



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

CARACTERIZACIÓN DE DENSIDAD DE DISLOCACIONES MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA ULTRASÓNICA NO LINEAL

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

CAROLINA ANDREA ESPINOZA OÑATE

PROFESOR GUÍA:
NICOLÁS MUJICA FERNÁNDEZ

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
GONZALO GUTIÉRREZ GALLARDO
FERNANDO LUND PLANTAT
YOLANDA VARGAS HERNÁNDEZ

SANTIAGO DE CHILE

AGOSTO

2013

Resumen

El principal objetivo de esta tesis es sentar las bases protocolares para la utilización del método “Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica No Lineal” (NRUS, por sus siglas en inglés) en la caracterización de la densidad de dislocaciones de tres grupos de muestras de diferentes materiales (aluminio de pureza comercial, aluminio puro y cobre puro), cuyos elementos fueron sometidos a diversos tratamientos termomecánicos en función de la distinción de sus respectivas densidades. Esta técnica entrega información acerca de un parámetro de no linealidad que se espera relacionado con la densidad de dislocaciones del medio en que se aplica. Para la validación de los resultados obtenidos, éstos se comparan con la información adquirida mediante la técnica de tiempo de vuelo o pulsos (TOF), que sirve para estimar la velocidad de propagación de ondas en medios elásticos, velocidad que se ha demostrado teórica y experimentalmente relacionada con la densidad de dislocaciones del medio por el que la onda viaja. Dicha técnica es implementada en esta investigación, y los resultados tanto de TOF como de NRUS son comparados con lo estudiado en investigaciones previas, las que utilizaron “Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica” (RUS), “Microscopía Electrónica de Transmisión” (TEM) y “Difracción de Rayos-X” (XRD), como métodos para la caracterización de las muestras a estudiar.

En el capítulo 1 se exponen los antecedentes, objetivos y principales características de los métodos utilizados en esta investigación. En el capítulo 2 se dan a conocer los fundamentos teóricos que dan base a este trabajo, como son una introducción al comportamiento de osciladores no lineales, a la teoría de elasticidad lineal y a un modelo fenomenológico de la relación tensión - deformación para el caso no lineal. Finalmente se incluye una breve introducción a la teoría de acústica no lineal.

En el capítulo 3 se detallan los métodos experimentales y de análisis de datos tanto para pulsos como para NRUS, lo que constituye gran parte de este trabajo.

Los resultados se dividen en dos capítulos, el capítulo 4 que expone lo obtenido mediante TOF, y el capítulo 5 donde se observa lo obtenido utilizando la metodología NRUS. En el caso de TOF se observó una tendencia a la disminución de la velocidad de propagación de onda en medios con mayor densidad de dislocaciones, recuperándose lo obtenido mediante RUS. Las medidas evidenciaron además la relación existente entre la frecuencia de excitación y la velocidad de propagación de onda. Mientras TOF excita con señales a una frecuencia 2.5 MHz, RUS lo hace en el rango de 10 a 100 kHz. Lo anterior se traduce en una disminución de hasta un 8% en la velocidad para las medidas TOF comparadas con RUS, lo que es consistente con la teoría planteada por Maurel, Lund, Pagneux y Barra. Por último, los resultados arrojados por este método fueron usados para estimar la diferencia de densidades de dislocaciones entre los elementos de los distintos grupos, obteniéndose aproximaciones acorde con lo medido utilizando XRD. Para NRUS, se termina de desarrollar el método experimental expuesto en el capítulo 3. Las medidas del coeficiente de no linealidad muestran tener relación con la densidad de dislocaciones XRD, obteniéndose que los menores valores del coeficiente tienen correspondencia con las mayores densidades de dislocaciones. Se observan diferencias que van de un 20% a 180% en el coeficiente de muestras de un mismo grupo que han recibido diferentes tratamientos, mientras que la utilización de RUS reveló en trabajos anteriores cambios en la velocidad de propagación de ondas transversales cercanos al 1%.

Por último en el Capítulo 6 se presentan las conclusiones, enfatizando los resultados más importantes y proponiendo ideas para la prolongación y complementación de esta investigación.

Agradecimientos

En primer lugar quiero expresar mi mayor gratitud a Nicolás Mujica, profesor guía de esta tesis, quien además de confiar en mí al proponerme trabajar bajo su dirección, ha sido un apoyo fundamental para la toma de decisiones muy importantes en mi desarrollo como estudiante.

Agradecimientos grandes van también para mis compañeros de laboratorio, en especial a Leonardo, de quién aprendí mucho sobre la importancia de la paciencia y la prolijidad en el desarrollo científico. Gracias por las grandes películas que me recomendaste, por todas las conversaciones sobre cine, gramática, política y comida, que fueron las más, que sostuvimos en la ruta Blanco Encalada - Alameda, y por tus correos cargados de consejos desde el otro lado del Atlántico. Especiales son también los agradecimientos a Gustavo y Andrea, que me sostuvieron en momentos bien tristes, y continúan aconsejándome y apoyándome cada vez que les planteo algún problema. Me parece injusto no nombrarlos a todos en este recuento, a Suomi, Tania, Juan, Ignacio, Julián, David, Camilo, los profes Claudio y María Luisa. No creo que exista una persona dentro del laboratorio de quién no haya aprendido algo.

Gracias a David Espíndola, que llegó dándole un gran impulso a mi trabajo, lleno de ideas y con una gran disposición para repetirme una y otra vez todo lo que no entendiera. Sin duda se transformó en un gran pilar para la investigación. Gracias también por los cigarros, que fueron hartos.

Gracias a la gente del taller por hacer todas las piezas que se me ocurrieran. El experimento no estaría en pie sin su ayuda (literalmente).

Gracias a mi familia, gracias a mis viejos por los tecitos en la noche, por mantener la chimenea con leña mientras trasnochaba escribiendo esta tesis, por comprarme chocolates y regalarme tanto. Gracias por apoyarme en todo, y eso es harto decir. A mis hermanos por estar siempre atentos a mis avances, a mis sobrinas porque sí, porque son bacanes y las quiero mucho. Gracias a mis amigos, amigos científicos, amigos músicos, compañeros de banda que me aguantaron los cambios de humor y los cambios de horarios, gracias a mi compañera, que ha estado conmigo en todas, que se ha acomodado a mis tiempos, que no me ha dejado sola en ningún momento.

Y por supuesto...

Quiero agradecer a la academia y a la confianza del técnico. Gracias a la vida, que me ha dado tanto. Gracias San Expedito por favor concedido. Gracias Bielsa por el oso a Piñera. Gracias al creador de Candy Crush Saga y a los amigos que mandan vidas...

Gracias, totales.

(Esta tesis fue financiada gracias a los proyectos Fondecyt 1100198 y Anillo ACT 127)

Tabla de contenido

Resumen	I
Agradecimientos	II
Tabla de contenido	III
1 Introducción	1
1.1. Motivación y antecedentes	2
1.1.1. Dislocaciones y su importancia en la materia	2
1.1.2. Investigaciones previas	4
1.2. Métodos de caracterización de materiales	8
1.2.1. Ensayos no destructivos (END)	9
1.2.2. Métodos acústicos de caracterización de materiales	9
1.3. Organización y objetivos	11
2 Fundamentos teóricos	12
2.1. Osciladores	12
2.1.1. El oscilador lineal.	12
2.1.2. El oscilador no-lineal.	15
2.2. Elasticidad en sólidos	18
2.2.1. Simetría isótropa	19
2.2.2. Simetría hexagonal	20
2.3. Elasticidad no lineal, modelo fenomenológico	20
2.4. Acústica no lineal	21
3 Metodología experimental y de análisis de datos	25
3.1. Muestras	25
3.1.1. Primeras muestras: Grupo Al-1	25
3.1.2. Muestras nuevas: Grupo Al-2 y Grupo Cu	27
3.2. Transductores	29
3.3. Técnica de pulsos	31
3.3.1. Montaje experimental	31
3.3.2. Generación de pulsos y protocolo de adquisición de datos	32
3.4. Espectroscopía por Resonancia Ultrasónica No Lineal (NRUS)	34
3.4.1. Configuración y montaje experimental	34
3.4.2. Comportamiento del montaje a diferentes rangos de frecuencia y de amplitud aplicada	36

3.4.3.	Protocolo experimental: posicionamiento de la muestra y preparación para una adquisición de datos	37
3.4.4.	Protocolo de análisis de datos	39
4	Resultados y análisis (TOF)	46
4.1.	Velocidad longitudinal	46
4.2.	Velocidad transversal	47
4.3.	Comparación con lo obtenido mediante RUS	50
4.4.	Cálculo de la densidad de dislocaciones	52
5	Resultados y análisis (NRUS)	54
5.1.	Diferenciación de los regímenes lineal y no lineal	54
5.1.1.	Espectros de frecuencia	54
5.1.2.	Determinación del régimen lineal	56
5.2.	Elección del posicionamiento de la muestra	57
5.2.1.	Grupo Cu y reproducibilidad	58
5.2.2.	Grupo Cu y medición del parámetro de no linealidad	58
5.2.3.	Grupo Cu y resolución de datos	60
5.2.4.	Elección del posicionamiento por los vértices	61
5.3.	Medida del parámetro de no linealidad relativo	62
5.4.	Comparación entre resultados RUS, TOF y NRUS	64
6	Conclusiones	67
	Bibliografía	70

