este punto mencionar sobre los posibles factores que atenúan la onda en la muestra o bien, la pérdida de energía que existe entre la salida del primer transductor y el sensor de presión. Las fuentes que disipan la energía de la onda emitida son varias, como por ejemplo la atenuación debido a interacciones fonón-fonón o con electrones, o pérdidas debido a la superficie del material o deformaciones en la red cristalina. Según Gladden [13] la principal es debido al ambiente, ya que radiación acústica se pierde hacia el aire y en los soportes del montaje por acoplamiento mecánico. Para demostrar que la disipación es pequeña en nuestro montaje, analicémos la siguiente ecuación extraída de la tesis doctoral de Gladden [13]

$$S(f) = a_0 + a_1 f + a_2 f^2 + A \frac{(f/f_0) \cos \phi + (1 - (f/f_0)^2) Q \sin \phi}{(f/f_0)^2 + (1 - (f/f_0)^2)^2 Q^2}. \quad (3.1)$$

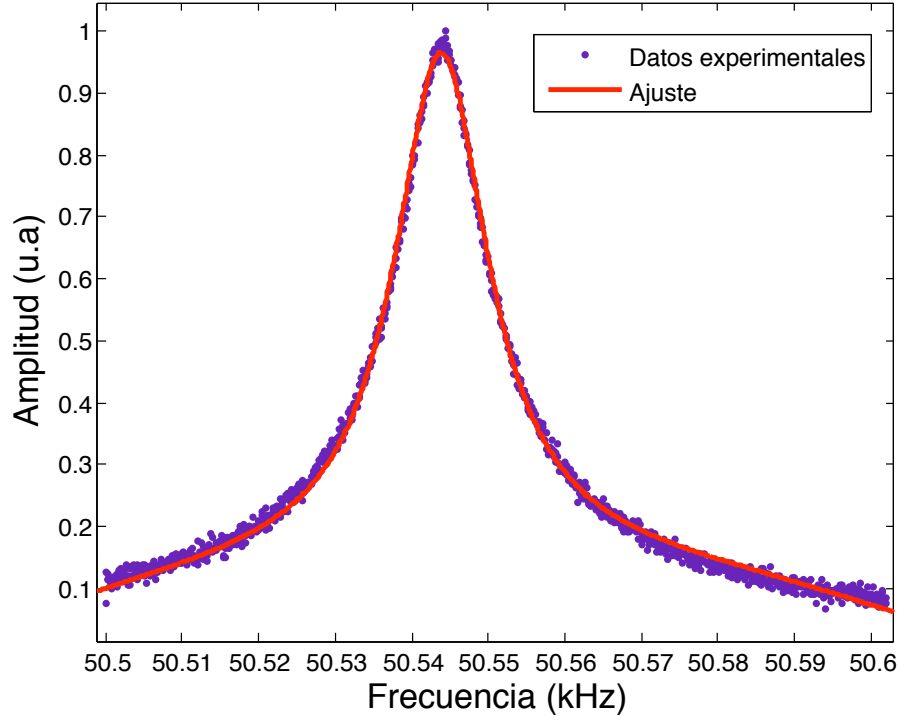


Figura 3.10: Ajuste con la ecuación (3.1) para datos de frecuencia máxima $f_{max} = 50,54447$ kHz con amplitud $A = 0,817 \pm 0,004$, $Q = 3396 \pm 30$, $\phi = 0,02 \pm 0,01$, $f_0 = 50,5440 \pm 0,0001$ kHz y parámetro $R^2 = 0,9975$.

Ésta describe una curva de ajuste tipo lorentziana, que para los datos experimentales utilizados en esta demostración, ajusta a una frecuencia $f_0 = 50,5440 \pm 0,0001$ kHz como se ve en la figura 3.10 con valores tomados sin suavizar previamente. Los primeros 3 términos del polinomio son para ajustar el ruido de fondo, A es la amplitud de la curva, f_0 es la frecuencia de resonancia, Q es el factor de calidad y ϕ es el factor de fase de la interferencia existente entre el ruido y la señal de la muestra.

El resultado de este ajuste entrega $Q = 3396 \pm 30$, que es un factor de calidad alto, una amplitud $A = 0,817 \pm 0,004$, y un $\phi = 0,02 \pm 0,01$; notemos que si $\phi = 0$ se recupera una fórmula similar al de una curva lorentziana. El alto valor de Q implica baja disipación y, por ende, bajo acoplamiento mecánico. Queda de manifiesto al comparar los valores de f_0 y f_{max} que es la frecuencia máxima de los datos ajustados en la figura 3.10, lo que resulta en

$$\left| \frac{f_0 - f_{max}}{f_0} \right| \approx 10^{-5} \ll 1 ,$$

por lo que se puede obtener la frecuencia de resonancia como el valor máximo de los datos

en frecuencia, sin la necesidad de realizar este ajuste cada vez, debido a que se cumple el modelo mecánico explicado en 2.1, es decir la disipación $\rightarrow 0$.

3.3.3. Determinación de las constantes elásticas

Obtenido el promedio de los máximos en frecuencia, se digítan los datos al código inverso, que en apariencia es igual a lo ingresado al código directo, pero ahora se agrega en el archivo las frecuencias experimentales en MHz y se cambia el número 13 de la segunda línea que indica calcular 13 frecuencias en código directo por un 0 que indica realizar el cálculo inverso. A continuación se muestra el archivo `rusin.dat` ingresado al código con las frecuencias experimentales en MHz junto con un parámetro 0 de seguridad y el peso w_i asignado a cada una, que de ser 1 significa que la toma en consideración ya que podría ser 0, lo que excluye a esa frecuencia del cálculo. El resultado que entrega el código esta en la tabla 3.4.

Isotropic aluminum (alloy 110), parallelepiped

2 0 14 0 22.43 1.00 1.00 0 0 0 0 0 0 0 0 0

1.09 0.26

1.7011 0.9998 4.901

0.019528 0 1

0.025965 0 1

0.028263 0 1

0.045547 0 1

0.051779 0 1

0.052305 0 1

0.056948 0 1

0.075362 0 1

0.077549 0 1

0.086586 0 1

0.097550 0 1

0.101039 0 1

0.103161 0 1

N	Frec. exp.(MHz)	Frec. teo.(MHz)	% err	w_i
1	0.019528	0.018987	-1.54	1
2	0.025965	0.026134	-1.46	1
3	0.028263	0.027559	-0.61	1
4	0.045547	0.044495	-0.20	1
5	0.051779	0.050940	0.78	1
6	0.052305	0.052041	-0.26	1
7	0.056948	0.056029	-0.19	1
8	0.075362	0.074043	0.09	1
9	0.077549	0.077738	0.08	1
10	0.086586	0.085632	-0.1	1
11	0.097550	0.097810	0.52	1
12	0.101039	0.099891	1.96	1
13	0.103161	0.102703	0.83	1

Tabla 3.4: Resultado del código inverso para la muestra 3 con 13 frecuencias con los datos ingresados en `rusin.dat`.

En la tabla 3.4 se aprecia un error mayor entre las frecuencias experimentales y las predicciones teóricas de las 2 primeras, lo cual reafirma lo dicho anteriormente en la sección 3.3.1. Una explicación es que se debe al peso sobre el montaje, siendo estas frecuencias las más sensibles a la carga, pero esta cualidad parece ser independiente del montaje, tipo de muestra o transductores utilizados observándose en la mayoría de los datos de ajuste en RUS, como se explica en [16]. Para mejorar el ajuste, puede escribirse en el archivo un peso 0 ($w_i = 0$) en las frecuencias que presenten un error grande, típicamente sobre 1%.

Para este ejemplo el código inverso, explicado en la sección 2.4.2, obtuvo como constantes elásticas $C_{11} = (0,80 \pm 0,02) \cdot 10^{11}$ Pa y $C_{44} = (0,273 \pm 0,001) \cdot 10^{11}$ Pa, con un bulk modulus de $K = (0,44 \pm 0,01) \cdot 10^{11}$ Pa.

Capítulo 4

Resultados y Análisis

Se han revisado los principios teóricos y las bases para una adecuada adquisición de datos, por lo que en este capítulo se presentarán los resultados obtenidos con la técnica RUS utilizando lo ya expuesto. La simetría más simple de asumir en un material es isotropía y homogeneidad, por lo que es la primera opción para trabajar con las muestras de aluminio, pero debido al resultado de una pobre comparación de la constante elástica C_{11} con el valor en la literatura es necesario indagar más.

Las discusiones con R. Schwarz, y el artículo escrito por él [22] y demás investigadores ([15], [26], [27]), fueron de gran utilidad para encaminarnos hacia una idea más plausible. El proceso de extrusión puede crear muestras con simetría transversalmente isótropa a causa de un alargamiento en los granos en una dirección, lo que sería similar para todas las muestras. Esta simetría ha sido revisada en la sección 2.2.2 y el único cambio que impone es calcular 5 constantes elásticas en el cálculo inverso, lo cual a su vez obliga tener más medidas experimentales de frecuencias de resonancias para tener una aceptable minimización en el programa, según Migliori [16] discutido anteriormente.

En este capítulo se corroborará esta tesis al comparar los resultados obtenidos con las diferentes simetrías y las superficies de χ^2 calculadas donde se pueden observar los mínimos locales del cálculo directo para ambas. Sin embargo, la disminución de los valores medios de la velocidad transversal a medida que incrementa la densidad de dislocaciones se obtiene independientemente con ambas simetrías.

4.1. Asumiendo simetría isótropa

En la sección 3.3.3 se revisó detalladamente los pasos realizados para obtener las constantes elásticas del código inverso, junto con calcular un ejemplo, pero lo que no se mencionó fue que para obtener un valor final de las constantes elásticas, se realiza una estadística. Esto consiste en tener 5 posiciones medidas para cada muestra, y cada una es independientemente calculada en el código, para luego promediar los resultados y propagar los errores para obtener el resultado final de las constantes.

Esta estadística da buenos resultados en un comienzo, pero a lo largo del trabajo se fue volviendo evidente que el método RUS es sensible a los valores semilla entregados al código inverso como primera adivinanza, por lo que es necesario realizar un estudio más acucioso de esto. Para estos efectos se realizó un código en `Matlab` que varía la semilla entregada al código inverso en un 5% o 10%, además de variar la masa de la muestra en su error, dado que también se tienen registros que influye considerablemente en los resultados.

En la tabla 4.1 se muestran los resultados de variar las semillas en $\pm 5\%$ con respecto a C_{11} y C_{44} reportado por Ogi [28], las que son $C_{11} = 1,0926 \cdot 10^{11}$ Pa y $C_{44} = 0,2672 \cdot 10^{11}$ Pa. La cantidad de combinaciones posibles son $135 = 5 \cdot 3^3$, dado que se calculan 3 valores para C_{11} que son ($C_{11} - 5\%$, C_{11} , $C_{11} + 5\%$), 3 para C_{44} ($C_{44} - 5\%$, C_{44} , $C_{44} + 5\%$) y se varía la masa en 3 valores distintos, el pesado experimentalmente y \pm su error, es decir ($m - 0,01$, m , $m + 0,01$), esto da 27 combinaciones posibles, número que debe ser multiplicado por 5 debido a que se tienen 5 posiciones distintas para cada muestra. Esto es lo que amplía bastante la estadística y reduce el error de las constantes elásticas.

El resultado que muestra la tabla 4.1 es un bajo valor de C_{11} comparado con la literatura revisada, como el valor mostrado en el párrafo anterior de Ogi *et al.* para una aleación de aluminio policristalino sin especificar o como en el libro de *Physics of Waves* [29] que reportan un valor de $C_{11} = 1,0931 \cdot 10^{11}$ Pa; mientras que el valor de C_{44} de la muestra original se encuentra mejor comparado con el valor $C_{44} = 0,265 \cdot 10^{11}$ Pa, aunque es más cercano al reportado por Ogi. Se puede concluir que los modos de resonancia que involucran al módulo de cizalle ($\mu = C_{44}$) están mejor determinados por RUS, o bien las frecuencias medidas dependen más fuertemente de éste.

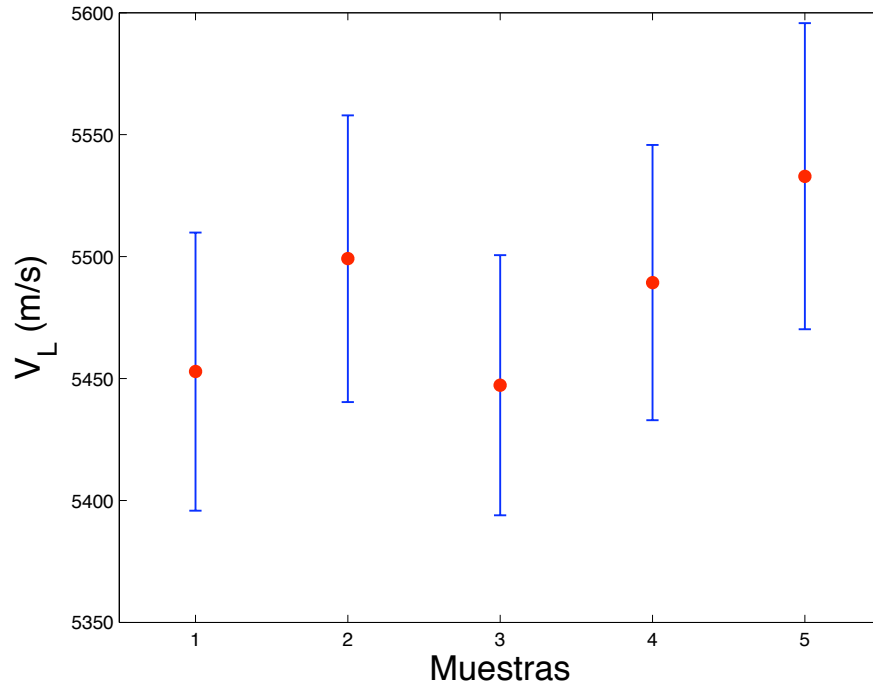
Parámetro	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
	Recocido 400°C/10 hrs	Recocido 400°C/5 hrs	Original	Laminado 33 %	Laminado 43 %
C_{11} (10^{11} Pa)	$0,80 \pm 0,02$	$0,81 \pm 0,02$	$0,80 \pm 0,02$	$0,81 \pm 0,02$	$0,82 \pm 0,02$
C_{44} (10^{11} Pa)	$0,273 \pm 0,001$	$0,272 \pm 0,001$	$0,272 \pm 0,001$	$0,270 \pm 0,001$	$0,269 \pm 0,001$
V_L (m/s)	5453 ± 57	5499 ± 59	5447 ± 53	5489 ± 56	5533 ± 63
V_T (m/s)	3186 ± 6	3181 ± 6	3183 ± 6	3168 ± 6	3164 ± 6