Capítulo 1

Introducción

El hombre, sin hacer uso de recursos externos, posee una limitada capacidad para adquirir información inmediata acerca de las propiedades de los objetos que lo rodean. Es así como en la vida cotidiana y valiéndose de la simple inspección, sólo puede obtener una noción superficial de la dureza o fragilidad de un determinado artefacto, por poner un ejemplo. Sin embargo, y guiado seguramente por una serie de afortunados y desafortunados ensayos y errores, a lo largo de su desarrollo y a medida que profundiza en el conocimiento y la interacción con la materia, comienza a observar comportamientos macroscópicos que evidencian ciertas cualidades microscópicas de ésta, que si bien en principio pueden no ser comprendidas, sí llegan a ser utilizadas. Así es como ya en el 4000 a.C. se reconoce la maleabilidad y ductilidad del cobre, y en la metalurgia prehistórica se integra el proceso de martilleo del metal, una vez comprobado su endurecimiento posterior a dicho tratamiento [1]. Miles de años debieron transcurrir desde entonces para descubrir los defectos denominados “dislocaciones” como la raíz de uno de los principales mecanismos que dotaban de plasticidad a su preciado metal. Probablemente otros tantos pasaron para entender cómo el proceso de martilleo actuaba sobre tales defectos para otorgarle una mayor consistencia al cobre. Y algunos más, hasta llegar a nuestros días, para formular y contestar la pregunta más general ¿es posible, y de qué forma, caracterizar aquella fuente de plasticidad en la materia?

Tal es la base y una de las motivaciones principales de este trabajo: proponer un método acústico no destructivo para medir aquella fuente, denominada “densidad de dislocaciones”, y obtener de esa manera conocimiento sobre la ductilidad o fragilidad de un determinado material.

En esta investigación se estudia la manera de aplicar la técnica “Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica No Lineal” (NRUS por sus siglas en inglés, y como se hará referencia a ella de ahora en adelante) en tres grupos de metales diferentes (aluminio de pureza comercial, aluminio puro y cobre puro), cada uno provisto de elementos obtenidos a partir de una pieza original, pero que han sido sometidos a tratamientos termomecánicos para diferenciar sus densidades de dislocaciones. En primer lugar se busca desarrollar y validar un protocolo experimental y de análisis de datos que permita obtener cierta correlación entre la densidad de dislocaciones relativa medida utilizando otras técnicas, que son abordadas más adelante, y el parámetro no lineal arrojado por NRUS. Tal parámetro da cuenta del comportamiento de una frecuencia de resonancia particular del material, en respuesta al aumento de la amplitud de excitación aplicada a partir de cierto nivel crítico que delimita el régimen de acústica lineal con el no lineal. Además se busca comparar estos resultados con lo estudiado anteriormente

mediante el método “Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica” (RUS), antecedente lineal del utilizado en esta investigación [2, 3, 4]. El parámetro obtenido a través de RUS es la velocidad transversal de propagación acústica, la que se ha demostrado teóricamente relacionada con la densidad de dislocaciones [5, 6], y su aplicación ha permitido obtener variaciones de un 1 % entre las velocidades obtenidas para muestras que difieren en sus respectivas densidades [4].

Para realizar la comparación entre los resultados obtenidos mediante RUS y NRUS, ambos procedimientos son llevados a cabo sobre los mismos grupos de muestras. Como soporte al estudio en el régimen lineal se aplica también la técnica de Tiempo de Vuelo (TOF, por sus siglas en inglés), obteniéndose tanto medidas de la velocidad de propagación, como de una aproximación a la densidad de dislocaciones. Con esta técnica se estudia además la dependencia en frecuencia de la velocidad de propagación de onda, también predicha teóricamente por Maurel *et al* [5, 6], siendo este el objetivo principal de la aplicación de este método.

1.1. Motivación y antecedentes

A continuación se resumen brevemente aspectos básicos de las dislocaciones, la importancia de su estudio y las investigaciones que se han realizado con el fin de caracterizar su presencia en la materia.

1.1.1. Dislocaciones y su importancia en la materia

Las dislocaciones son imperfecciones lineales dentro de cristales. Dichas imperfecciones suelen introducirse durante la solidificación del material o cuando éste es deformado permanentemente, siendo su enorme número lo que hace necesario definir la “densidad de dislocaciones” (longitud total de dislocaciones por unidad de volumen o, como se obtiene experimentalmente de manera más común, por unidad de superficie) para representar y trabajar con dicha magnitud. La razón por la que es interesante estudiar y caracterizar medios con distintas densidades de dislocaciones, es que estas últimas juegan un rol fundamental en su plasticidad y, aunque existen en todos los materiales incluyendo cerámicos (exceptuando vidrios) y polímeros cristalizados, son especialmente útiles para explicar la deformación y el endurecimiento de metales, ya que su generación y posible deslizamiento les proporciona un mecanismo para la deformación plástica, concediéndoles su comportamiento mecánico dúctil [7]. Es posible identificar tres clases de dislocaciones: de tornillo, de borde y mixta. La figura 1.1 ejemplifica una dislocación de borde o arista. Dichas dislocaciones se pueden ilustrar haciendo un corte parcial en un cristal perfecto, abriéndolo y llenando en parte el corte con un plano adicional de átomos. La orilla inferior del plano insertado representa la dislocación de borde. Si se describe un circuito en torno a dicha dislocación, en sentido horario, comenzando por el punto x y recorriendo una cantidad igual de distancias atómicas en cada dirección, se terminará en el punto y , a una distancia atómica del punto de partida. El vector necesario para cerrar el circuito es el denominado vector de Burgers, el que en este caso es perpendicular a la dislocación (figura 1.2).

Como se ha dicho, la ductilidad en los metales es una característica concedida por la generación de dislocaciones y su capacidad de desplazarse. La dirección en la que se mueve una dislocación es denominada “dirección de desplazamiento”. Para el caso ejemplificado de dislocaciones de borde, tal dirección es la del vector de Burgers. Durante el deslizamiento,

la dislocación de borde recorre el plano formado por el vector y ella misma, denominado “plano de deslizamiento”. La combinación entre la dirección y el plano conforman el “sistema de desplazamiento”.

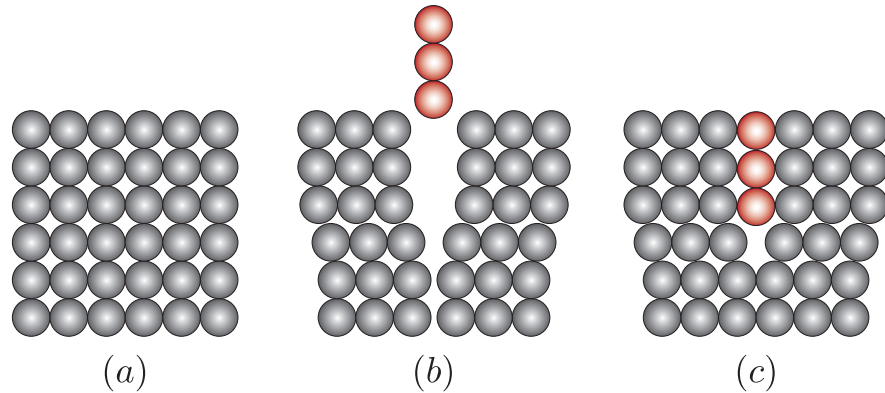


Figura 1.1: Ejemplo de dislocación: dislocación de borde. El cristal perfecto (a) se corta y se intercala un plano adicional de átomos (b). El borde inferior del plano adicional es una dislocación de borde (c). (Figura adaptada de [7])

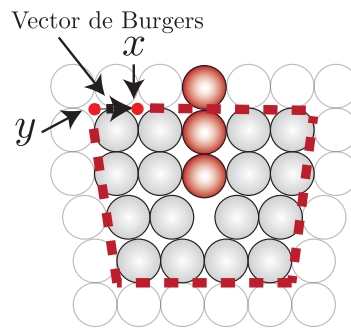


Figura 1.2: Para dislocaciones de borde, si se describe un circuito en sentido horario en torno a ellas, comenzando por el punto x y recorriendo una cantidad igual de distancias atómicas en cada dirección, se terminará en el punto y . El vector necesario para cerrar el circuito es el vector de Burgers. (Figura adaptada de [7])

Algunas técnicas han sido desarrolladas y utilizadas para determinar las propiedades de dislocaciones individuales y estudiar la distribución, disposición y densidad de dislocaciones en la materia. La técnica experimental dominante durante los últimos cincuenta años fue la Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM, por sus siglas en inglés, ver 1.3) [8]. Otras técnicas experimentales han demostrado ser útiles para proveer información acerca de las dislocaciones, como la Difracción de Rayos-X (XRD) y métodos de superficie, por nombrar un par de ejemplos. Si bien utilizando estas metodologías es posible obtener una caracterización de la densidad de dislocaciones en la materia, es interesante y útil trabajar en el desarrollo de técnicas no invasivas, de menor costo, y en que los procesos de obtención y análisis de los datos que éstas arrojen sea un trabajo que no requiera de mayor entrenamiento o especialización de quienes los realicen. Tal es el objetivo que se ha planteado tanto para esta tesis como para las investigaciones teóricas y experimentales que la preceden.