Tabla 4.1: Las constantes elásticas y la velocidad transversal y longitudinal de las muestras de aluminio asumiendo simetría isotrópica con sus respectivos errores. El cálculo es realizado con la variación del 10 % de las semillas de Ogi *et al.*

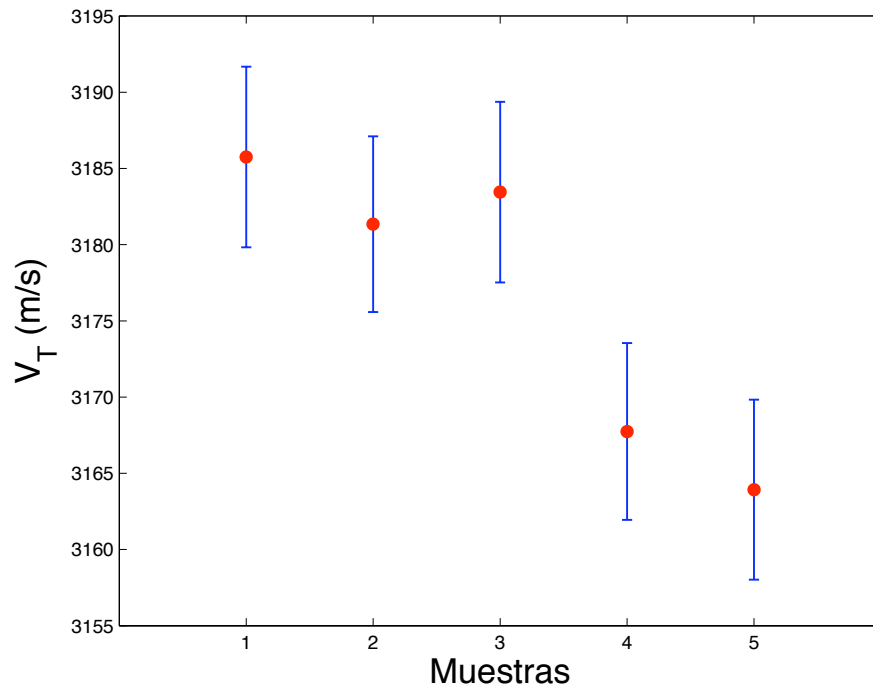
Debido a que las frecuencias de resonancia dependen más fuertemente de los modos de cizalle de un paralelepípedo, lo que se observa también en la tabla 4.1 en el menor error asociado a C_{44} , los resultados que esperamos obtener de un descenso en las velocidades del sonido a mayor densidad de dislocaciones puede ser observada solamente con los datos de ésta constante elástica. Las velocidades longitudinal y transversal están graficadas en la figura 4.1, donde se puede observar una clara disminución del valor de la velocidad transversal a medida que crece la densidad de dislocaciones, mientras que no es posible identificar una clara tendencia de la velocidad longitudinal debido al error.

Hasta ahora no hemos analizado el bulk modulus que es linealmente proporcional a C_{11} , ya que al reemplazar C_{12} obtenemos $K = C_{11} - 4/3C_{44}$, por lo que existe una correlación directa entre ambos. En la figura 4.2 podemos ver que éste es independiente de los módulos de cizalle, sin observarse tendencia alguna. Por esto podemos inferir que el bulk modulus no presenta mayor información física sobre el bajo valor de C_{11} , ya que permanece constante dentro del error de la medida. El error del bulk modulus se debe al gran error de C_{11} , pero de todas formas este valor debe ser constante, como se ha demostrado previamente y como aparece documentado por R. Schwarz *et al.* [14].

Los resultados de la figura 4.1(b) están de acuerdo con la teoría planteada por A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra y F. Lund [6, 7, 8, 9], detallada en el artículo del apéndice C. Si bien esto es satisfactorio, el valor de C_{11} no concuerda con los valores vistos en múltiples artículos, como se ha discutido anteriormente mostrando algunos valores de C_{11} encontrados, por lo que es necesario explicar este comportamiento o bien idear una nueva hipótesis.



(a) Velocidad longitudinal



(b) Velocidad transversal

Figura 4.1: Velocidad longitudinal y transversal versus muestras de aluminio en supuesto orden creciente de densidad de dislocaciones para 13 frecuencias de resonancia con simetría isótropa.

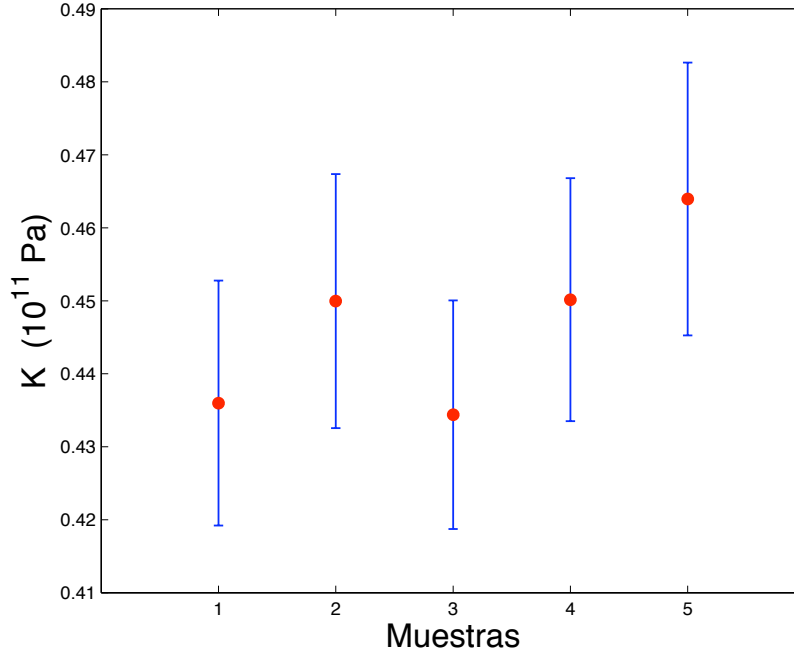
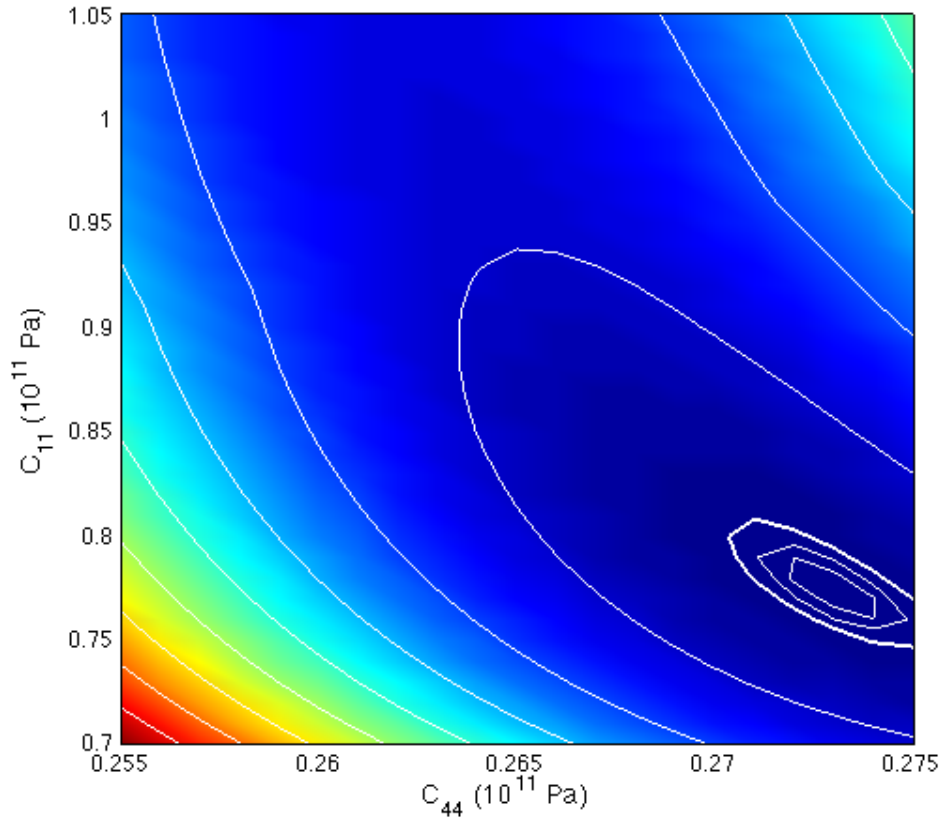


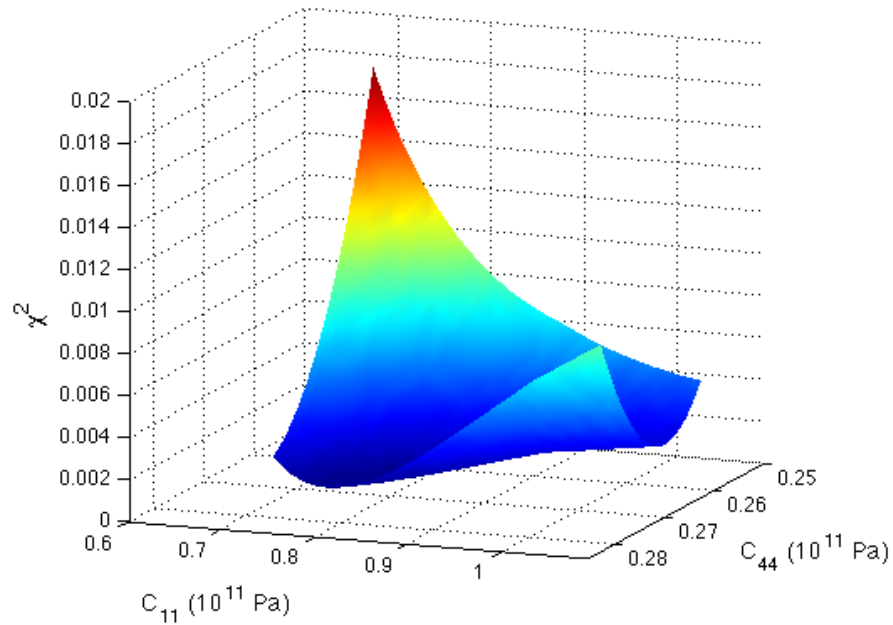
Figura 4.2: Bulk modulus versus muestras de aluminio en orden creciente de densidad de dislocaciones para los datos en la tabla 4.1 con 13 frecuencias de resonancia y simetría isotrópica.

Una posible explicación es la mala identificación de modos de resonancia, ya que se analizaron algunas frecuencias de resonancia para las cuales se vieron cruces. Por lo cual, se calculó el programa inverso con peso $w_i = 0$ para las frecuencias cruzadas, y si bien mejora los valores, esta solución nos hace eliminar 2 pares de frecuencias y las 2 primeras debido a la fuerza de contacto, con lo cual no tenemos un conjunto aceptable para realizar el cálculo con 2 variables independientes. Este razonamiento es complicado de manejar debido a que no conocemos los modos, cuánto afecta realmente su cruce, y que la cantidad a eliminar es totalmente subjetiva.

Al realizar la variación de semilla quedó en evidencia que RUS es sensible al valor inicial entregado de constantes elásticas, por lo que otro planteamiento para revisar nuevamente es si estamos realmente consiguiendo un mínimo global con el cálculo inverso. Para comprobar lo que esta realizando el código, se realizó un programa que usando los valores de dimensiones, masa y frecuencias de resonancia medidas de alguna de las 5 muestras, calcula el código directo registrando todos los valores de χ^2 para un barrido en las constantes elásticas C_{11} y C_{44} dentro de cierto margen. Es decir, utilizando los datos de la muestra original de aluminio,



(a) Proyección horizontal de superficie χ^2



(b) Superficie de χ^2 en 3D

Figura 4.3: Gráficos de χ^2 con datos de 13 frecuencias de resonancia para la muestra original. En (a) se presenta una proyección horizontal del gráfico en (b), que es la superficie completa de χ^2 .

se variaron las constantes elásticas en un rango determinado para los parámetros conocidos y en cada par de constantes elásticas distinto, se registra el valor de χ^2 , que hemos definido como

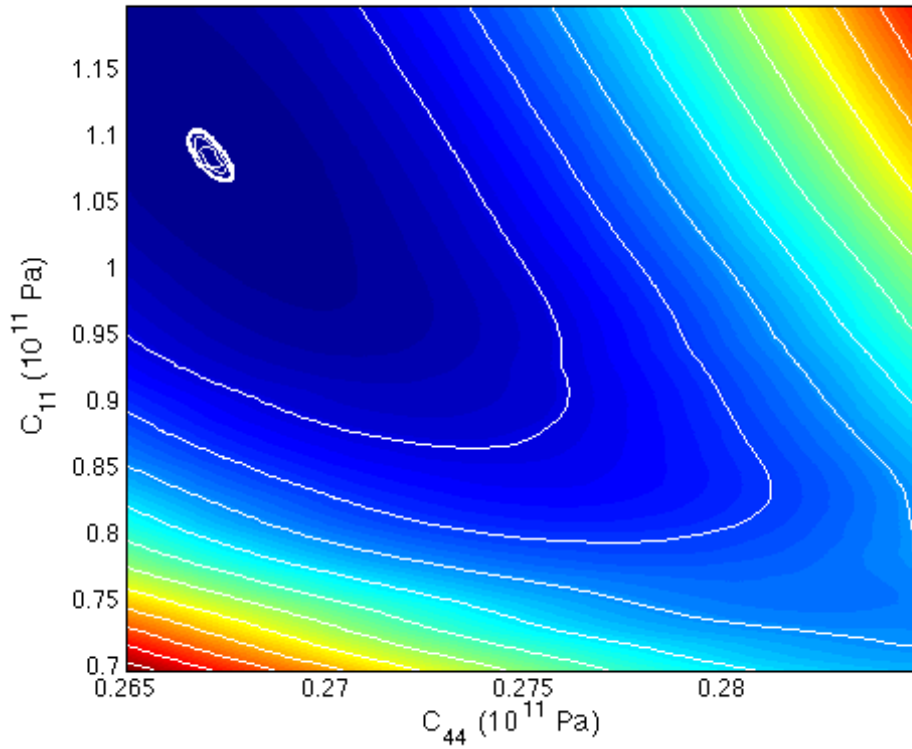
$$\chi^2 = \sum \left(\frac{f_{teo} - f_{exp}}{f_{exp}} \right)^2,$$

con f_{teo} las frecuencias calculadas por el código directo y f_{exp} las medidas experimentalmente. Esta definición es análoga a la ecuación (2.25) vista en el capítulo 2.4.2.

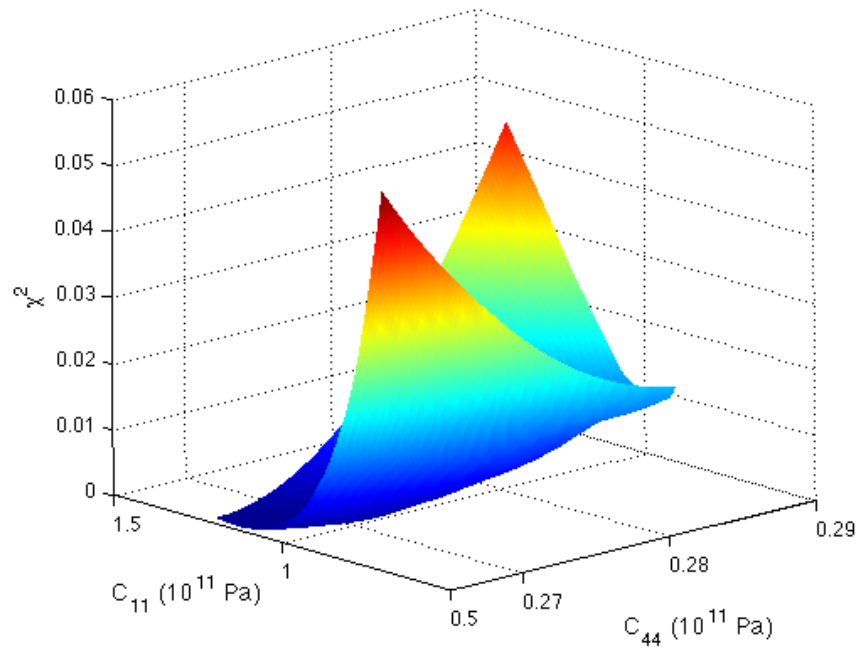
El resultado son las figuras 4.3, donde 4.3(a) es la proyección horizontal de la superficie χ^2 , figura 4.3(b), para identificar mejor el mínimo para las combinaciones entre C_{11} y C_{44} . En 4.3(a) se pueden observar curvas de nivel, siendo las realmente importantes las más cercanas al mínimo encontrado en la superficie χ^2 completa. El mínimo se encuentra para $C_{11} = 0,77 \cdot 10^{11}$ Pa y $C_{44} = 0,273 \cdot 10^{11}$ Pa, por lo que la primera curva de nivel representa a los puntos cercanos en un 2%, la segunda la variación del mínimo en un 5% y la tercera, y línea más gruesa, corresponde a un 10% de variación de éste mínimo. El valor del mínimo se encuentra por debajo a lo tabulado en 4.1, pero esto se debe a que esta superficie es calculada para una sola muestra y una sola posición, por lo que no es suficiente como para concluir nada sobre la convergencia. Este resultado comprueba que existe un mínimo local menor para C_{11} de lo que debiera obtenerse según lo visto en la literatura.

Se calcularon igualmente las superficies de χ^2 con los parámetros de los datos de Ogi *et al.*, como forma de comparación con las superficies obtenidas en nuestro experimento. Se utilizaron los parámetros de Ogi [28], como la densidad, dimensiones geométricas y las 42 frecuencias de resonancia experimentales que reportan. Esto se realiza pensando en los aceptables valores de C_{11} con su cálculo inverso, aunque estamos conscientes de que es una aleación de aluminio que puede no ser igual a la nuestra.

Los gráficos se encuentran en las figuras 4.4, y resalta a primera vista el acotado rango de las curvas de nivel en 4.4(a), que están hechas de la misma forma que las de las figuras 4.3, por lo que la línea más gruesa corresponde a una variación del 10% del mínimo valor encontrado, y las interiores son los puntos más cercanos a la variación del 5% y 2% del mínimo local. Como se ha escrito anteriormente, el mínimo se encuentra en $C_{11} = 1,09 \cdot 10^{11}$ Pa y



(a) Proyección horizontal de la superficie χ^2



(b) Superficie de χ^2 en 3D

Figura 4.4: Gráficos de χ^2 para parámetros reportados por Ogi *et al.* con 42 frecuencias de resonancia. Se aprecia en (a) un contorno más reducido para los valores de constantes elásticas.

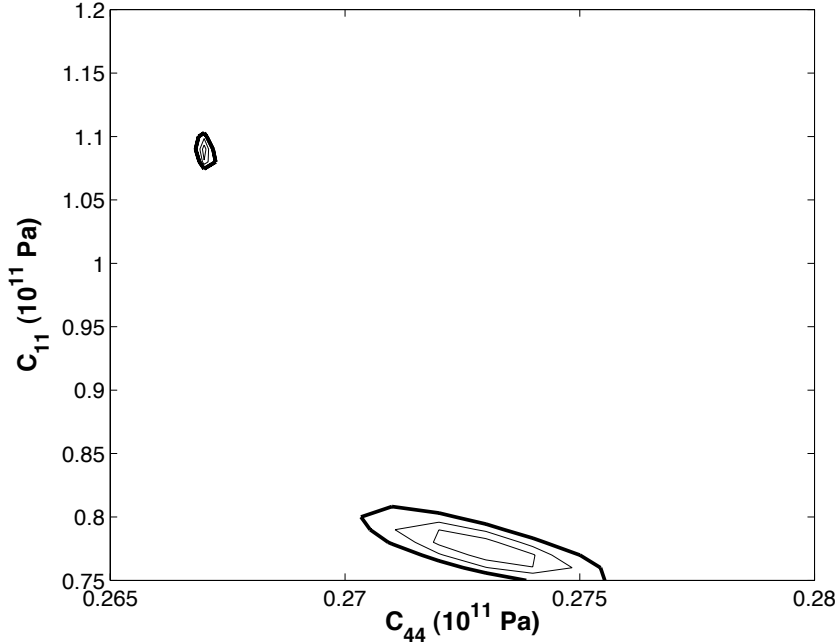


Figura 4.5: Curvas de iso-superficies de 2%, 5% y 10% mayores del mínimo de χ^2 para los datos de 13 frecuencias asumiendo simetría isotrópica y los datos de Ogi *et al.* con 42 frecuencias.

$C_{44} = 0,267 \cdot 10^{11}$ Pa, lo que corrobora la notable distancia a la cual se encuentra nuestro valor de C_{11} y la mejor determinación del mínimo que logran los datos de Ogi *et al.*, ya que se aprecia un punto específico como mínimo. A modo de comparación, se grafican las iso-superficies cercanas al mínimo de χ^2 en la figura 4.5, donde se aprecia la distancia entre ambos, así como la mejor precisión de los datos de Ogi. Este resultado puede ser producto de que poseen más del triple de frecuencias de resonancia para poder ajustar.

Se mencionaron los distintos montajes en la sección 3.2, para esta simetría se utilizó el Analizador de Espectros, por lo que el montaje es el que aparece en la figura 3.5. En este montaje podemos medir únicamente 13 frecuencias de resonancia, por lo que podemos tener un mal ajuste de los datos debido a este hecho, ya que es relevante en el cálculo tener un número de datos elevado para ajustar correctamente la ecuación de χ^2 , o bien como se mencionó anteriormente, podríamos tener modos de resonancia cambiados. Esta idea parece razonable si se toma en cuenta que las figuras 4.4 fueron realizadas para los parámetros de Ogi con 42 frecuencias de resonancia, por lo que es entendible porqué nuestros datos con 13 frecuencias obtuvo peores resultados. Por esta razón es imperativo aumentar el número de

frecuencias medidas, por lo que se utiliza el montaje de la figura 3.6 para la posterior sección.

4.2. Asumiendo simetría transversalmente isótropa

Como se mencionó en la introducción a este capítulo, gracias a las discusiones con R. Schwarz se comenzó a trabajar en asumir que las muestras de aluminio tienen simetría transversalmente isótropa debido al proceso de extrusión con el que fueron fabricadas. Para comprobar esta hipótesis, se realizarán verificaciones utilizando el código inverso, así como se definirán parámetros de anisotropía antes de calcular el código inverso con 5 constantes elásticas; como se mostró en la sección 2.2.2 para simetría hexagonal.

4.2.1. Verificación de simetría hexagonal

Podemos realizar una certificación *a priori* para demostrar que poseemos una simetría hexagonal, la que consiste en alternar los valores de las dimensiones geométricas del paralelepípedo en el cálculo inverso. Si las muestras poseen simetría hexagonal, entonces se debería observar que al cambiar las dimensiones en el plano isótropo, que son las direcciones d_1 y d_2 , el resultado permanece igual en cuanto a su error. Esto es precisamente lo que ocurre y se aprecia en la tabla 4.2, el mismo resultado de error RMS de 0,387 % para ambos. Si se alterna cualquiera de estas 2 dimensiones por la tercera, el error se incrementa a 1,014 %, lo que es totalmente lógico, ya que d_3 es la dimensión en la que se encontrarían los granos alargados. El error RMS es el promedio cuadrático medio del error porcentual de cada frecuencia entregado por el programa inverso, que se relaciona con χ^2 de la forma $\text{error RMS} = \sqrt{(\chi^2 \cdot 100^2)/N}$.

Si se calcula con el orden correcto de d_1 , d_2 y d_3 , pero con 2 constantes elásticas, es decir, asumiendo simetría isótropa, el error es mayor al calculado con simetría hexagonal, que es el primer valor de la tabla 4.2, y resulta ser $\chi_{iso}^2 = 1,0622$ %. Ahora, si se reduce paulatinamente el valor de las constantes elásticas, el error χ^2 va aumentando levemente, pero a su vez, el valor de C_{11} va disminuyendo, volviendo a ser sensible al valor semilla inicial si se baja de $C_{11} = 1,0 \cdot 10^{11}$ Pa, por lo que no sólo entrega valores menores a lo encontrado en la literatura, sino que además deja de ser reproducible, convergiendo aleatoriamente a distintos valores.

Orden dimensiones	error RMS
$d_1 d_2 d_3$	0.3873 %
$d_2 d_1 d_3$	0.3873 %
$d_1 d_3 d_2$	1.0141 %
$d_3 d_1 d_2$	1.0141 %
$d_2 d_3 d_1$	0.4698 %
$d_3 d_2 d_1$	0.4698 %

Tabla 4.2: Error RMS debido al cambio de orden realizado de las dimensiones del paralelepípedo en el cálculo inverso.

Esta prueba demuestra la preferencia de los datos por la simetría hexagonal.

4.2.2. Constantes elásticas obtenidas

Las medidas realizadas asumiendo simetría transversalmente isótropa fueron tomadas con el segundo montaje RUS que aparece en la figura 3.6, con el cual podemos llegar a un rango de frecuencias más amplio, pero que por razones de tiempo se realizó para una única posición por muestra con 26 a 30 frecuencias dependiendo de la cantidad captada para cada una, ya que no todas las frecuencias son detectables. Los resultados de las 5 constantes por muestra se encuentran en la tabla 4.3, donde el error ya no es producto de promediar estadísticamente, sino que es una estimación sobre cuánto varía cada constante elástica en la iso-superficie de χ^2 igual al mínimo más el 2 %, lo cual es calculado por el programa inverso. Como ejemplo, en el caso isótropo esta iso-superficie corresponde a la elipse más cercana entorno al mínimo que se presenta en la figura 4.3(a). Este procedimiento se encuentra detallado en el libro de A. Migliori [16].

De la tabla 4.3 notamos inmediatamente que ha aumentado el valor de C_{11} en $\approx 0,3 \cdot 10^{11}$ Pa, o sea a $C_{11} \sim 1,1 \cdot 10^{11}$ Pa, que son valores más cercanos a los encontrados en la literatura. El valor de C_{44} permanece prácticamente igual, reafirmando la fuerte dependencia de ésta constante elástica con los modos de resonancia. En comparación con la tabla 4.1, el error asociado a C_{11} aumentó al doble, lo cual puede deberse a que éstos datos no tienen un tratamiento de errores debido a una estadística como en el caso isótropo. Aunque es importante destacar que aún así el error de C_{44} disminuyó en un orden de magnitud. Si bien estos datos parecen ser satisfactorios, existe una forma de probar la anisotropía en un material si se conocen las

Parámetro	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
	Recocido 400°C/10 hrs	Recocido 400°C/5 hrs	Original	Laminado 33 %	Laminado 43 %
C_{11} (10^{11} Pa)	$1,10 \pm 0,04$	$1,12 \pm 0,04$	$1,11 \pm 0,05$	$1,19 \pm 0,04$	$1,14 \pm 0,03$
C_{33} (10^{11} Pa)	$1,12 \pm 0,03$	$1,14 \pm 0,03$	$1,13 \pm 0,03$	$1,17 \pm 0,03$	$1,14 \pm 0,03$
C_{23} (10^{11} Pa)	$0,61 \pm 0,03$	$0,63 \pm 0,03$	$0,62 \pm 0,04$	$0,68 \pm 0,04$	$0,64 \pm 0,03$
C_{12} (10^{11} Pa)	$0,59 \pm 0,04$	$0,60 \pm 0,04$	$0,60 \pm 0,05$	$0,69 \pm 0,04$	$0,62 \pm 0,03$
C_{44} (10^{11} Pa)	$0,2745 \pm 0,0002$	$0,2728 \pm 0,0002$	$0,2738 \pm 0,0002$	$0,2712 \pm 0,0002$	$0,2697 \pm 0,0001$

Tabla 4.3: Resultado de las 5 constantes elásticas de la simetría hexagonal con ≈ 30 frecuencias de resonancia por muestra con los errores obtenidos de χ^2 .

constantes elásticas.