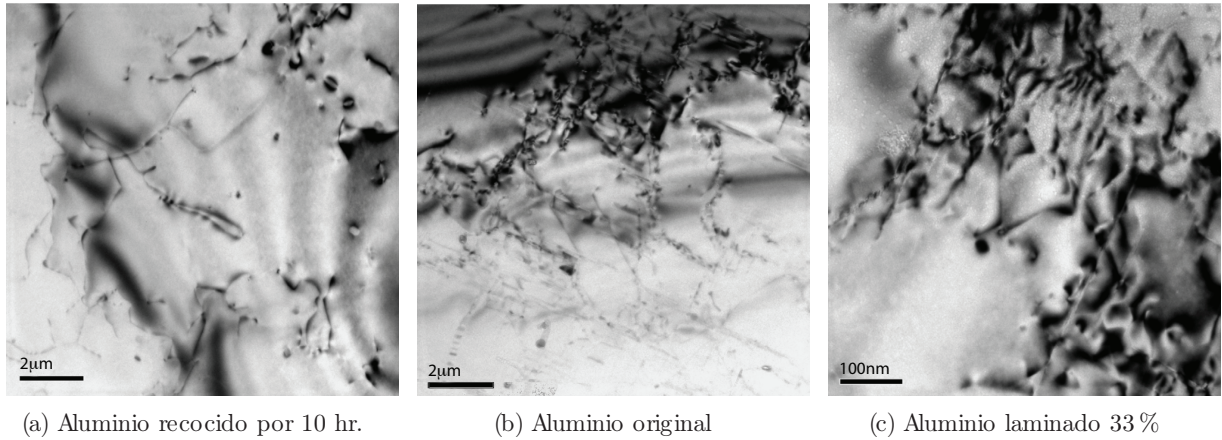


Figura 1.3: Imágenes captadas por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) para tres muestras de aluminio policristalino de pureza comercial, las que han sido obtenidas de una misma barra de material y han sido sometidas a distintos tratamientos termomecánicos para diferenciar sus densidades de dislocaciones. (a) Muestra recocida por 10 horas. (b) Muestra original. (c) Muestra laminada en un 33%. La escala de (a) y (b) es de $2 \mu\text{m}$. En (c) la escala corresponde a 100 nm . Mientras se espera que el recocido remueva dislocaciones, el laminado debería generar dislocaciones en el material. (Imagen extraída de [2]. Gentileza de R. Espinoza, [9])

1.1.2. Investigaciones previas

Previo a este trabajo, un grupo de académicos de la Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas de la Universidad de Chile visualizó la importancia de estudiar la presencia de dislocaciones en la materia, comenzando una investigación teórica y experimental, y cuyo avance concreto ha dado pie a la generación de artículos y tesis de postgrado, así como a la búsqueda de nuevos y eficaces métodos de caracterización de la densidad de dislocaciones en materiales. Entre las técnicas experimentales exploradas, se han llevado a cabo estudios de densidad de dislocaciones mediante Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS), Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y Difracción de Rayos-X (XRD) [2, 3, 4, 9]. Tales métodos fueron utilizados sobre tres grupos de muestras, donde cada elemento de un mismo grupo recibió un tratamiento distinto al resto, en función de diferenciar sus densidades de dislocaciones. A continuación se abordarán los principales resultados teóricos y experimentales obtenidos con anterioridad a esta investigación.

Velocidad efectiva de ondas elásticas en medios isotrópicos con dislocaciones

Una alta densidad de dislocaciones en un material puede cambiar la velocidad de propagación de una onda elástica que se propague a través de él. Esto quiere decir que dos muestras de un mismo material que difieran en su densidad de dislocaciones, tendrán también diferentes constantes elásticas. A través de una serie de estudios realizados por Maurel *et al* se ha construido una teoría detallada de la interacción de ondas elásticas con dislocaciones en sólidos homogéneos e isotrópicos [4, 5, 6].

La teoría desarrollada por Maurel *et al* propone una aproximación a las velocidades de propagación de ondas en medios con dislocaciones. Estas aproximaciones, construidas en base a estar en presencia de dislocaciones de borde, toman la forma

$$v_l \approx c_L \left(1 + \frac{16}{15\pi^2} \frac{1}{\gamma^4} \frac{\rho b^2}{m} c_L^2 \Lambda \frac{\omega^2 - \omega_1^2}{(\omega^2 - \omega_1^2)^2 + \omega^2 B^2/m^2} \right), \quad (1.1)$$

$$v_t \approx c_T \left(1 + \frac{4}{5\pi^2} \frac{\rho b^2}{m} c_T^2 \Lambda \frac{\omega^2 - \omega_1^2}{(\omega^2 - \omega_1^2)^2 + \omega^2 B^2/m^2} \right). \quad (1.2)$$

En las ecuaciones (1.1) y (1.2), c_L y c_T corresponden a la velocidad longitudinal y transversal del sonido para un medio isotrópico y sin dislocaciones, $\gamma = c_L/c_T$, ρ es la densidad del medio, b corresponde al módulo del vector de Burgers (ver figura 1.2), m es la masa efectiva de la dislocación, $\Lambda = nL$ es la densidad de dislocaciones superficial, con n el número de dislocaciones de largo L por unidad de volumen, ω corresponde a la frecuencia de excitación y ω_1 es la frecuencia de resonancia de la dislocación. Por último B es el coeficiente de arraste que proviene la ecuación de movimiento de la dislocación.

En el límite $\omega \ll \omega_1$ Felipe Barra *et al* [3] añaden a las relaciones (1.1) y (1.2) una suposición: que el coeficiente de arrastre es pequeño, es decir $(\omega B/m) \ll \omega_1^2$. Luego las expresiones para la velocidad transversal y longitudinal quedan aproximadas de la forma

$$v_t \approx c_T \left(1 - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b^2}{\Gamma} nL^3 \right), \quad (1.3)$$

$$v_l \approx c_L \left(1 - \frac{16}{15\pi^4} \frac{1}{\gamma^2} \frac{\mu b^2}{\Gamma} nL^3 \right). \quad (1.4)$$

En las expresiones anteriores Γ representa la tensión de la cuerda de dislocación, siendo μ el módulo transversal del material de referencia. Es importante comentar que en la literatura es posible encontrar expresiones en función del módulo de rigidez G en lugar del módulo transversal elástico μ , teniendo que $G = \mu$.

Interpretación de las medidas RUS

Para relacionar los resultados obtenidos mediante RUS y las densidades de dislocaciones, se utiliza la siguiente expresión, que se deriva de los resultados teóricos mostrados con anterioridad [4]

$$\frac{\Delta v_t}{v_t} = -\frac{8}{5\pi^4} \frac{\mu b_s^2}{\Gamma_s} \Delta(n_s L_s^3) - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b_e^2}{\Gamma_e} \Delta(n_e L_e^3). \quad (1.5)$$

La ecuación (1.5) relaciona el cambio relativo en la velocidad transversal de propagación de onda $\Delta v_t/v_t$ entre dos piezas de un material que difieren en sus densidades de dislocaciones. El índice e hace referencia a dislocaciones de borde y s es por las dislocaciones de tornillo.

La ecuación (1.5) muestra que un aumento en la densidad de dislocaciones resulta en una disminución de la velocidad de onda transversal, lo que es obtenido usando teoría de difusión múltiple, aproximación que cuantifica lo que puede ser intuído; que las dislocaciones dificultan la propagación de ondas. El proceso físico responsable del cambio en la velocidad es, en esencia, el siguiente: la onda elástica incide en un segmento de dislocación de largo L , con sus bordes fijos. Como resultado, la dislocación oscila como una cuerda vibrando, generando ondas secundarias. Estas ondas secundarias interfieren con la onda incidente generando

una onda coherente con una velocidad de propagación efectiva, llamada también velocidad renormalizada.

Considerando las igualdades

$$\Gamma_e = \mu b_e^2 \left(1 - \frac{v_t}{v_l}\right) \quad y \quad \Gamma_s = \mu b_s^2, \quad (1.6)$$

donde v_l es la velocidad de ondas longitudinales, se tiene

$$\frac{\Delta v_t}{v_t} \approx -\frac{8}{5\pi^4} (\Delta(n_s L_s^3) + \Delta(n_e L_e^3)) \equiv -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(n L^3). \quad (1.7)$$

Resultados experimentales

Los resultados obtenidos por medio de RUS mostraron variaciones de la velocidad de propagación del sonido dentro de las distintas muestras de un mismo grupo. Tomando como referencia estudios previos de la densidad de dislocaciones en dichas piezas, realizados por Rodrigo Espinoza de la Universidad de Chile mediante TEM y XRD (ver figura 1.3), tales variaciones encontraron correspondencia con la teoría formulada por Maurel *et al* [4] sobre la velocidad efectiva de ondas elásticas en medios isotrópicos con dislocaciones. Las figuras 1.4 y 1.5 muestran ejemplos de los resultados obtenidos para elementos de un grupo denominado “grupo Al-1”. Tal grupo está compuesto por cinco piezas de una misma barra de aluminio policristalino de pureza comercial (99.0%). Dos de esas muestras fueron laminadas a porcentajes de 33% y 43%, dos recocidas a 400°C durante tiempos de 5 y 10 horas, y una última se conservó como original. Los tratamientos son realizados con el fin de que los procesos de laminado provoquen aumentos de las densidades de dislocaciones, mientras que los recocidos las disminuyan.