4.2.3. Parámetros anisotrópicos

En el artículo de P. S. Spoor y J. D. Maynard [30], así como en la tesis de Spoor [23], se plantea un parámetro ε como sigue

$$\varepsilon = 1 - \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}},$$

el cual cuantifica el grado de anisotropía, por lo que si las muestras tienen simetría isótropa, el parámetro ε será igual a cero. La definición dada por ellos fue hecha para comparar una simetría cúbica con la isótropa, por lo que para nuestra simetría hexagonal, podemos definir otros 2 parámetros como sigue,

$$\varepsilon' = 1 - \frac{C_{11}}{C_{33}} \quad \text{y}$$

$$\varepsilon'' = 1 - \frac{C_{44}}{C_{66}}.$$

El cálculo de estos parámetros se encuentra tabulado en la tabla 4.4, donde vemos que ε y ε' no pueden diferenciarse de cero debido al error que poseen, mientras que ε'' es el parámetro del que mejor se puede concluir una anisotropía debido al bajo error en él. Por lo que ε'' es

Parámetro	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
ε	$-0,1 \pm 0,1$	$-0,1 \pm 0,1$	$-0,1 \pm 0,2$	$-0,1 \pm 0,1$	$-0,04 \pm 0,08$
ε'	$0,02 \pm 0,04$	$0,02 \pm 0,04$	$0,02 \pm 0,05$	$-0,02 \pm 0,04$	$0,01 \pm 0,04$
ε''	$-0,056 \pm 0,008$	$-0,045 \pm 0,008$	$-0,065 \pm 0,008$	$-0,072 \pm 0,004$	$-0,054 \pm 0,004$

Tabla 4.4: Parámetros anisotrópicos para las 5 muestras de aluminio utilizando los datos de las constantes elásticas con simetría hexagonal, tabla 4.3.

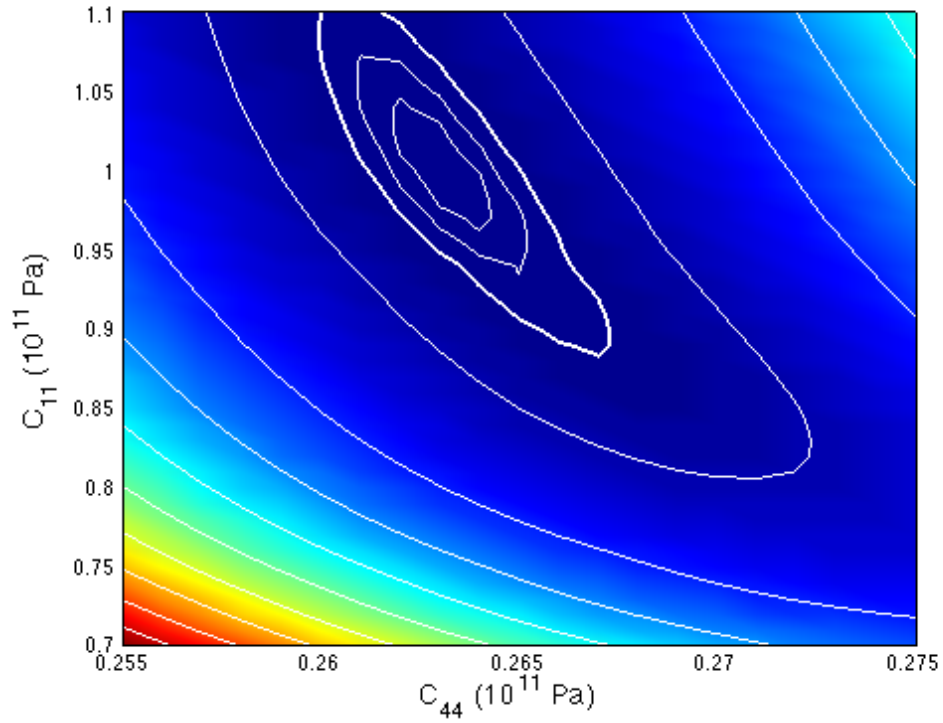
indicativo que las muestras tienen un grado de anisotropía, aunque si bien, no existe ningún parámetro igual a cero, los números de ε , ε' , y ε'' son bastante pequeños como para decir que la simetría hexagonal se diferencia de la isotropa levemente para las muestras de aluminio.

4.2.4. Comparación de superficies χ^2 para ambas simetrías

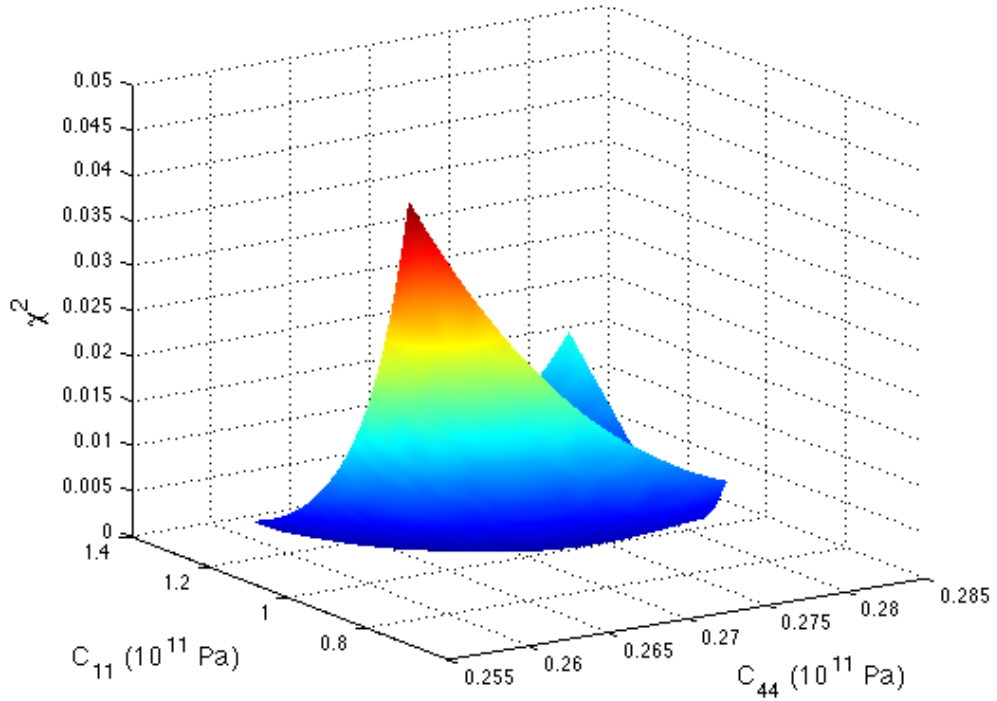
Para corroborar que tenemos un conjunto de constantes elásticas mejor determinadas por el cálculo inverso, se realizó nuevamente una comprobación graficando la superficie de mínimos de χ^2 usando los parámetros de la muestra de aluminio original con sus 30 frecuencias medidas y con un barrido en los valores semilla del cálculo. Como forma de comparación entre las simetrías isotropa y transversalmente isotropa, se calcularon las superficies para ambas, es decir, asumiendo una simetría se variaron las constantes elásticas con los parámetros de la muestra original con 30 frecuencias de resonancia.

El primer par de gráficos, las figuras 4.6, se realizaron con el mismo cálculo que se observó anteriormente en la sección 4.1, pero utilizando las 30 frecuencias de resonancia obtenidas experimentalmente. El resultado de la figura 4.6(a) muestra explícitamente una mejora en la determinación del mínimo local en comparación con la expuesta en la figura 4.3. Así mismo, se acerca mejor a la superficie de parámetros con datos de Ogi *et al.* de la figura 4.4, ya que el rango de valores para las constantes elásticas C_{11} y C_{44} están más cercanos a los estipulados por la literatura. Esto confirma la mejora en el ajuste del cálculo inverso que se logra sólo con introducir más frecuencias de resonancia. Sin embargo, no se aprecia un rango de curvas de nivel tan acotado como en Ogi *et al.* cerca del mínimo, como se observa en la figura 4.8.

Para realizar los gráficos de las figuras 4.7, se deben dejar 3 constantes elásticas invariantes en el cálculo, para hacer un barrido únicamente con las que nos interesan, por lo que se escogió

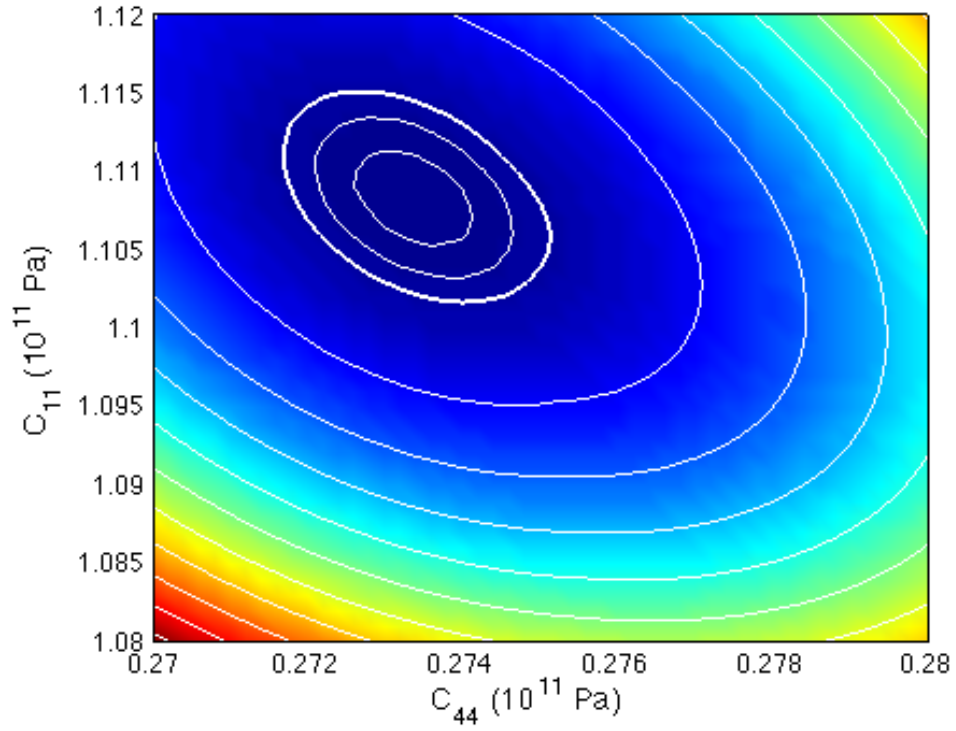


(a) Proyección horizontal de la superficie χ^2

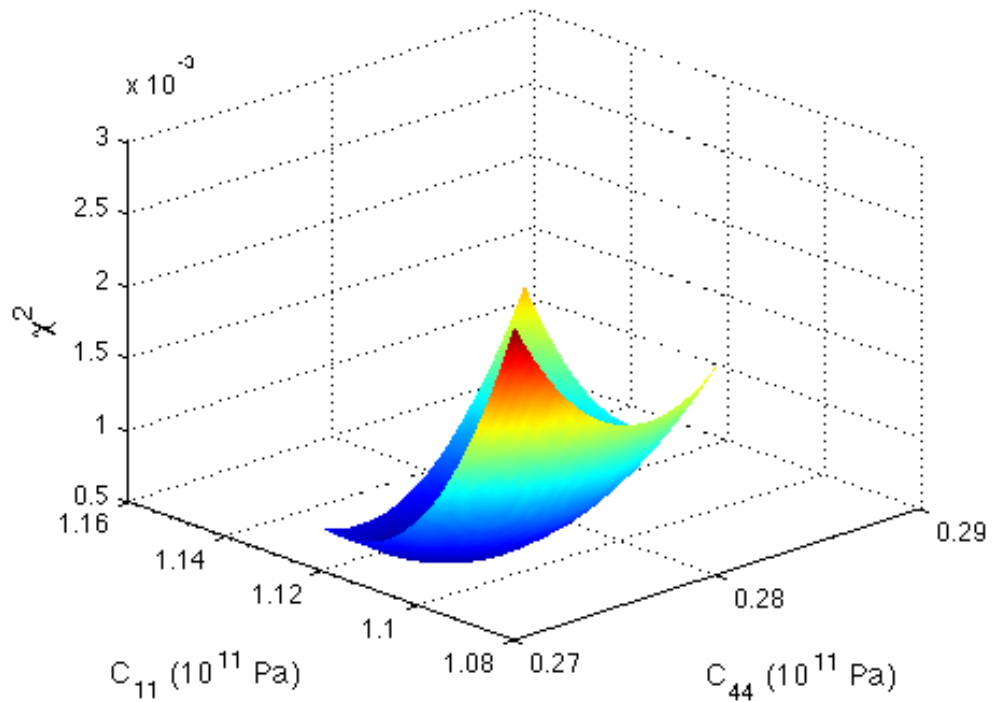


(b) Superficie de χ^2

Figura 4.6: Superficie de χ^2 para datos con 30 frecuencias de resonancia asumiendo simetría isotrópica para la muestra original.



(a) Proyección horizontal de la superficie χ^2



(b) Superficie de χ^2

Figura 4.7: Superficie de χ^2 para datos con 30 frecuencias de resonancia asumiendo simetría transversalmente isótropa para la muestra original.