En la primera se observan los resultados de las velocidades longitudinal y transversal comparadas con la densidad de dislocaciones obtenida mediante TEM (Λ_{TEM}), mientras en la segunda se puede ver el resultado al realizar la comparación con la densidad de dislocaciones medida utilizando XRD (Λ_{XRD}). La diferencia entre las densidades obtenidas utilizando ambos métodos se debe principalmente a que mientras TEM realiza medidas locales en pequeñas secciones del material, las que pueden o no ser representativas de la densidad real de la muestra, XRD permite estudiar regiones mayores, lo que se traduce en medidas globales que pueden proporcionar una caracterización más confiable del material. Se puede notar una tendencia en que las mayores velocidades transversales son obtenidas en las muestras donde una menor densidad de dislocaciones es medida. La razón por la que es posible identificar esta tendencia se debe a que RUS arroja medidas más precisas de la constante elástica C_{44} que de la C_{11} [10], lo que en un medio considerado isótropo trae consigo una mejor determinación de la velocidad transversal v_t . Lo anterior concuerda con una idea intuitiva sobre la propagación de ondas en un medio con defectos: es posible imaginar las dislocaciones como barreras con las que la onda debe interactuar, por lo que es lógico pensar que mientras más barreras tenga un material, menor será la velocidad de la onda que lo atraviese.

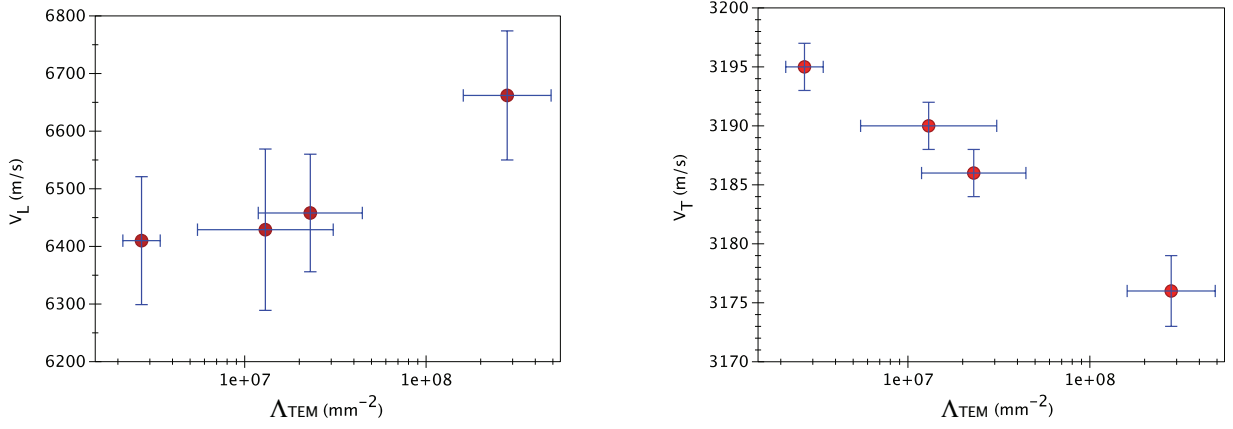


Figura 1.4: Velocidad longitudinal (izquierda) y transversal (derecha) obtenidas mediante RUS para cuatro de las cinco muestras pertenecientes al grupo Al-1 (un posicionamiento), con respecto a la densidad de dislocaciones Δ_{TEM} . Si bien no se especifican las muestras utilizadas, se logra observar una correlación al comparar la velocidad transversal con la densidad de dislocaciones. (Gráficos extraídos de [2])

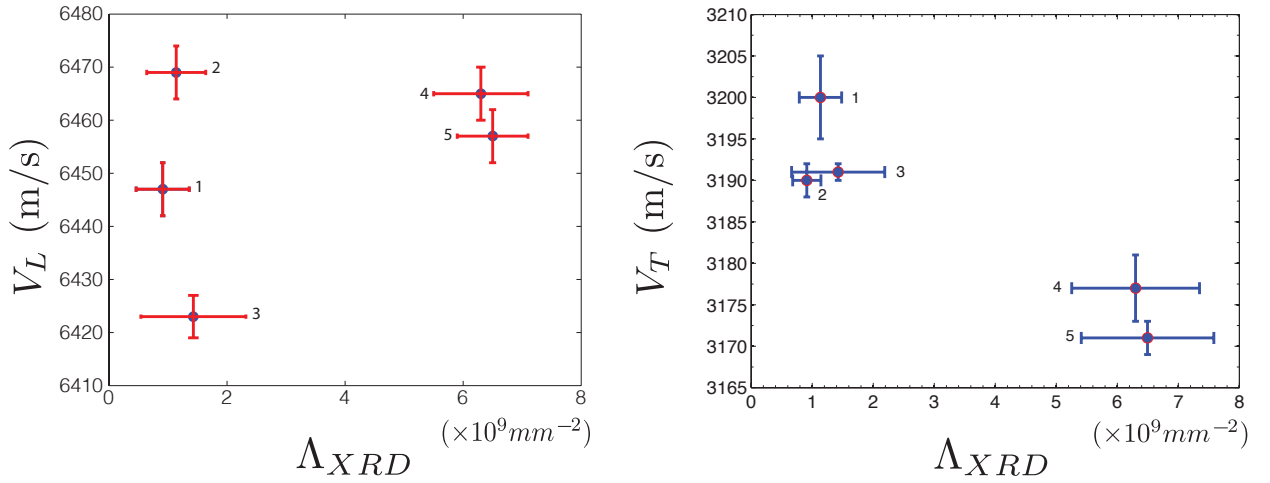


Figura 1.5: Izquierda: Velocidad longitudinal para cinco muestras de aluminio policristalino, con respecto a su densidad de dislocaciones medida utilizando XRD. La figura es generada a partir de las constantes elásticas expuestas en la tabla 1.1. Derecha: Velocidad transversal para cinco muestras de aluminio policristalino con respecto a su densidad de dislocación Λ_{XRD} . Los resultados son obtenidos en base al promedio de diez posicionamientos de la muestra (gráfico adaptado de [4])

Las tablas 1.1 y 1.2 muestran un resumen de los resultados para las constantes C_{11} y C_{44} obtenidas para los tres grupos de muestras estudiados, denominados Al-1 (aluminio de pureza comercial), Al-2 (aluminio puro), Cu (cobre puro).

Parámetro	Al-1 Original	Al-1 R5 hrs	Al-1 R10 hrs	Al-1 Lam 33 %	Al-1 Lam 43 %
C_{11} (GPa)	110.2 ± 0.3	112 ± 1	111 ± 1	112 ± 1	112 ± 1
C_{44} (GPa)	27.40 ± 0.02	27.34 ± 0.03	27.52 ± 0.08	27.11 ± 0.06	27.02 ± 0.03

Tabla 1.1: Constantes elásticas C_{11} y C_{44} obtenidas mediante RUS para el grupo Al-1.

Las características de los grupos son especificadas más adelante (capítulo 3), por tratarse de los mismos conjuntos estudiados en esta tesis.

Parámetro	Al-2 Lam	Al-2 R15	Al-2 R30	Al-2 R60
C_{11} (GPa)	111.0 ± 5.8	91.5 ± 2.8	91.6 ± 3.9	92.0 ± 2.7
C_{44} (GPa)	24.98 ± 0.13	26.35 ± 0.14	25.73 ± 0.16	25.79 ± 0.12
Parámetro	Cu Lam	Cu Lam R15	Cu Lam R30	Cu Lam R60
C_{11} (GPa)	–	221.7 ± 8.9	222.1 ± 9.0	228.8 ± 13.1
C_{44} (GPa)	–	47.49 ± 0.18	47.27 ± 0.19	46.95 ± 0.28

Tabla 1.2: Constantes elásticas C_{11} y C_{44} obtenidas mediante RUS para los grupos Al-2 y Cu. Los resultados de las constantes elásticas para la muestra “Cu Lam” del grupo Cu no fueron adquiridos, por lo tanto tampoco existen mediciones RUS de las velocidades para dicho elemento.

Por último, la expresión (1.7) provee de una relación entre la densidad de dislocaciones relativa y la diferencia de velocidades de propagación transversal para dos muestras de un determinado grupo. Su aplicación en el grupo Al-1 utilizando los resultados obtenidos mediante RUS arrojó una aproximación a la densidad de dislocaciones relativa consistente con medidas XRD.

A partir de las constantes expuestas en la tabla 1.1 se calculó la velocidad transversal, y utilizando la expresión anteriormente nombrada se construyó la tabla 1.3. Con el propósito de hacer una estimación se consideró un largo típico de las dislocaciones $L \sim 10$ nm y, utilizando la información de la tabla 1.3, se obtuvo una diferencia en las densidades de dislocaciones de $\Delta\Lambda \sim (1 - 3) \times 10^9$ mm⁻², lo que es consistente con lo medido utilizando XRD (revisar tabla 3.1).