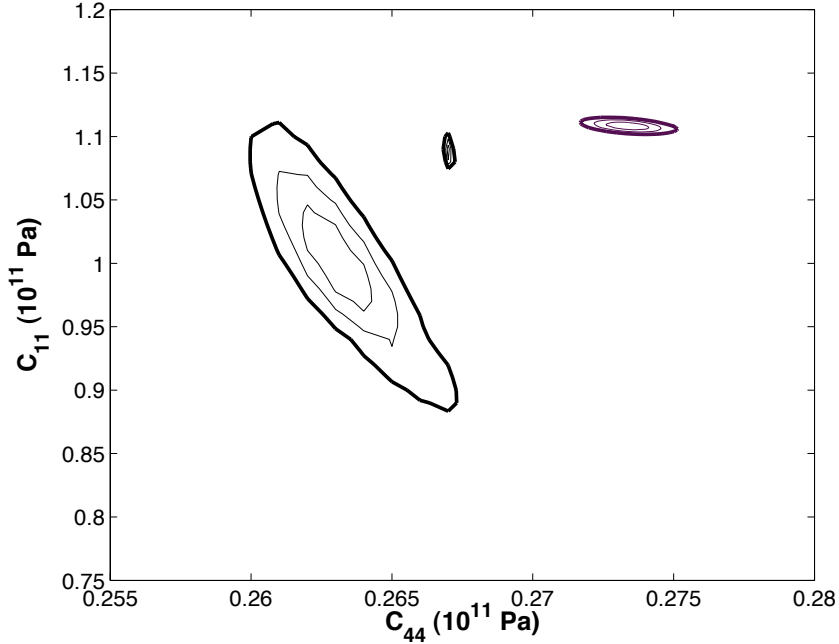


Figura 4.8: Curvas de iso-superficie de 2 %, 5 % y 10 % sobre el mínimo de χ^2 (de izquierda a derecha) de los datos de 30 frecuencias asumiendo simetría isotrópica, los datos de Ogi *et al.* y los obtenidos con 30 frecuencias asumiendo simetría transversalmente isotrópica.

un rango de valores para C_{11} y C_{44} , y se dejaron constantes los valores de C_{33} , C_{23} , y C_{12} . En la figura 4.7(a) notamos que ha aumentado más el valor de C_{11} con respecto a la figura 4.6(a), pero vemos que este valor es más representativo de lo que se obtuvo como valores C_{11} para las 5 muestras de aluminio que se encuentran en la tabla 4.3. Graficando estos resultados en la misma figura, se puede observar cualitativamente el cambio entre los mínimos que estamos mencionando. Vemos en la figura 4.8 que si bien el aumento de frecuencias mejora el valor de la constante elástica C_{11} , su rango de determinación del mínimo local es amplio en comparación con los otros resultados. Si comparamos las curvas de nivel de Ogi *et al.* con las obtenidas asumiendo simetría transversalmente isotrópica, el valor del mínimo se encuentra mejor acotado dentro de las curvas de 2 %, 5 % y 10 %, además de tener valores de C_{11} más cercanos.

Es importante destacar que los resultados con simetría transversalmente isotrópica y mayor número de frecuencias son totalmente reproducibles en el programa, ya que al variar los valores semilla o iniciales para las constantes elásticas en el código inverso en menos de un 10 % del valor final calculado, el resultado no varía. Este comportamiento se puede atribuir a

Parámetro	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
	Recocido 400°C/10 hrs	Recocido 400°C/5 hrs	Original	Laminado 33 %	Laminado 43 %
V_L (m/s)	6410 ± 111	6458 ± 102	6429 ± 140	6662 ± 112	6504 ± 90
V_T (m/s)	3195 ± 2	3186 ± 2	3190 ± 2	3176 ± 3	3168 ± 2

Tabla 4.5: Valores de la velocidad longitudinal y transversal obtenidas con los datos de las constantes elásticas de la tabla 4.3 con sus respectivos errores.

la correcta determinación de la simetría hexagonal del material, siendo de suma importancia el hecho que el programa sea lo más independiente posible de los valores adivinanza entregados.

4.3. Velocidades del sonido con simetría hexagonal

Se han realizado diversas comprobaciones entre la simetría isotrópica y la hexagonal, algunas pruebas son más determinantes que otras, por lo que en esta sección planteamos los resultados obtenidos dando por hecho que las muestras tienen simetría transversalmente isotrópica.

Los resultados para las constantes elásticas mostradas en la tabla 4.3, muestran un valor de C_{11} que se acerca mejor a los valores encontrados en la literatura, aunque el error asociado a la constante se ha incrementado al doble. Esto puede atribuirse a que los datos han sido calculados con una única toma de datos. A su vez, los valores de C_{44} también se comparan mejor, además de que su error ha disminuido en un orden de magnitud comparado a los resultados con simetría isotrópica. Debido a esto, los resultados con más frecuencias mejora notablemente el error en la velocidad transversal.

Utilizando los valores de las constantes elásticas de la tabla 4.3, se obtienen las velocidades longitudinal y transversal que se presentan en la tabla 4.5. El cálculo de las velocidades se realiza con las ecuaciones del apéndice A, es decir, asumiendo simetría isotrópica debido a que los parámetros de anisotropía son muy cercanos a cero. De este modo se pueden comparar nuestros resultados con la teoría elaborada por A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra y F. Lund [6, 7, 8, 9]. El error de la velocidad longitudinal se incrementó al doble, lo cual se debe a que no se ha realizado una estadística como en el caso de la simetría isotrópica; mientras que el

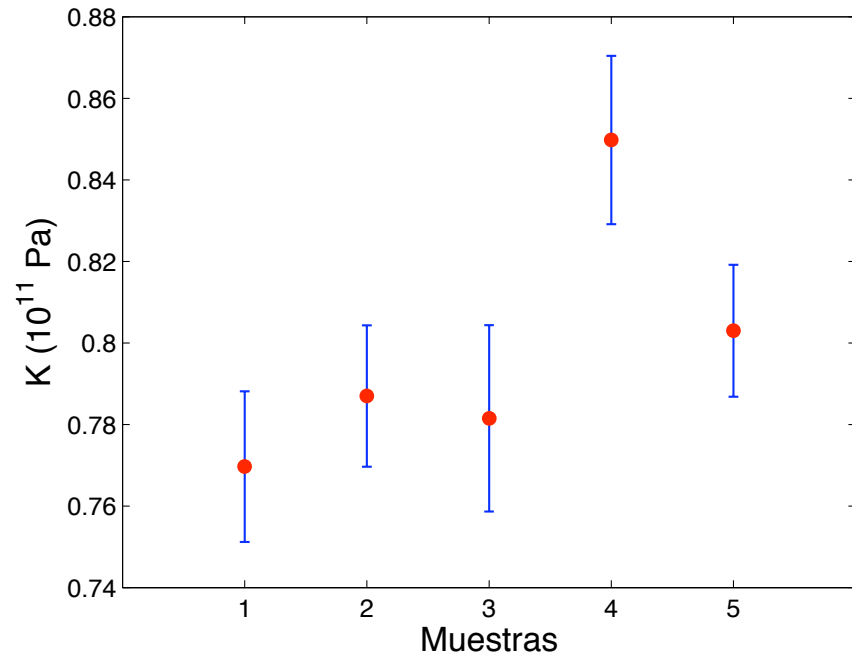
error de la velocidad transversal es tres veces menor al caso de simetría isotrópica.

Como forma de comparación con la teoría planteada en el artículo del apéndice C, el resultado de γ que se obtiene con los datos de la tabla 4.5 son todos mayores a 1, según se revisó en la motivación de este trabajo. Para todas las muestras la razón de V_L/V_T da aproximadamente $\gamma \sim 2$.

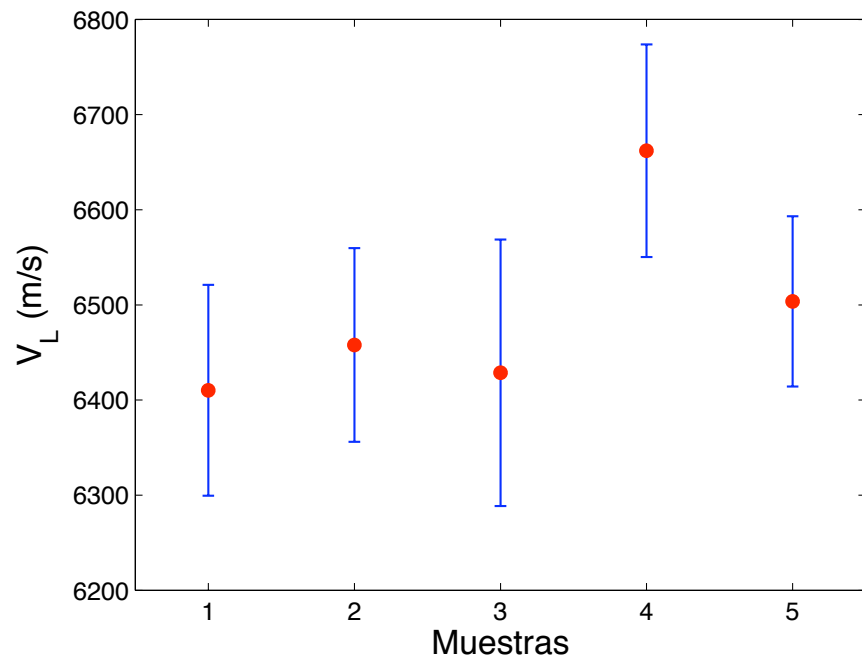
En la figura 4.9 se encuentran graficados los valores para el bulk modulus y la velocidad longitudinal, donde se puede apreciar visualmente una clara correlación, pero donde no se pudo identificar una tendencia a disminuir su valor a medida que se incrementa la densidad de dislocaciones dentro del error que poseen. Atribuimos este resultado a que los modos de resonancia para el paralelepípedo y muestras que tenemos no dependen tan fuertemente de la constante elástica C_{11} , como si se ve una sensibilidad a los modos de cizalle.

El resultado de la velocidad transversal se encuentra graficado en la figura 4.10, donde sí se puede apreciar una disminución a medida que incrementa la densidad de dislocaciones, al igual como se vió en la sección anterior, por lo que se repite el resultado. Esta consistencia es determinante para pensar que este comportamiento es intrínseco de los materiales, pero la correcta asunción de simetría hexagonal permite caracterizar constantes elásticas con valores más parecidos a los expuestos en la literatura. Sin embargo, existe un traslape entre las muestras 2 y 3, al igual como se vio en la tabla 3.1 y en la figura 3.2 en el capítulo anterior en la sección 3.1.1, por lo que es absolutamente necesario efectuar mejores medidas de la densidad de dislocaciones de las muestras. Por ejemplo, las muestras 2 y 3 pueden ser muy parecidas en densidad de dislocaciones ya que una es la muestra recocida por el menor tiempo y la otra es la original, por lo que su determinación y error debe ser sumamente preciso.

Debemos recordar que las medidas de TEM entregan una densidad de superficie que no es necesariamente igual a la densidad teórica Λ . El primero, Λ_{TEM} , corresponde al inverso de una superficie que es calculado como el largo total de dislocaciones en una imagen TEM dividido por el volúmen de la muestra. El segundo, Λ , corresponde a un número de dislocaciones que cortan una superficie dada. Nuestro análisis asume $\Lambda_{\text{TEM}} \propto \Lambda$. Para poder comparar definitivamente nuestros datos con la predicción teórica necesitamos conocer L , la distancia promedio entre puntos de anclaje de una dislocación. Se espera que esta cantidad varíe poco



(a) Bulk modulus



(b) Velocidad longitudinal

Figura 4.9: El bulk modulus y la velocidad longitudinal con ≈ 30 frecuencias de resonancia. Ambos parámetros pueden tomarse como constantes debido al error, exceptuando por la muestra 4.

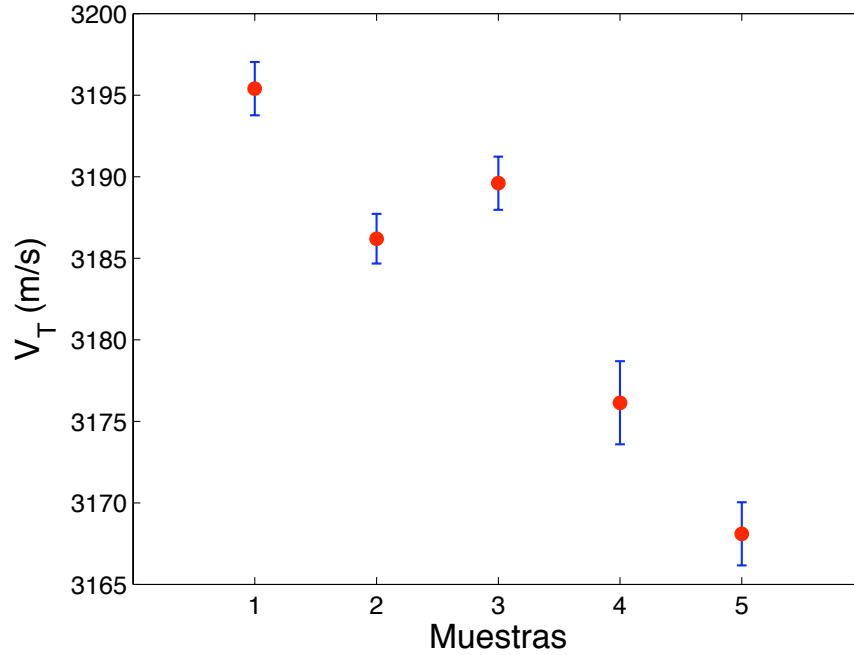
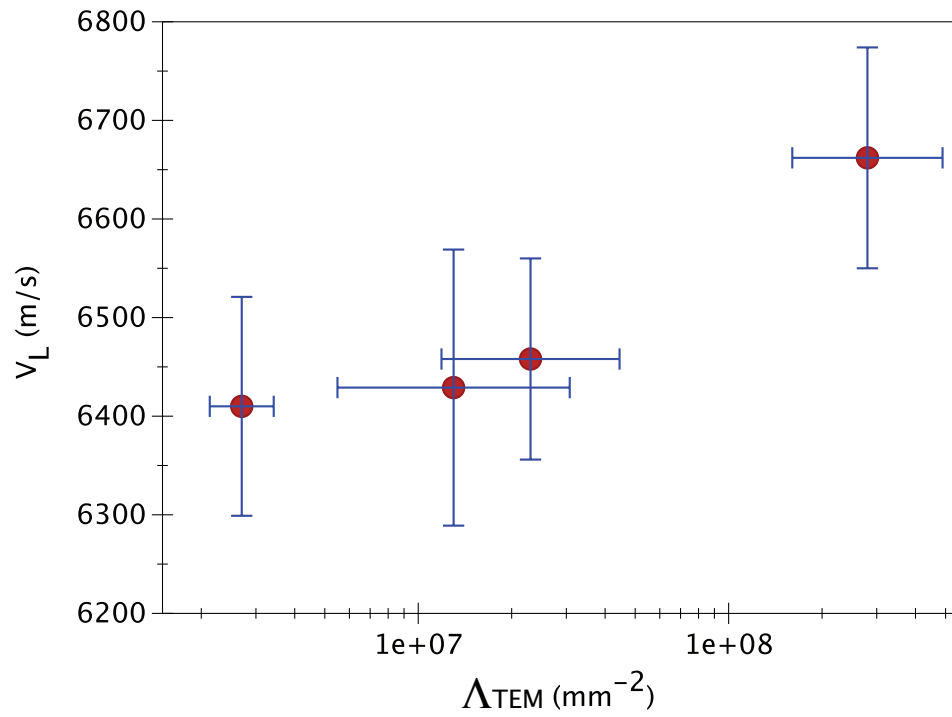