Parámetro	R10 hrs - R5hrs	R5 hrs - Original	Original - Lam 33 %	Lam 33 % - Lam 43 %
$\frac{\Delta v_t}{\langle v_t \rangle} \times 10^3$	3.1 ± 1.7	-0.3 ± 0.7	4.4 ± 1.3	1.9 ± 1.4
$\Delta(nL^3)$	0.19 ± 0.11	-0.02 ± 0.04	0.28 ± 0.08	0.12 ± 0.09

Tabla 1.3: Medidas RUS de las densidades de dislocaciones relativas para el grupo Al-1. RUS mide la diferencia Δv_t en la velocidad de ondas transversales entre las diferentes muestras. Los resultados son expuestos en la primera línea, relativos al promedio aritmético $\langle v_t \rangle$ de cada par de valores. Utilizando tales resultados y la ecuación (1.7) se obtiene la diferencia en densidad de dislocaciones $\Delta(nL^3)$. Los errores para $\Delta v_t / \langle v \rangle$ son calculados de la forma $\Delta v_t / \langle v \rangle = \sqrt{\Delta v_{t2}^2 + \Delta v_{t1}^2} / \langle v \rangle$.

1.2. Métodos de caracterización de materiales

Como ya se ha comentado, este trabajo está enmarcado en una serie de investigaciones basadas en la implementación de ensayos acústicos no destructivos (TOF, RUS, NRUS) y su comparación con lo obtenido mediante otras técnicas de caracterización de materiales (TEM, XRD) que requieren costoso equipamiento y personal especializado para su aplicación y posterior análisis de datos obtenidos. Estas últimas son abordadas de manera breve en capítulos posteriores, ya que la profundización en ellas no es fundamental para el desarrollo de esta tesis. Sin embargo, es importante tener ciertas nociones sobre los primeros ensayos nombrados para entender por qué se quiere implementar una evaluación no invasiva y qué características poseen los métodos acústicos, en particular los que se utilizan en esta investigación.

1.2.1. Ensayos no destructivos (END)

En general se pueden definir los ensayos no destructivos (END) como ensayos, sondeos o evaluaciones realizadas en cualquier tipo de objeto, que tienen la particularidad de no provocarles cambios o alteraciones en ningún sentido, y cuyo fin es determinar la presencia de condiciones, discontinuidades o defectos que puedan tener un efecto sobre su comportamiento al ser sometidos a esfuerzos [11]. Cada ensayo tiene sus propias ventajas y limitaciones, y es importante tener conocimiento tanto de ellas como de las características de los defectos de los materiales a estudiar. Por ejemplo, algunas discontinuidades podrían estar orientadas o distribuidas en un material de manera tal que, pese a encontrarse dentro de los estándares o normas que las consideren aceptables para el estudio con determinado método, se vuelvan invisibles a éste, o sus medidas sean aceptables en función de ciertos resultados basados en la estadística. Frecuentemente es necesario utilizar un tipo de ensayo para confirmar lo encontrado por otro, por lo que los diferentes métodos deben ser considerados como complementarios.

1.2.2. Métodos acústicos de caracterización de materiales

La acústica es la rama de la física que estudia la generación, transmisión y recepción de energía como ondas vibratorias en la materia. Cuando una partícula fluída (o sólida) es desplazada de su configuración de equilibrio, aparecen fuerzas elásticas internas de restauración. Estas fuerzas, unidas a la inercia del sistema, permiten que la materia participe en vibraciones oscilatorias y por lo tanto, genere y transmita ondas acústicas [12].

El fenómeno acústico más familiar para cualquier persona es el asociado con la sensación de sonido. El oído humano tiene la capacidad de responder a frecuencias en el rango de 20 Hz a 20.000 Hz, pero esta rama de la ciencia incluye también frecuencias infrasónicas y ultrasónicas, inferiores y superiores a los límites auditivos, respectivamente.

Dado que la propagación de una onda acústica está en gran parte determinada por el medio a través del cual viaja, es posible extraer información de él al caracterizar el movimiento ondulatorio que lo atraviesa. Es por eso que dentro de la gama de ensayos no destructivos de caracterización de materiales es posible encontrar varios que utilizan la acústica como herramienta [13, 14]. En particular los métodos comúnmente utilizados se basan en el envío de señales ultrasónicas, debido a que altas frecuencias a velocidad constante se traducen en pequeñas longitudes de onda, lo que a su vez provee de una mayor probabilidad de obtener resultados de la interacción entre la onda y los defectos que se busca caracterizar [15].

Técnica de Pulsos

Uno de los métodos más simples de inspección acústica no destructiva es la medida del tiempo que tarda una onda en recorrer cierto material, conociéndose sus dimensiones y densidad. Dicha técnica denominada “Tiempo de Vuelo” (TOF, por sus siglas en inglés) o simplemente de pulsos, se basa en que la velocidad de las ondas acústicas es constante bajo ciertas condiciones, dependiendo sólo de las características del medio por el que éstas se propagan. Este método es usado comúnmente para la determinación de los valores de las constantes elásticas para medios isótropos, las que se encuentran relacionadas con las velocidades de propagación transversal y longitudinal del sonido (ver figura 1.6) [16].



Figura 1.6: Ejemplificación de una onda acústica longitudinal y transversal que se propagan en una misma dirección. Imagen adaptada de [17]

Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS)

La metodología RUS se basa en el envío de un barrido en frecuencia de una señal ultrasónica a través de cierto material, cuyo espectro de resonancia obtenido y características físicas medidas (dimensiones y densidad) proveen de la información suficiente para la determinación mediante esta técnica de todas sus constantes elásticas, independiente de si se trata de un medio isótropo o no [18, 19]. Este método se ha convertido en una herramienta de caracterización muy eficiente, probando ser útil en diferentes campos. En materia condensada su precisión fue esencial para la demostración de que una red cuasi-periódica es en efecto elásticamente isótropa [20]. Otros ejemplos son la observación de una transición de fase estructural en conductores de alta temperatura [21], su aplicación en biomecánica [22], y como se ha mencionado con anterioridad, su potencial uso para la medida no invasiva de la densidad de dislocaciones de un material [4].

Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica No-Lineal (NRUS)

Mientras RUS se lleva a cabo aplicando amplitudes de excitación que mantienen las respuestas del material dentro del régimen de acústica lineal, NRUS se basa en el estudio de la respuesta de una frecuencia de resonancia particular al aplicar amplitudes de excitación por sobre el límite lineal, observando un comportamiento que presenta particularidades como corrimiento y asimetrización (ver figura 1.7).

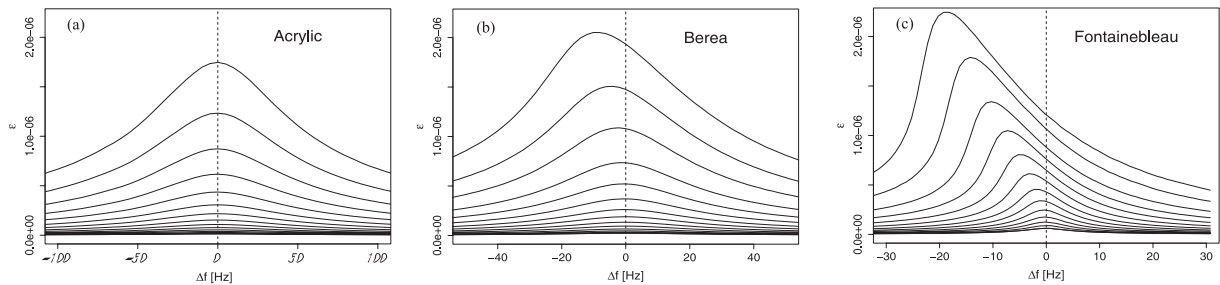


Figura 1.7: Curvas de resonancia para (a) acrílico, (b) arenisca Berea, y (c) arenisca Fontainebleau a diferentes niveles de excitación. El acrílico es un material lineal utilizado como control del experimento. La no linealidad en las areniscas es evidenciada por los corrimientos y pérdida de simetría de las curvas de resonancia. Imágenes obtenidas de [23]

La medida del corrimiento de la posición de la resonancia en el régimen no lineal, con respecto a su posición en el lineal, está relacionada con la deformación de la forma $\Delta f/f_0 \propto \alpha \epsilon$, siendo ϵ la deformación y α el parámetro que arroja una medida de la no linealidad del material y por lo tanto, de ciertas propiedades elásticas del sólido a estudiar.

En general los métodos acústicos no lineales hacen contribuciones significativas al área de END. Estos métodos detectan la distorsión no lineal de una onda acústica que se lleva a cabo dentro de un objeto dañado. En estos casos, la onda se distorsiona por la presencia de defectos, siendo posible traducir dicha distorsión, que tiene lugar incluso cuando la longitud de onda es mucho mayor que el tamaño del defecto, en una medida de la calidad del material. Lo anterior permite el uso de frecuencias menores que para los métodos ultrasónicos lineales como TOF, lo que aumenta el rango de propagación de ondas y permite el sondeo de objetos más grandes. De la misma forma, la onda no es difractada con facilidad por defectos como inclusiones de diferentes materiales en una misma muestra a estudiar [24, 25].

Hasta ahora las aplicaciones de NRUS han sido diversas, destacándose las contribuciones de Paul Johnson en el estudio de la elasticidad no lineal de geomateriales [25]. El método ha sido utilizado para detectar propiedades elásticas en arenisca [23], concreto [14], daño acumulado en huesos humanos [26], por nombrar algunos ejemplos.

1.3. Organización y objetivos

Esta tesis parte con la exposición de los fundamentos que dan sustento teórico a lo estudiado en este trabajo. Así es como en el capítulo 2 se introduce a la elasticidad mediante el estudio de sistemas masa-resorte, los que representan la mayor simplificación a la respuesta de un sólido elástico sometido a fuerzas que lo deforman. De aquella simplificación se pasa al estudio del tema de la elasticidad lineal y un modelo fenomenológico que describe la respuesta de materiales en el régimen no lineal. Por último se repasan brevemente aspectos básicos de acústica no lineal.

En el capítulo 3 se detallan los métodos experimentales y de análisis de datos tanto para TOF como para NRUS. Lo anterior constituye gran parte de este trabajo, ya que uno de los objetivos principales es desarrollar un protocolo experimental y de análisis de datos para la implementación de NRUS en el estudio de la densidad de dislocaciones en diferentes muestras.

El capítulo 4 muestra los resultados obtenidos mediante TOF, donde se busca una corroboración a lo medido previamente utilizando el método lineal RUS para las velocidades de propagación longitudinal y transversal, además de estimar la densidad de dislocaciones relativa entre las muestras de cada grupo. Se estudia la dependencia de la velocidad de propagación de onda con la frecuencia al comparar las velocidades TOF, donde la excitación es de 2.5 MHz, con las velocidades RUS donde el rango de excitación es de 10 a 100 kHz, siendo este resultado el que podemos identificar como el más importante con la aplicación de esta técnica.

Luego en el capítulo 5 el protocolo experimental para NRUS termina de ser determinado, además de ser expuestos los resultados obtenidos utilizando dicha técnica, donde se espera observar una relación entre el parámetro no lineal que ella arroja y la densidad de dislocaciones medida utilizando otras metodologías. Se comparan los resultados obtenidos por los métodos acústicos RUS y TOF.

Por último en el Capítulo 6 se presentan las conclusiones de esta tesis, enfatizando los resultados más importantes y proponiendo ideas para la prolongación y complementación de esta investigación.

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

Para entender lo que ocurre al enviar ondas acústicas a través de un material, es necesario primero comprender cómo es el comportamiento elástico de éste. A continuación se repasan brevemente las bases teóricas que dan sustento a la investigación experimental realizada en esta tesis, como son la teoría de elasticidad, comenzando por una introducción en base al estudio de osciladores lineales y no lineales, y terminando en un modelo fenomenológico que describe la relación tensión-deformación en un medio no lineal. Luego se finaliza con la derivación de la ecuación de onda no lineal para un fluido.

2.1. Osciladores

La “elasticidad” de un sólido corresponde a la manera en que éste responderá a un determinado esfuerzo realizado sobre él. La primera aproximación que se puede tener a un continuo que responde a cierto estímulo, es el estudio de un sistema típico denominado “masa-resorte”. Estos sistemas, más conocidos como “osciladores” pueden tener un comportamiento lineal o no lineal, dependiendo de cómo sean excitados.

2.1.1. El oscilador lineal.

Con la finalidad de introducir el estudio del oscilador no lineal y el posterior análisis cualitativo de sus resonancias en función de la amplitud de la fuerza externa aplicada, se comienza por hacer un breve repaso del oscilador armónico. Se inicia el análisis a partir del oscilador armónico simple y luego, añadiendo una resistencia mecánica al sistema, se da paso al oscilador armónico amortiguado. Finalmente se estudian oscilaciones forzadas originadas por la aplicación de una fuerza externa al sistema. La notación utilizada en esta sección sigue la correspondiente al libro *Fundamentals of Acoustics* [12].

Oscilador armónico simple y amortiguado.

Supóngase un sistema masa-resorte en que no existe ningún tipo de fuerza disipativa. Si una masa m , unida a un resorte de rigidez s y constreñida a moverse paralelamente a éste, es desplazada ligeramente de su punto de equilibrio x_0 y soltada a una distancia x de él, como muestra la figura 2.1, dicha masa comenzará a vibrar de manera tal que su movimiento con respecto a su posición de equilibrio será una función sinusoidal del tiempo. Asumiendo que la fuerza de restauración que aparece una vez perturbado el sistema es directamente proporcional al desplazamiento realizado (Ley de Hooke), que la masa se mantiene constante y que no existen pérdidas que atenúen el movimiento, se obtiene un sistema que vibra a una

frecuencia independiente de la amplitud. La anterior es la descripción del oscilador armónico simple, regido por la ecuación lineal de movimiento

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \omega_0^2 x = 0, \quad (2.1)$$

donde se ha definido la frecuencia angular natural $\omega_0^2 = s/m$.

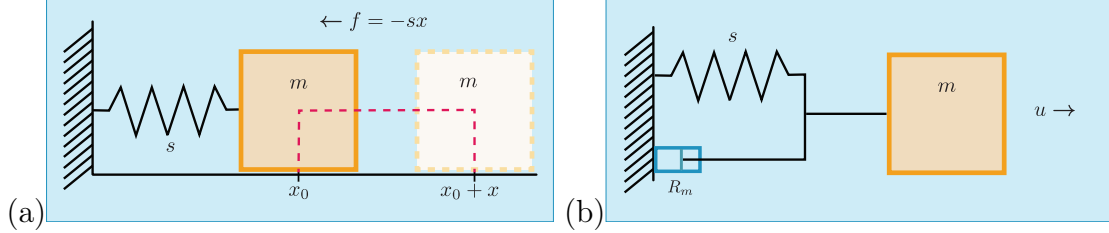


Figura 2.1: Representación esquemática de un oscilador armónico simple (a) y uno amortiguado (b), constituidos por una masa m , un resorte de constante s , y una constante de amortiguación R_m en el segundo caso.

El análisis anterior corresponde al de un caso ideal en que no existen fuerzas disipativas. Sin embargo, cuando un cuerpo real comienza a oscilar, efectivamente aparecen fuerzas de fricción que se traducen en un decaimiento de la amplitud de oscilación en el tiempo (amortiguación). Para visualizar este comportamiento es posible tomar el oscilador armónico simple y añadirle una resistencia mecánica, tal y como se observa en la figura 2.1. La resistencia mecánica R_m es una constante positiva, la cual genera la aparición de una fuerza de fricción viscosa f_r que depende de la velocidad con el que sistema se desplaza de su posición de equilibrio. La ecuación diferencial que describe el movimiento de este nuevo sistema, llamado oscilador armónico amortiguado, puede escribirse de la forma

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \frac{R_m}{m} \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = 0. \quad (2.2)$$

Resolviendo en el plano complejo y asumiendo una solución de la forma $\mathbf{x} = \mathbf{A}e^{\gamma t}$, se obtiene el exponente

$$\gamma = -\beta \pm j\omega_d, \quad (2.3)$$

donde $\beta = R_m/2m$ y $\omega_d = (\omega_0^2 - \beta^2)^{1/2}$, identificándose ω_d como la frecuencia natural angular del oscilador amortiguado. Se puede observar que si la fricción es despreciable (coeficiente R_m pequeño), se obtiene $\omega_d \approx \omega_0$ y se recupera el oscilador armónico simple (2.1). Reemplazando γ en el \mathbf{x} propuesto, resolviendo (2.2) y conservando la parte real de la solución, se puede escribir

$$x = Ae^{-\beta t} \cos(\omega_d t + \phi), \quad (2.4)$$

donde es evidente que el término $Ae^{-\beta t}$ corresponde a la amplitud de la oscilación, la que decrece exponencialmente en el tiempo. Nuevamente se puede observar, al igual que en el oscilador simple, que la frecuencia es independiente de la amplitud de oscilación.

Oscilaciones forzadas.

Ahora es posible tomar el oscilador amortiguado y aplicar al sistema una fuerza externa $f(t)$, como muestra la figura 2.2. La ecuación diferencial para este oscilador forzado es de la forma

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + R_m \frac{dx}{dt} + sx = F \cos \omega t, \quad (2.5)$$

donde se ha utilizado la fuerza de naturaleza sinusoidal $f(t) = F \cos \omega t$, y cuya solución es la suma de dos partes: un término correspondiente al transiente (solución homogénea) y otro al estado estacionario (solución particular). Es evidente que la primera corresponde a la solución para el oscilador amortiguado (2.4), teniéndose entonces que para un tiempo $t \gg 1/\beta$ este término se hará despreciable, dejando sólo aquel relacionado al estado estacionario. Por otra parte, la solución particular puede ser obtenida resolviendo (2.5) en el plano complejo para una fuerza $\mathbf{f} = F \exp(j\omega t)$ y asumiendo entonces un desplazamiento complejo $\mathbf{x} = \mathbf{A} e^{j\omega t}$, siendo ω la frecuencia angular. Utilizando esto, es posible llegar a

$$\mathbf{x} = \frac{1}{j\omega R_m + j(\omega m - s/\omega)} F e^{j\omega t}. \quad (2.6)$$

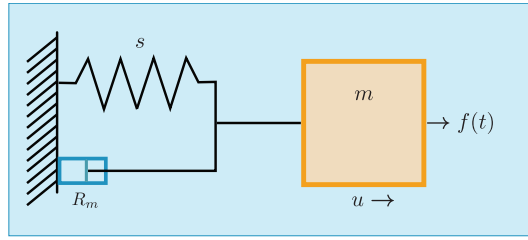


Figura 2.2: Representación esquemática de un oscilador forzado, con una fuerza externa aplicada $f(t)$.