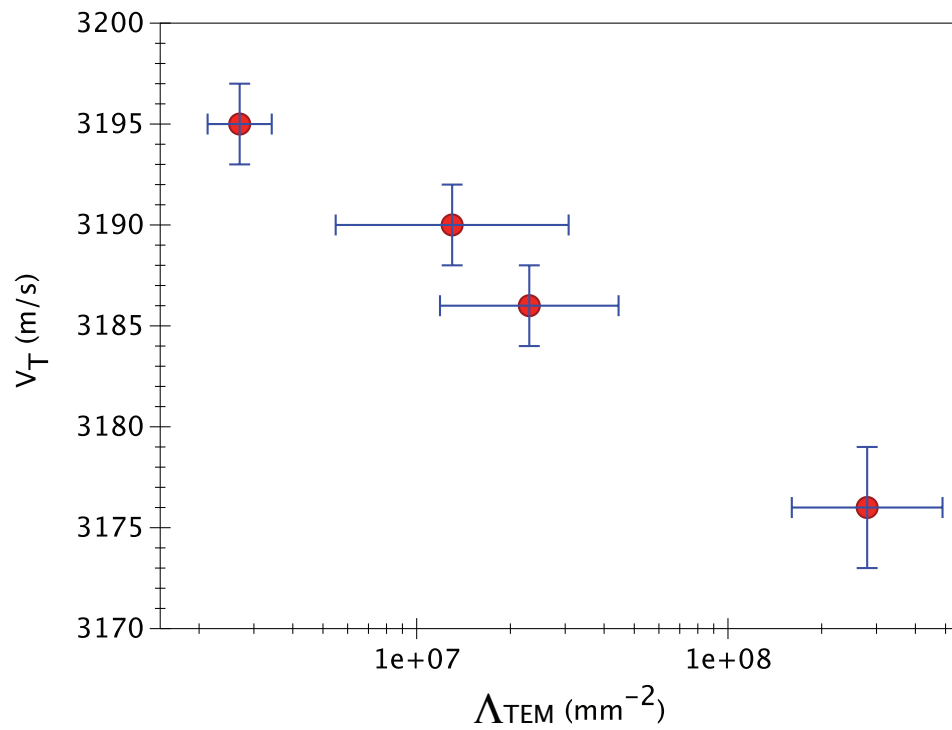
Figura 4.10: Velocidad transversal para ≈ 30 frecuencias de resonancia con tendencia a disminuir a medida que incrementa la densidad de dislocaciones.

entre las muestras, pero el traslape observado puede ser debido a un cambio en L entre la muestra original y las recocidas. En resumen, se espera poder verificar la correlación de V_T con respecto a ΛL^2 o a nL^3 en un futuro cercano. Aún así, podemos hablar de una tendencia a disminuir de los valores de V_T para las muestras aluminio en forma general.

Para visualizar realmente los gráficos a los que se desea llegar en un futuro cercano, se grafica en la figura 4.11 la densidad de dislocaciones que están medidas actualmente para 4 muestras de aluminio y que se especificaron en la tabla 3.1 con las velocidades del sonido obtenidas con simetría hexagonal. Nuevamente no es posible dilucidar un comportamiento de la velocidad longitudinal, pero sí de la velocidad transversal. En la figura 4.11(b) se observa una clara tendencia de la velocidad a disminuir a medida que se incrementa la densidad de dislocaciones.



(a)



(b)

Figura 4.11: Densidad de dislocaciones versus velocidades del sonido. En (a) no se observa comportamiento alguno, mientras que en (b), a pesar de los errores en la densidad de dislocaciones, puede identificarse una tendencia hacia la disminución a medida que crece la densidad de dislocaciones.

Capítulo 5

Conclusiones

El objetivo principal de esta tesis es el desarrollo de un protocolo experimental que permita medir de manera muy precisa las constantes elásticas en muestras de un mismo material pero que difieren significativamente en densidad de dislocaciones. En particular se planteó como objetivo la medida de velocidades del sonido con un error menor al 0,1 % en muestras de aluminio policristalino comercial 1100 que fueron preparadas con distintas densidades de dislocaciones con una diferencia de hasta dos órdenes de magnitud. Con este propósito en mente, se utilizó el método experimental llamado Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS), el cual es reportado como una técnica muy precisa bajo ciertas condiciones. Se prepararon entonces buenas muestras respecto a su forma geométrica, con el cuidado de que dos caras adyacentes o paralelas lo sean dentro de ciertos márgenes estipulados en la literatura, y también respecto a su homogeneidad. Además, se mejoró el montaje experimental RUS aislándolo de las vibraciones externas con una mesa especializada, y teniendo especial cuidado del pesaje utilizado como fuerza de contacto para minimizar el acoplamiento mecánico con las muestras. A su vez, se incrementó el número de frecuencias de resonancia medidas al incorporar al montaje una tarjeta de adquisición capaz de medir hasta una frecuencia mayor al logrado con el analizador de espectro. Esta mejora se volvió evidente al revisar que en la literatura se reporta la relación de tener cinco veces más frecuencias de resonancia por parámetro independiente, ya que a lo largo de este trabajo se debió aumentar la cantidad de parámetros necesarios en el cálculo inverso.

Una primera aproximación consiste en asumir que las muestras de aluminio poseen simetría isotrópica, lo cual entrega resultados acordes con lo reportado anteriormente para la constante C_{44} y no así para C_{11} , el cual es aproximadamente 25 % menor. Hay dos posibilida-

des para explicar esta discrepancia, ya sea el número de frecuencias medidas no es suficiente o el material es ligeramente anisótropo. En ambos casos se concluye que más frecuencias deben ser medidas. En forma adicional se corrobora que las frecuencias de resonancia son más sensibles al módulo de cizalle (que para un material isótropo es igual a C_{44}) ya que en el rango de frecuencias medido hay más resonancias que se correlacionan más con esta cantidad y no así con C_{11} . Esto indica que la precisión requerida es sólo posible para las medidas de velocidad transversal.

De manera de indagar más sobre las posibles causas del valor dispar de C_{11} , se realizaron cálculos de la superficie de la función objetivo χ^2 . Al comparar nuestros resultados con los obtenidos usando parámetros y frecuencias medidas por Ogi *et al.* se observa que la definición del mínimo puede ser mejorada midiendo más frecuencias de resonancia para cada muestra bajo estudio.

Una segunda etapa de esta tesis consiste entonces en medir más frecuencias de resonancia y en replantearse la simetría de las muestras, para lo cual se realizaron distintas pruebas preliminares. La primera es una verificación de la posible existencia de una simetría transversalmente isótropa. Para ello se cambia el orden de las dimensiones geométricas de las muestras en el programa inverso y se analiza el error RMS calculado. De esta forma se corrobora la sospecha de una anisotropía en las muestras, ya que al alternar los valores de las dos dimensiones perpendiculares con respecto a la dimensión en la cual se suponía que los granos se encontraban más alargados, el error permanece igual. Sin embargo, al cambiar la dimensión en cuya dirección se encuentra la anisotropía por cualquiera de las otras dimensiones isótropas al plano, el error aumenta considerablemente.

La segunda verificación corresponde a la definición de parámetros anisotrópicos, de los cuales puede inferirse un leve grado de anisotropía debido al parámetro ε'' que corresponde al valor con el menor error asociado. Los otros parámetros anisotrópicos presentan valores con errores mayores debido a que son directamente proporcionales a las constantes elásticas con los errores más grandes, a diferencia de ε'' el cual depende de las constantes elásticas que poseen los menores errores asociados.

De igual forma al caso isótropo, se presenta un análisis con respecto a las superficies de χ^2 considerando más frecuencias de resonancia, de donde se concluye una notable mejora.

En un primer caso se analiza la asunción de simetría isótropa donde se puede observar el desplazamiento del mínimo en el plano (C_{11}, C_{44}) hacia valores mejor relacionados a los estipulados por la literatura, lo que se debe a una mejor determinación debido al aumento en el número de frecuencias de resonancias experimentales. En un segundo caso, se asume simetría transversalmente isótropa para lo cual fue necesario variar únicamente dos constantes elásticas, fijando las otras tres, para poder visualizar una proyección de la superficie de cinco dimensiones. Nuevamente se puede determinar una mejora en los valores de las constantes elásticas. Se concluye entonces que debido a la ligera anisotropía ya demostrada que la mejor metodología experimental para nuestras muestras consiste en medir más frecuencias de resonancia y asumir la simetría transversalmente isótropa en los cálculos inversos.

En conclusión, se han determinado las velocidades longitudinal y transversal en función del número de las muestras, lo cual se piensa es en el orden creciente de la densidad de dislocaciones. Se observa una clara tendencia a disminuir para la velocidad transversal tal como se predice en la teoría de A. Maurel, V. Pagneux, F. Lund y F. Barra. Las medidas de velocidad longitudinal tienen errores mayores lo que no permite concluir respecto a su comportamiento. El bajo error en la velocidad transversal da como para suponer que de aumentar el número de posiciones medidas por muestra, el error de la velocidad longitudinal será menor al encontrado, pero posiblemente no suficiente para poder observar la tendencia esperada. Además, se presentan los gráficos de velocidad versus densidad de dislocaciones para las primeras cuatro muestras estudiadas. En el caso de la velocidad transversal es auspicioso pensar que de medirse la densidad de dislocaciones de la muestra con mayor número de dislocaciones, la tendencia hacia la disminución observada en la velocidad transversal será evidente.

El trabajo experimental a tratar en un futuro cercano es la medición de más posiciones para cada muestra de aluminio para obtener una estadística de los valores de velocidad longitudinal y transversal, donde esperamos se repita el comportamiento de la velocidad transversal, pero ésta tendrá un error menor. Es esperable dentro de un mediano plazo las mediciones de R. Espinoza de las cantidades n y L mediante el análisis de imágenes obtenidas con TEM, como también una mejor estadística en cuanto a imágenes analizadas para la obtención de la densidad de dislocaciones.

Otra línea de trabajo que queremos investigar con esta metodología es el estudio de la relación del factor de calidad de las resonancias, las cuales dependen de la atenuación acústica del material, con la densidad de dislocaciones. La idea central es que la atenuación es en parte debida al *scattering* de ondas elásticas por las dislocaciones, por lo que un cambio en su densidad debiese afectar los factores de calidad de las resonancias. Esto sería una nueva forma de caracterizar nuestras muestras actuales u otras futuras.

Otra perspectiva futura es el estudio del comportamiento no-lineal de las resonancias acústicas. Esto se debe a la observación durante este trabajo del corrimiento de los máximos de frecuencia a medida que se aumenta el voltaje aplicado al emisor ultrasónico. Las curvas de resonancia dejan de encontrarse en el régimen lineal, que corresponde a aumentar la amplitud de la misma manera que aumenta el voltaje dado, y dejan de ser curvas simétricas, desplazándose el máximo de cada resonancia hacia valores inferiores. El propósito sería encontrar un parámetro no-lineal que explique este corrimiento en función del voltaje aplicado y que dependa de la densidad de dislocaciones. Se espera que este parámetro sea más sensible a la densidad de dislocaciones.

Bibliografía

- [1] I. OHNO, *Free Vibration of a Rectangular Parallelepiped Crystal and its application to Determination of Elastic Constants of Orthorombic Crystals*, J. Phys. Earth **24**, 355–379 (1976).
- [2] H. DEMAREST, *Cube-Resonance Method to Determine the Elastic Constants of Solids*, J. Acoust. Soc. Am. **49**, 768–775 (1971).
- [3] Y. SUMINO, I. OHNO, y T. GOTO, *Measurement of Elastic Constants and Internal Frictions of Single-Crystal MgO by rectangular parallelepiped resonance*, J. Phys. Earth **24**, 263–273 (1976).
- [4] A. MIGLIORI, W. M. VISSCHER, S. E. BROWN, Z. FISK, S.-W. CHEONG, B. ALTEN, E. T. AHRENS, K. A. KUBAT-MARTIN, J. MAYNARD, Y. HUANG, D. R. KIRK, K. A. GILLIS, H. K. KIM, y M. H. W. CHAN, *Elastic constants and specific-heat measurements on single crystals of La₂CuO₄*, Physical Review B **41**, 2098–2102 (1990).
- [5] J. D. MAYNARD, *The use of piezoelectric film and ultrasound resonance to determine the complete elastic tensor in one measurement*, J. Acoust. Soc. Am. **91**, 1754–1762 (1992).
- [6] A. MAUREL, V. PAGNEUX, F. BARRA, y F. LUND, *Interaction between an elastic wave and a single pinned dislocation*, Physical Review B **72**, 174110 (2005).
- [7] A. MAUREL, V. PAGNEUX, F. BARRA, y F. LUND, *Wave propagation through a random array of pinned dislocations: Velocity change and attenuation in a generalized Granato and Lücke theory*, Physical Review B **72**, 174111 (2005).
- [8] A. MAUREL, V. PAGNEUX, F. BARRA, y F. LUND, *Multiple scattering from assemblies of dislocation walls in three dimensions. Application to propagation in poly-crystals*, J. Acoust. Soc. Am. **121**, 3418–3431 (2007).
- [9] A. MAUREL, V. PAGNEUX, F. BARRA, y F. LUND, *Interaction of a Surface Wave with a Dislocation*, Physical Review B **75**, 224112 (2007).
- [10] L. D. LANDAU y E. M. LIFSHITZ, *Theory of Elasticity*, Elsevier Butterworth-Heinemann, tercera edición, 1986.
- [11] V. LOUF, *Spectroscopie par resonance ultrason: recherche du spectre de frequences et des modes de vibrations*, Rapport de stage en entreprise, 2008.
- [12] R. H. RANDALL, *An introduction to acoustics*, Addison-Wesley Press, Inc., 1951.

- [13] J. R. GLADDEN, *Characterization of thin films and novel materials using Resonant Ultrasound Spectroscopy*, Tesis Doctoral, The Pennsylvania State University, 2003.
- [14] U. HARMS, O. JIN, y R. B. SCHWARZ, *Effect of plastic deformation on the elastic modulus and density of bulk amorphous Pd Ni Cu P*, *Journal of Non-Crystalline Solids* **317**, 200–205 (20003).
- [15] W. M. VISSCHER, A. MIGLIORI, T. M. BELL, y R. A. REINERT, *On the normal modes of free vibration of inhomogeneous and anisotropic elastic objects*, *J. Acoust. Soc. Am.* **90**, 2154–2162 (1991).
- [16] A. MIGLIORI y J. L. SARRAO, *Resonant Ultrasound Spectroscopy*, Wiley Interscience, 1997.
- [17] I. OHNO, *Rectangular Parallelepiped Resonance Method for Piezoelectric Crystals and Elastic Constants of Alpha-Quartz*, *Physics and Chemistry of Minerals* **17**, 371–378 (1990).
- [18] A. MIGLIORI, J. L. SARRAO, W. M. VISSCHER, T. M. BELL, M. LEI, Z. FISK, y R. G. LEISURE, *Resonant ultrasound spectroscopy techniques for measurements of the elastic moduli of solids*, *Physica B* **183**, 1–24 (1993).
- [19] W. H. PRESS, B. P. FLANNERY, S. A. TEUKOLSKY, y W. T. VETTERLING, *Numerical Recipes*, Cap. 15, Cambridge University Press, Cambridge, 1986.
- [20] A. CARU, *Caracterización acústica de materiales*, memoria de Ingeniería Acústica, Universidad Austral de Chile, 2006.
- [21] R. ESPINOZA, Informe de actividades, 2006.
- [22] R. B. SCHWARZ y J. F. VUORINEN, *Resonant ultrasound spectroscopy: applications, current status and limitations*, *Journal of Alloys and Compounds* **310**, 243–250 (2000).
- [23] P. S. SPOOR, *Elastic Properties of novel materials using PVDF film and Resonant Acoustic Spectroscopy*, Tesis Doctoral, The Pennsylvania State University, 1996.
- [24] A. JARA, *Caracterización acústica de diferentes muestras de aluminio*, 2007.
- [25] R. G. LEISURE y F. A. WILLIS, *Resonant ultrasound spectroscopy*, *J. Phys.: Condensed Matter* **9**, 6001–6029 (1997).
- [26] H. OGI, M. FUKUNAGA, M. HIRAO, y H. LEDBETTER, *Elastic constants, internal friction, and piezoelectric coefficient of paratellurite*, *Physical Review B* **69**, 024104 (2004).
- [27] H. OGI, N. NAKAMURA, y M. HIRAO, *Advanced resonant ultrasound spectroscopy for measuring anisotropic elastic constants of thin films*, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* **28**, 657–663 (2005).
- [28] H. OGI, K. SATO, T. ASADA, y M. HIRAO, *Complete mode identification for resonance ultrasound spectroscopy*, *J. Acoust. Soc. Am.* **112**, 2553–2557 (2002).

- [29] W. C. ELMORE y M. A. HEALD, *Physics of Waves*, Cap. 3, Dover, 1969.
- [30] P. S. SPOOR y J. D. MAYNARD, *Elastic isotropy and anisotropy in Quasicrystalline and Cubic AlCuLi*, Physical Review Letters **75**, 3462–3465 (1995).

Apéndice A

Relaciones usadas

Recordando lo visto en el capítulo 2.4 sobre las relaciones de las constantes elásticas, podemos escribir las ecuaciones para el módulo de Young y el cociente de Poisson como

$$E = \frac{\mu(3\lambda + 2\mu)}{\lambda + \mu} \quad , \quad \nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} \quad , \quad (\text{A.1})$$

o lo que es igual

$$\lambda = \frac{2\nu\mu}{1 - 2\nu} \quad , \quad \mu = \frac{E}{2(\nu + 1)} \quad . \quad (\text{A.2})$$

Así podemos relacionar más directamente estas cantidades con las constantes elásticas para un material isótropo, ya que $C_{11} = \lambda + 2\mu$ y $C_{44} = \mu$. Ahora con estos coeficientes las ecuaciones de la velocidad del sonido se relacionan con los coeficientes de Lamé como

$$\lambda = \rho(c_l^2 - 2c_t^2) \quad , \quad \mu = \rho c_t^2 \quad , \quad (\text{A.3})$$

donde c_l es la velocidad del sonido longitudinal en un sólido y c_t la velocidad transversal. Usando estas ecuaciones, llegamos a una relación directa entre las constantes elásticas y las velocidades

$$C_{11} = \rho c_l^2 \quad , \quad (\text{A.4})$$

$$C_{44} = \rho c_t^2 \quad . \quad (\text{A.5})$$

Apéndice B

Condiciones derivadas

Obtendremos la ecuación de ondas a través de argumentos de pequeñas perturbaciones. Para ello, hacemos variar en pequeñas cantidades el vector desplazamiento, de la manera $u_i \rightarrow u_i + \delta u_i$ y lo reemplazamos en el lagrangiano visto en (2.15) con las respectivas energías de (2.16).

$$L + \delta L = \int_V \left[\frac{1}{2} \sum_i \rho \omega^2 (u_i + \delta u_i)^2 - \sum_{ijkl} C_{ijkl} \frac{\partial(u_i + \delta u_i)}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right] dV \quad (\text{B.1})$$

Extremando la variación del lagrangiano ($\delta L = 0$) y dejando sólo los términos de primer orden en δu_i , llegamos a

$$\delta L = \int_V \left[\sum_i \rho \omega^2 u_i \delta u_i - \sum_{ijkl} C_{ijkl} \frac{\partial \delta u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right] dV \quad (\text{B.2})$$

y con una integración por partes obtenemos el siguiente resultado

$$\begin{aligned} \delta L = \int_V \left(\sum_i \left[\rho \omega^2 u_i + \sum_{jkl} C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \right] \delta u_i \right) dV \\ - \int_S \left(\sum_i \left[\sum_{jkl} \vec{n}_j C_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \right] \delta u_i \right) dS. \end{aligned} \quad (\text{B.3})$$

Para que $\delta L = 0$ ambos términos de ésta ecuación deben ser cero. Igualando el primer término a cero, nos da la ecuación de ondas como la vimos en la sección 2.3.

$$\rho\omega^2 u_i + \sum_{jkl} C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} = 0. \quad (\text{B.4})$$

El segundo término nos da la condición de borde libre de esfuerzos

$$\sum_{jkl} \vec{n}_j C_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} = \sum_j \vec{n}_j \sigma_{ij} = 0, \quad (\text{B.5})$$

relación que vimos en la ecuación (2.7).

Apéndice C

Publicación

Un artículo sobre este trabajo ha sido aceptado para publicación del *Proceedings XI International Workshop Instabilities and Nonequilibrium Structures* en la revista **International Journal of Bifurcation and Chaos** y, como se mencionó en la sección 1.1, ha sido un motor principal para el desarrollo de esta investigación.

Abstract: Las dislocaciones en un material cambian, cuando se presentan suficientes, la velocidad de propagación en las ondas elásticas. Consecuentemente, dos muestras de materiales, que difieren únicamente en densidad de dislocaciones, tienen diferentes constantes elásticas, cantidades que pueden ser medidas usando Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica. Se reportan los datos experimentales de este efecto en muestras de aluminio, los que se comparan bien con las predicciones hechas por la teoría.

MEASURING DISLOCATION DENSITY IN ALUMINUM WITH RESONANT ULTRASOUND SPECTROSCOPY

FELIPE BARRA^{1,2}, ANDRES CARU^{1,2}, MARIA TERESA CERDA¹, RODRIGO ESPINOZA^{2,3}, ALEJANDRO JARA¹, FERNANDO LUND^{1,2} and NICOLAS MUJICA^{1,2}

¹*Departamento de Física and ²CIMAT, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, Avenida Blanco Encalada 2008, Santiago, Chile. and*

³*Departamento de Ciencias de Materiales and ²CIMAT, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, Avenida Tupper 2069, Santiago, Chile.*

Dislocations in a material will, when present in enough numbers, change the speed of propagation of elastic waves. Consequently, two material samples, differing only in dislocation density, will have different elastic constants, a quantity that can be measured using Resonant Ultrasound Spectroscopy. Measurements of this effect on aluminum samples are reported. They compare well with the predictions of the theory.

Keywords: Resonant Ultrasound Spectroscopy, Dislocation density.

I. INTRODUCTION

A series of papers by Maurel *et al.* [2004a; 2004b; 2005a; 2005b; 2006; 2007a; 2007b] have constructed a detailed theory of the interaction of elastic waves with dislocations in elastic, homogeneous and isotropic, solids. This has been done both in two and three dimensions. Dislocations have been considered both in isolation as well as in large numbers. In the latter case, generalization of the Granato & Lücke [1956a; 1956b; 1966] theory has emerged with results for change in wave propagation velocity and attenuation length that clearly distinguish between longitudinal (acoustic) and transverse (shear) polarizations. These results are in satisfactory agreement with laboratory measurements of acoustic attenuation using Resonant Ultrasound Spectroscopy—RUS [Ledbetter & Fortunko, 1995; Ogi *et al.*, 1999; 2004; Ohtani *et al.*, 2005]. The case of an isolated dislocation in a half-space has also been studied, as well as the case of low angle grain boundaries mimicked as dislocation arrays.

A natural development of the above ideas and results is to ask whether RUS can be turned into a practical tool to measure dislocation densities in materials. In order to do this, it is necessary to validate whatever results are obtained using RUS with time-tested, but more involved, High Resolution Transmission Electron Microscopy [Williams & Carter, 2004; Arakawa *et al.*, 2006; Robertson *et al.*, 2008]. A preliminary step towards that aim is to perform RUS measurements on a number of samples of a given material, one as received from the provider, and the others after cold rolling, or annealing, so as to have significantly different dislocation densities. This paper reports a simplified form of the theory, as well as the first such measurements, using aluminum.

II. EFFECTIVE VELOCITY OF ELASTIC WAVES IN A DISLOCATION-FILLED MEDIUM

We study an homogeneous, isotropic, three-dimensional, infinite elastic medium of density ρ , whose state is described by a vector field $\vec{u}(\vec{x}, t)$, the displacement \vec{u} at time t of a point whose equilibrium position is at \vec{x} . In the absence of dislocations, the displacement \vec{u} obeys the wave equation

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} - c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} = 0 \quad (1)$$

with $c_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk})$ the tensor of elastic constants, and $i, j, k, l = 1, 2, 3$. A consequence of this equation is that the medium allows for the propagation of longitudinal (acoustic) and transverse (shear) waves with propagation velocity $c_L = \sqrt{(\lambda + 2\mu)/\rho}$ and $c_T = \sqrt{\mu/\rho}$, respectively. Their ratio $\gamma = c_L/c_T > 1$ is always greater than one.

Dislocations are modeled as one dimensional objects (“strings”, [Koehler, 1952; Granato & Lücke, 1956a,b]) $\vec{X}(s, t)$, where s is a Lagrangean parameter that labels points along the line, and t is time, of length L , pinned at the ends, whose equilibrium position is a straight line. They are characterized by a Burgers vector \vec{b} , perpendicular to the equilibrium line. Their unforced motion is described by a conventional vibrating string equation

$$m \frac{\partial^2 X_i}{\partial t^2} + B \frac{\partial X_i}{\partial t} - \Gamma \frac{\partial^2 X_i}{\partial s^2} = 0 \quad (2)$$

where the mass per unit length m and line tension Γ are given by [Lund, 1988]

$$\begin{aligned} m &= \frac{\rho b^2}{4\pi} (1 + \gamma^{-4}) \ln \left(\frac{\delta}{\delta_0} \right) \\ \Gamma &= \frac{\rho b^2 c_T^2}{4\pi} (1 - \gamma^{-2}) \ln \left(\frac{\delta}{\delta_0} \right) \end{aligned} \quad (3)$$

where δ and δ_0 are external and internal cut-offs. The coefficient B is a phenomenological term that describes the

internal losses of the string due to, for example, interactions with phonons and electrons. We shall only consider glide motion, that is, motion parallel to the Burgers vector \vec{b} .

When elastic waves and dislocations interact, both Eqns. (1) and (2) acquire right hand side—source—terms, whose structure has been discussed in detail by Maurel *et al.* [2005a,b]. Elastic waves in the presence of N dislocations are best described not in terms of particle displacement \vec{u} but in terms of particle velocity $\vec{v} = \partial\vec{u}/\partial t$ and the wave equation (1) becomes

$$\rho \frac{\partial^2 v_i}{\partial t^2} - c_{ijkl} \frac{\partial^2 v_k}{\partial x_j \partial x_l} = s_i \quad (4)$$

where the source term s_i is given by

$$s_i(\vec{x}, t) = c_{ijkl} \epsilon_{mnk} \sum_{n=1}^N \int_{\mathcal{L}} ds \dot{X}_m^n(s, t) \tau_n b_l \times \frac{\partial}{\partial x_j} \delta(\vec{x} - \vec{X}^n(s, t)). \quad (5)$$

where ϵ_{mnk} is the completely antisymmetric tensor of order three, and $\hat{\tau}$ is a unit tangent along the dislocation line. The string equation (2) is written for the component of motion along the glide direction, $X \equiv X_k t_k$ and, loaded by a Peach-Koehler [1950] force it becomes

$$m \ddot{X}(s, t) + B \dot{X}(s, t) - \Gamma X''(s, t) = \mu b M_{lk} \partial_l u_k(\vec{X}, t), \quad (6)$$

with $M_{lk} \equiv t_l n_k + t_k n_l$ and $\hat{n} \equiv \hat{\tau} \times \hat{t}$ a unit binormal vector. Overdots mean time derivatives, and primes mean derivatives with respect to s .

At this point it becomes profitable to go to the frequency domain. The loaded string equation (6) can be solved in terms of normal modes, and the solution plugged into the right hand side of the wave equation (4). In the long wavelength limit, $\lambda \gg L$, and for small string displacements, the result of this operation is

$$-\rho \omega^2 v_i - c_{ijkl} \frac{\partial^2 v_k}{\partial x_j \partial x_l} = V_{ik} v_k \quad (7)$$

where

$$V_{ik} = \frac{8L(\mu b)^2 S(\omega)}{\pi^2 m \omega^2} \sum_{n=1}^N M_{ij}^n \frac{\partial}{\partial x_j} \delta(\vec{x} - \vec{X}_0^n) M_{lk}^n \frac{\partial}{\partial x_l} \quad (8)$$

with $S(\omega) \simeq \omega^2 / (\omega^2 - \omega_1^2 + i\omega B/m)$ and ω_1 is the frequency of the fundamental mode of the string with fixed ends: $\omega_1 = (\pi/L) \sqrt{\Gamma/m}$.