Conservando la parte real de (2.6) se obtiene la solución estacionaria

$$x = \frac{F}{\omega \sqrt{R_m^2 + (\omega m - s/\omega)^2}} \sin(\omega t - \Theta), \quad (2.7)$$

identificando la amplitud

$$A(\omega) = \frac{F}{\omega \sqrt{R_m^2 + (\omega m - s/\omega)^2}} \quad (2.8)$$

y siendo la fase

$$\Theta = \tan^{-1}[(\omega m - s/\omega)/R_m]. \quad (2.9)$$

Minimizando el denominador de (2.8) es posible encontrar la frecuencia de resonancia del oscilador forzado $\omega_r = (\omega_0^2 - 2\beta^2)^{1/2}$. La figura 2.3 muestra la respuesta en amplitud y fase de un oscilador con parámetros dados.

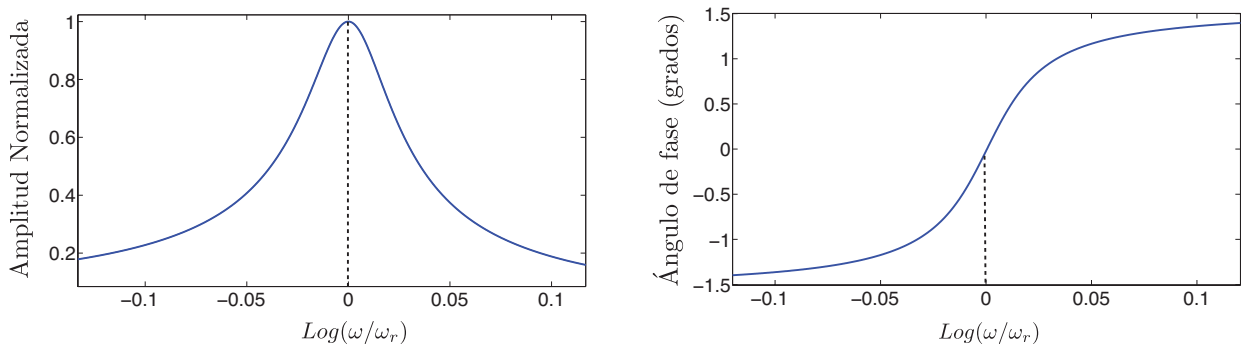


Figura 2.3: Respuesta en amplitud y fase de un oscilador forzado con parámetros $F = 0.9$ N, $s = 0.09$ N/m, $m = 0.5$ kg, $R_m = 0.009$ kg/s

Nuevamente es posible observar que si el coeficiente de fricción R_m es pequeño, se recupera $\omega_r \approx \omega_0$. La característica más importante que puede destacarse de este análisis, y que permitirá más adelante hacer una comparación cualitativa de la respuesta del oscilador lineal y el no-lineal, es que dado un oscilador forzado que responda a la ecuación diferencial (2.5), la amplitud $A(\omega)$ de la resonancia variará de manera directamente proporcional a la amplitud de la fuerza aplicada, mientras que la frecuencia de resonancia ω_r será independiente de ésta. Finalmente, un término importante que puede definirse en este punto es el factor de calidad Q del sistema, el cual proporciona una medida del ancho del pico de resonancia y que puede otorgar información sobre cuán determinada estará una frecuencia de resonancia medida experimentalmente. Se define

$$Q = \frac{\omega_r}{\omega_2 - \omega_1}, \quad (2.10)$$

donde ω_1 y ω_2 son dos frecuencias angulares localizadas antes y después de la resonancia, respectivamente, y cuyas amplitudes correspondientes tienen un valor igual a la mitad de su valor en la resonancia, valor más conocido como “ancho de banda a media altura” o FWHM por sus siglas en inglés. Se puede observar que mientras más estrecha es la resonancia (menor $\Delta\omega$), más precisa será la medición del máximo.

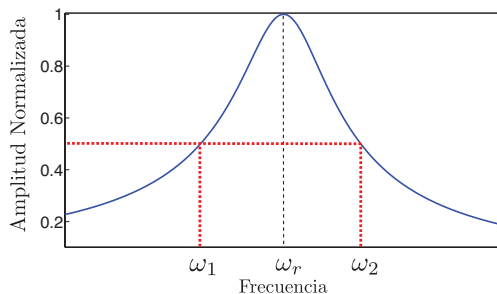


Figura 2.4: Resonancia con factor de calidad $Q = \omega_r/(\omega_2 - \omega_1)$

2.1.2. El oscilador no-lineal.

Para abordar el problema del oscilador no-lineal, se utilizará el mismo sistema masa-resorte esquematizado al hablar de oscilaciones forzadas (figura 2.2). Suponiendo en tal sistema

desplazamientos relativamente pequeños de la masa desde el punto de equilibrio, la fuerza de restauración del resorte puede ser modelada como una función lineal $f_s(x) = sx$, tal como se observó desde un inicio en el análisis del oscilador armónico simple. Sin embargo, para desplazamientos mayores, tal fuerza de restauración podría depender de manera no lineal de x [27], como por ejemplo según la expresión

$$f_s(x) = s(1 \pm \alpha^2 x^2)x, \quad (2.11)$$

donde el signo de α determinará si se trata de un resorte duro (se hace más rígido a mayor amplitud) o blando (se hace más blando a mayor amplitud). Ver figura 2.5.

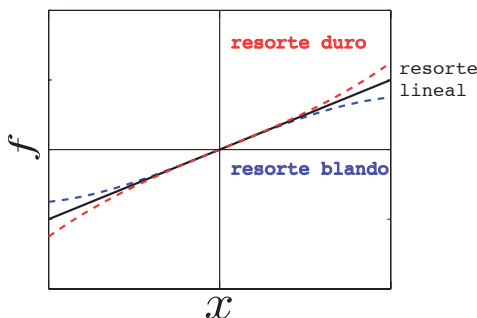


Figura 2.5: Respuesta de un resorte duro, blando y lineal.

Otra fuente de no-linealidad podría ser, por ejemplo, la dependencia cuadrática en velocidad de la fuerza viscosa o de amortiguación en fluidos como el aire. A bajas velocidades y para partículas pequeñas, es posible asumir la fuerza de arrastre o fricción del aire como proporcional a la velocidad, siguiendo un comportamiento lineal. No obstante, para velocidades y cuerpos mayores, tal fuerza de fricción es proporcional al cuadrado de la velocidad, de la forma

$$f_r(x) \propto R_m \left| \frac{dx}{dt} \right| \frac{dx}{dt}. \quad (2.12)$$

Los ejemplos anteriores proporcionan una idea de las razones que podrían ocasionar la aparición de fuerzas no-lineales en sistemas oscilantes. En esta sección se estudiará particularmente lo que ocurre en presencia de una no-linealidad producida por un resorte con fuerza de restauración modelada por (2.11), combinada con una fricción lineal y una fuerza externa periódica, sistema conocido como oscilador de Duffing, y cuya respuesta en frecuencia en función de la amplitud de excitación se asemeja a la observada experimentalmente en esta investigación.

Oscilador de Duffing

La combinación de un resorte de respuesta no-lineal, una fuerza de fricción lineal y una fuerza externa periódica, da origen a la ecuación de Duffing

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + R_m \frac{dx}{dt} + sx + s\alpha x^3 = F \cos \omega t. \quad (2.13)$$

Para obtener la relación entre la amplitud de la resonancia y la fuerza aplicada, se resolverá (2.13) en el plano real, re-escribiendo la expresión de la forma

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + \omega_0^2 x + \bar{\alpha}x^3 = \bar{F} \cos \omega t, \quad (2.14)$$

donde se han definido las constantes $\bar{\alpha} = s\alpha/m$, y $\bar{F} = F/m$. Asumiendo una solución de la forma

$$x = a \cos \omega t + b \sin \omega t,$$

se obtienen las derivadas

$$\dot{x} = \omega(-a \sin \omega t + b \cos \omega t), \quad (2.15)$$

$$\ddot{x} = \omega^2(-a \sin \omega t - b \cos \omega t) \quad (2.16)$$

y la potencia

$$x^3 = \frac{3}{4}a(a^2 + b^2) \cos \omega t + \frac{3}{4}b(a^2 + b^2) \sin \omega t. \quad (2.17)$$

Reemplazando (2.15)-(2.17) en (2.14), luego de bastante trabajo con identidades trigonométricas y separando los términos resultantes con seno y coseno, se obtiene el sistema de ecuaciones

$$b \left\{ \omega^2 - \omega_0^2 - \frac{3}{4}\bar{\alpha}(a^2 + b^2)^2 \right\} + 2\beta\omega a = 0, \quad (2.18)$$

$$a \left\{ \omega^2 - \omega_0^2 - \frac{3}{4}\bar{\alpha}(a^2 + b^2)^2 \right\} - 2\beta\omega b = \bar{F}. \quad (2.19)$$

Elevando el sistema al cuadrado y sumando, se obtiene la igualdad

$$(a^2 + b^2) \left\{ \omega^2 - \omega_0^2 - \frac{3}{4}\bar{\alpha}(a^2 + b^2)^2 \right\}^2 + 4\beta^2\omega^2(a^2 + b^2) = \bar{F}^2, \quad (2.20)$$

por lo tanto, reconociendo $A = \sqrt{a^2 + b^2}$, se llega a la solución para la amplitud

$$\bar{F}^2 = A^2 \left\{ \omega^2 - \omega_0^2 - \frac{3}{4}\bar{\alpha}A^2 \right\}^2 + 4\beta^2\omega^2 A^2. \quad (2.21)$$

Es posible comprobar que eliminando de (2.21) el término que da origen a la no-linealidad $\bar{\alpha}$ se recupera la amplitud para el oscilador forzado-amortiguado (2.8). La figura 2.6 muestra la comparación entre el comportamiento de la resonancia para un oscilador lineal y un oscilador de Duffing.