Maurel *et al.* [2005b] have provided two derivations of effective velocities for elastic waves described by Eqn. (8). Here we give a third, with a reasoning similar to the one used to study waves in plasmas [Stix, 1992]: The right-hand-side (8) is smoothed through the replacement

of the discrete sum over dislocation segments by an integral over space with a continuous density $n(\vec{x})$ of dislocation segments, and the tensor $M_{ij}^n M_{lk}^n$ by its angular average, assuming all directions equally likely. The last operation can be found in Appendix C of Maurel *et al.* [2005b]. Eqn. (7) thus becomes, in the case of uniform dislocation density $n(\vec{x}) = n$,

$$-\rho \omega^2 v_i - c_{ijkl} \frac{\partial^2 v_k}{\partial x_j \partial x_l} = \frac{8(\mu b)^2 S(\omega) n L}{\pi^2 m \omega^2 15} (3\delta_{ik} \delta_{lj} + \delta_{il} \delta_{kj}) \frac{\partial^2 v_k}{\partial x_j \partial x_l} \quad (9)$$

In wave number space this is an equation, $\mathcal{O}_{ik} v_k = 0$, with

$$\mathcal{O}_{ik} \equiv -\rho \omega^2 \delta_{ik} + c_{ijkl} k_j k_l + \frac{8(\mu b)^2 S(\omega) n L}{\pi^2 m \omega^2 15} \times (3\delta_{ik} \delta_{lj} + \delta_{il} \delta_{kj}) k_j k_l.$$

The dispersion relation for the elastic waves in this averaged medium is given by the vanishing of the determinant of \mathcal{O} : $\det \mathcal{O} = 0$.

For frequencies smaller than the fundamental frequency of the string, $\omega \ll \omega_1$, and small damping, $(\omega B/m) \ll \omega_1^2$, this leads to the following effective longitudinal (v_L) and transverse (v_T) phase velocities:

$$v_L = c_L \left(1 - \frac{16}{15\pi^4} \frac{1}{\gamma^2} \frac{\mu b^2}{\Gamma} n L^3 \right) \quad (10)$$

$$v_T = c_T \left(1 - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b^2}{\Gamma} n L^3 \right). \quad (11)$$

III. RUS MEASUREMENTS

Resonant Ultrasound Spectroscopy allows precise measurements of the elastic constants of a sample independent of its symmetries [Migliori *et al.*, 1993; Leisure & Willis 1997]. An homogeneous and isotropic material is characterized by two independent elastic constants, λ and μ , or equivalently $C_{11} = \rho v_L^2$ and $C_{44} = \rho v_T^2$. RUS is known to give more precise measurements of C_{44} than for C_{11} [Migliori & Sarrao, 1997], and therefore a comparison with the theoretical prediction for v_T is possible.

We have used commercially 1100 pure aluminum. From the same bar, five samples were taken to prepare the studied conditions classified as original, annealed and laminated material: two samples were annealed at 400°C, one for 5 hours and another for 10 hours. Other two were cold-rolled, one at 33% and another at 43%. Longer annealing means lower dislocation density, and stronger cold-rolling means higher dislocation density. The five samples were shaped as rectangular parallelepipeds, with dimensions as in Table I. Opposite sides are parallel within 0.06° and adjacent sides are orthogonal within 0.3°, thus our samples can be safely modeled as perfect rectangular parallelepipeds [Spoor, 1996]. Samples are

Parameter	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5
Preparation	Annealed 400°C/10 hrs	Annealed 400°C/5 hrs	Original	Rolled at 33%	Rolled at 43%
d_1 [cm]	1.701 ± 0.001	1.700 ± 0.001	1.7011 ± 0.0002	1.696 ± 0.001	1.7007 ± 0.0006
d_2 [cm]	1.0015 ± 0.0002	0.9997 ± 0.0004	0.9998 ± 0.0003	1.001 ± 0.001	1.001 ± 0.001
d_3 [cm]	4.902 ± 0.001	4.900 ± 0.001	4.901 ± 0.001	4.901 ± 0.001	4.900 ± 0.001
M [g]	22.45 ± 0.01	22.38 ± 0.01	22.43 ± 0.01	22.35 ± 0.01	22.42 ± 0.01
ρ [g/cm ³]	2.688 ± 0.002	2.687 ± 0.002	2.691 ± 0.002	2.687 ± 0.004	2.687 ± 0.003
C_{11} [GPa]	112 ± 35	110 ± 30	112 ± 29	110 ± 31	124 ± 40
C_{44} [GPa]	27.57 ± 0.05	27.38 ± 0.04	27.49 ± 0.04	27.19 ± 0.05	27.00 ± 0.04
v_L [m/s]	6455 ± 998	6398 ± 864	6451 ± 846	6398 ± 898	6793 ± 1106
v_T [m/s]	3202 ± 3	3192 ± 3	3196 ± 3	3181 ± 4	3170 ± 3

TABLE I: Rectangular parallelepiped dimensions, mass, mass density, C_{11} , C_{44} , v_L and v_T for the five samples. Columns are ordered for increasing expected dislocation density. Absolute errors for C_{11} and C_{44} are computed from a 2% change of χ^2 in the RUS calculation [Migliori & Sarrao, 1997].

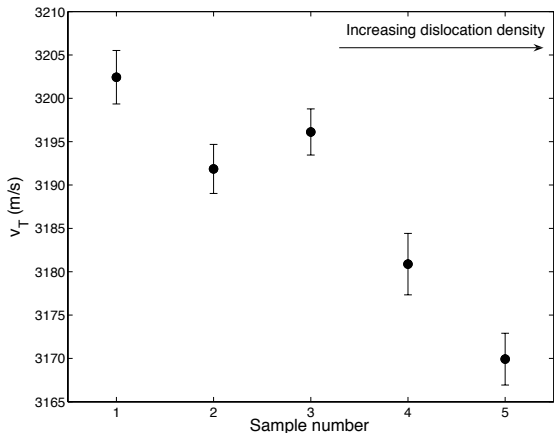


FIG. 1: Shear wave velocity for the five samples under study.

labeled 1, 2, 3, 4 and 5 for increasing expected dislocation density.

A RUS apparatus was built in-house [Carú, 2007; Jara, 2007], and used to measure the two elastic constants of the five samples. The sample-apparatus contact force is small, of the order of 0.1 N, which corresponds to about one half of the sample weight $Mg \approx 0.22$ N. Each resonant frequency is measured for several ultrasonic driving amplitudes (typically five) in order to verify that the resonances are well in the linear acoustic regime. Additionally, each sample is placed five times in the apparatus in order to reduce errors due to slight dependence of the resonant frequencies on the contact load and positioning with respect to the ultrasonic receiver.

A first attempt to fit resonant frequencies assuming an homogeneous and isotropic sample gives C_{44} values in agreement with previous published results but C_{11} about 20% lower, independent of sample preparation, positioning and the particular emitting transducer type. All our aluminum samples are prepared with their longest dimension in the extrusion direction of the original aluminum bar. We then consider that our samples can be trans-

versely isotropic, which implies that the elastic-constant matrix is given by five independent values [Schwarz & Vuorinen, 2000]. The measured resonant frequencies fit much better the theoretical predictions and, as expected, deviations from isotropy are small (for example $C_{11}/C_{33} > 0.97$ and $C_{44}/C_{66} < 1.1$). Thus, a comparison with the theory presented before is possible. Finally, the precise nature of this macroscopic transverse isotropy is still under study and it will be reported elsewhere.

The measured elastic constants C_{11} and C_{44} as well as the longitudinal and shear wave velocities are given in Table I. No clear tendency can be observed for v_L because of large experimental errors ($\approx 15\%$). However, v_T data is much more precise (errors $\approx 0.1\%$) and a clear decreasing tendency is observed. It is plotted in Figure 1 versus sample number.

IV. DISCUSSION AND CONCLUSIONS

Our measurements for the original sample give $\gamma^2 = 4.1$, and this ratio does not change significantly from sample to sample, we thus assume $\gamma^2 = 4$. Using (3) we have

$$\frac{\mu b^2}{\Gamma} = \frac{4\pi\gamma^2}{\gamma^2 - 1} \ln^{-1} \left(\frac{\delta}{\delta_0} \right)$$

so there is only a dependence on the ratio of cut-offs. Taking $\delta = 10^6 \delta_0$ we get the following expression for the fractional change in shear wave velocity:

$$\frac{v_T - c_T}{c_T} = -\frac{16}{5\pi^3} \frac{4}{3} \frac{nL^3}{6 \ln 10}. \quad (12)$$

The data of Figure 1 are consistent with

$$nL^3 \sim 1, \quad (13)$$

comparing the largest and lowest v_T . It is also consistent with a decreasing trend in agreement with theory, namely that the higher the dislocation density, the lower the effective speed of shear waves.

Taking $L \sim 100$ nm as a typical dislocation length would give a variation in dislocation density among the various samples of order $nL \sim 10^8$ mm⁻², a conclusion that it should be possible to test by direct measurement with High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM). Work along this direction is in progress.

Acknowledgments

We wish to thank A. Maurel, V. Pagneux, R. Palma, R. Schwarz and A. Sepúlveda for useful discussions. This work has been supported by FONDAP grant 11980002 and Anillo ACT N° 15.

References

- Arakawa, K., Hatakana, M., Kuramoto, E., Ono, K. & H. Mori, H. [2006], “Changes in the Burgers Vector of Perfect Dislocation Loops without Contact with the External Dislocations”, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 125506.
- Carú, A. [2007], “Caracterización Acústica de Materiales”, Acoustics Engineering thesis, Universidad Austral de Chile.
- Granato, A. V., & Lücke, K. [1956a], “Theory of Mechanical damping due to dislocations”, *J. Appl. Phys.* **27**, 583-593.
- Granato, A. V., & Lücke, K. [1956b], “Application of dislocation theory to internal friction phenomena at high frequencies”, *J. Appl. Phys.* **27**, 789-805.
- Granato, A. V., & Lücke, K. [1966], in *Physical Acoustics*, Vol 4A, edited by W. P. Mason (Academic).
- Jara, A. [2007], “Caracterización acústica de diferentes muestras de aluminio”, (unpublished).
- Koehler, J. S. [1952], in *Imperfections in nearly Perfect Crystals*, edited by W. Shockley *et al.* (Wiley).
- Ledbetter, H. M. & Fortunko, C. [1995], “Elastic constants and internal friction of polycrystalline copper”, *J. Mater. Res.* **10**, 1352-1353.
- Leisure, R. G. & Willis, F. A. [1997], “Resonant ultrasound spectroscopy”, *J. Phys. Condens. Matter* **9**, 6001-6029.
- Lund, F. [1988], “Response of a stringlike dislocation loop to an external stress”, *J. Mat. Res.* **3**, 280-297.
- Maurel, A., Mercier, J.-F., & Lund, F. [2004a], “Scattering of an elastic wave by a single dislocation”, *J. Acoust. Soc. Am.* **115**, 2773-2780.
- Maurel, A., Mercier, J.-F. & Lund, F. [2004b], “Elastic wave propagation through a random array of dislocations”, *Phys. Rev. B* **70**, 024303.
- Maurel, A., Pagneux, V., Barra, F. & Lund, F. [2005a] “Interaction between an elastic wave and a single pinned dislocation” *Phys. Rev. B* **72**, 174110.
- Maurel, A., Pagneux, V., Barra, F. & Lund, F. [2005b] “Wave propagation through a random array of pinned dislocations: Velocity change and attenuation in a generalized Granato and Lücke theory”, *Phys. Rev. B* **72**, 174111.
- Maurel, A., Pagneux, V., Boyer, D., & Lund, F. [2006] “Propagation of elastic waves through polycrystals: the effects of scattering from dislocation arrays”, *Proc. R. Soc. Lond. A*, **462**, 2607-2623.
- Maurel, A., Pagneux, V., Barra, D. & Lund, F. [2007a], “Interaction of a Surface Wave with a Dislocation”, *Phys. Rev. B* **75**, 224112.
- Maurel, A., Pagneux, V., Barra, D. & Lund, F. [2007b] “Multiple scattering from assemblies of dislocation walls in three dimensions. Application to propagation in polycrystals”, *J. Acoust. Soc. Am.*, **121**, 3418-3431.
- Migliori, A., Sarrao, J. L., Visscher, William M., Bell, T. M., Lei, Ming, Fisk, Z. & Leisure, R. G. [1993] “Resonant ultrasound spectroscopic techniques for measurement of the elastic moduli of solids”, *Physica B* **183**, 1-24.
- Migliori, A. & Sarrao, J. L. [1997] “Resonant Ultrasound Spectroscopy”, (Wiley Interscience Publication, New York, 1997).
- Ogi, H., Ledbetter, H.M., Kim, S. & Hirao, M. [1999], “Contactless mode-selective resonance ultrasound spectroscopy: Electromagnetic acoustic resonance”, *J. Acoust. Soc. Am.* **106**, 660-665.
- Ogi, H., Nakamura, N., Hirao, M. & Ledbetter, H. [2004], “Determination of elastic, anelastic, and piezoelectric coefficients of piezoelectric materials from a single specimen by acoustic resonance spectroscopy”, *Ultrasonics* **42**, 183-187.
- Ogi, H., Sato, K., Asada, T., and Hirao, M. [2002], “Complete mode identification for resonance ultrasound spectroscopy”, *J. Acoust. Soc. Am.* **112**, 2553-2557.
- Ohtani, T., Ogi, H. & Hirao, M. [2005], “Acoustic damping characterization and microstructure evolution in nickel-based superalloy during creep”, *Int. J. Sol. and Struct.* **42**, 2911-2928.
- Peach, M. O., & Koehler, J. S. [1950], “The Forces Exerted on Dislocations and the Stress Fields Produced by them”, *Phys. Rev.*, **80**, 436-439.
- Robertson, I. A., Ferreira, P. J., Dehm, G., Hull, R. & Stach, E. A. [2008], “Visualizing the Behavior of Dislocations—Seeing is Believing”, *MRS Bulletin* **33**, 122-131.
- Schwarz, R.B. & Vuorinen, J.F. [2000], “Resonant ultrasound spectroscopy: applications, current status and limitations”, *J. of Alloys and Compounds* **310**, 243-250.
- Stix, T. H. [1992], *Waves in Plasmas*, Springer.
- Spoor, P. S. [1996], *Elastic Properties of Novel Materials using PVDF Film and Resonant Acoustic Spectroscopy*, Ph.D. thesis, The Pennsylvania State University.
- Williams, D. B., & Carter, C. B. [2004], *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science* (Springer, 2004).