Es claro que en el caso del oscilador no lineal la frecuencia de resonancia depende del forzamiento aplicado, existiendo tanto un corrimiento en frecuencia como una deformación de la curva de resonancia, la que pierde su simetría conforme la fuerza aumenta. La disminución de la frecuencia de resonancia es debida a la naturaleza de la no linealidad, en este caso modelada por un resorte blando (parámetro $\alpha < 0$).

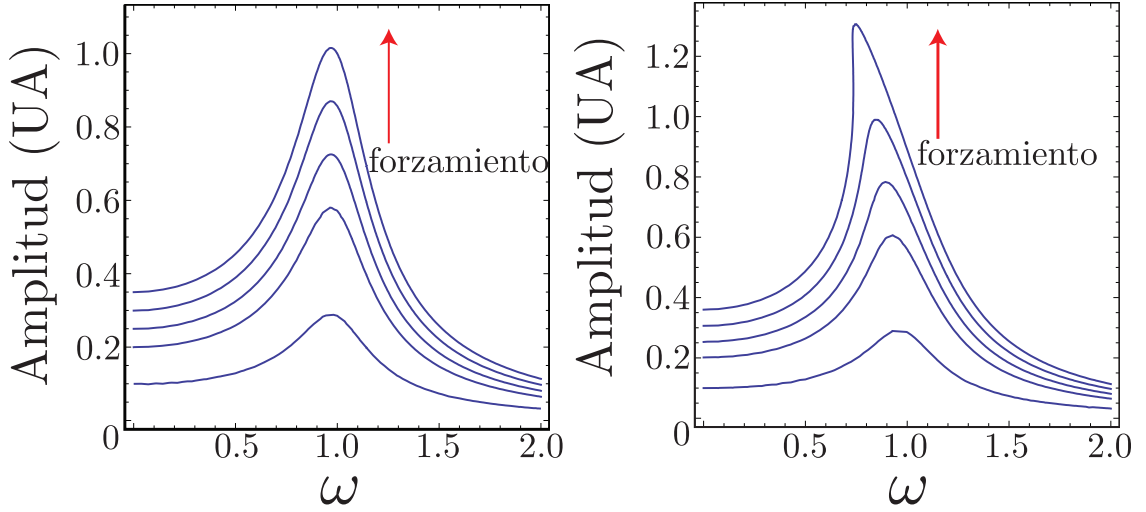


Figura 2.6: Comparación del comportamiento de resonancia en un oscilador forzado (izquierda) y un oscilador de Duffing (derecha), con parámetros comunes $\omega_0 = 1$ rad/s, $2\beta = 0.35$ s⁻¹ y $\bar{\alpha} = -0.3$ rad²/(sm)² en el caso del oscilador no-lineal. El forzamiento aplicado en ambos casos tiene los valores $F_1 = 0.1$ N $F_2 = 0.2$ N $F_3 = 0.25$ N $F_4 = 0.3$ N y $F_5 = 0.35$ N.

Es importante destacar que este modelo, utilizado a modo de ejemplo para el estudio de osciladores no lineales, arroja una disminución cuadrática de la frecuencia de resonancia con el forzamiento aplicado, lo que puede desprenderse de la no linealidad cúbica asumida en un principio. El desarrollo experimental evidenciará que aunque los medios con dislocaciones presentan deformaciones en sus resonancias y corrimientos en sus máximos, éstos se relacionan linealmente con la amplitud aplicada.

2.2. Elasticidad en sólidos

Si sobre un sólido es aplicada una fuerza, éste se deformará en menor o mayor grado, dependiendo de sus características internas. Suponiendo que un sólido es deformado como en la figura 2.7, los puntos situados en A y B serán desplazados a nuevas posiciones A' y B' , respectivamente. Fijando la atención sólo en la dirección x , los desplazamientos de ambos son descritos por $u_x(x)$ y $u_x(x + dx)$, y se define la deformación lineal como

$$\epsilon = \frac{u_x(x + dx) - u_x(x)}{dx} = \frac{\partial u_x}{\partial x_x}. \quad (2.22)$$

En su forma general, el tensor de deformaciones adquiere la forma

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} + \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right), \quad (2.23)$$

el cual puede comprobarse simétrico.

Al deformar un sólido, generalmente los cambios relativos son pequeños, es decir que la variación de una longitud, comparada con la longitud misma, es pequeña y por consiguiente, el vector de desplazamiento u_i también lo es. Siendo esto así, es posible despreciar el último

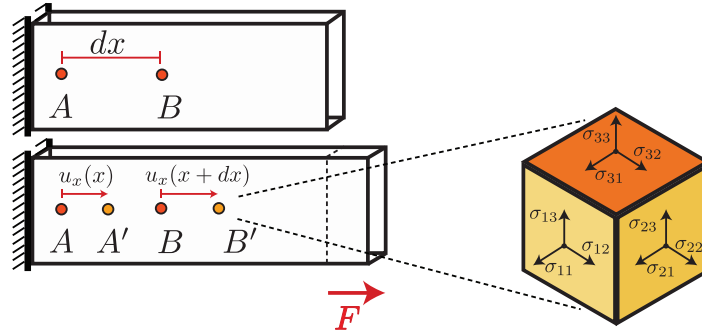


Figura 2.7: Deformación unidireccional de un sólido y ampliación de un elemento de éste, mostrando las componentes del tensor de esfuerzos σ_{ij}

término de la expresión general (2.23) por ser de segundo orden de pequeñez. Luego el tensor lineal resulta

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \right). \quad (2.24)$$

Como se indicó en un principio, sin tensiones no existen deformaciones. Por lo tanto debe existir una relación entre las fuerzas presentes en un elemento del sólido y su desplazamiento relativo. Se define el tensor de esfuerzos σ_{ij} , el cual representa la componente i de la fuerza aplicada en la j -ésima dirección de la normal, como se ejemplifica en la figura 2.7. Utilizando la Ley de Hooke, el tensor de esfuerzos se relaciona con el tensor de deformaciones por medio de un tensor de constantes C_{ijkl}

$$\sigma_{ij} = \sum_{k,l=1}^3 C_{ijkl} \epsilon_{kl}. \quad (2.25)$$

Las componentes del tensor C_{ijkl} , el cual es simétrico, caracterizan el comportamiento elástico de un sólido deformable y son denominadas “constantes elásticas” del material. Inicialmente, el máximo número de constantes elásticas independientes posible es de 21 para materiales llamados “triclónicos”. Sin embargo, dependiendo de las simetrías presentes en el sólido, el tensor C_{ijkl} puede reducir su cantidad de elementos. El menor número de constantes elásticas independientes es de sólo dos y se obtiene en materiales cuyas propiedades no dependen de la dirección en que se miden, característica conocida como “simetría isótropa”.

Para simplificar la notación, es usual escribir las constantes en notación de Voigt, donde $11 \rightarrow 1$, $22 \rightarrow 2$, $33 \rightarrow 3$, $23 \rightarrow 4$, $13 \rightarrow 5$, $12 \rightarrow 6$.

2.2.1. Simetría isótropa

Suponiendo simetría isótropa, las constantes independientes son C_{11} y C_{44} . El tensor de elasticidad, cuando existe esta simetría, puede escribirse de la forma

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

Las dos constantes independientes se relacionan con los coeficientes de Lamé λ y μ , de la forma $C_{11} = \lambda + 2\mu$ y $C_{44} = \mu$, que a su vez están relacionados con las velocidades transversal y longitudinal

$$\lambda = \rho(c_l^2 - 2c_t^2) \quad y \quad \mu = \rho c_t^2, \quad (2.26)$$

luego es posible escribir las constantes elásticas en función de las velocidades

$$C_{11} = \rho c_l^2 \quad y \quad C_{44} = \rho c_t^2. \quad (2.27)$$

2.2.2. Simetría hexagonal

Otros tipos de simetrías son las presentes en materiales que debido a su preparación o bien por su estructura natural, poseen direcciones privilegiadas, como es el caso de los compósitos de polímeros.

Es interesante abordar lo que ocurre en el caso de un material transversalmente isótropo, cuya simetría es denominada “hexagonal”, y que cuenta con las cinco constantes elásticas independientes $[C_{11} \ C_{33} \ C_{23} \ C_{12} \ C_{44}]$. El tensor de elasticidad puede escribirse en este caso como

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

Detalles del estudio de elasticidad lineal y de las anteriores relaciones expuestas pueden ser encontrados en el libro de Landau and Lifshitz [28].

2.3. Elasticidad no lineal, modelo fenomenológico

Estar en presencia de una no linealidad elástica implica que la relación tensión - deformación es no lineal. Lo anterior puede ser descrito de la forma [25]

$$\sigma = K_0 \epsilon (1 + \alpha \epsilon + \beta \epsilon^2 + \dots), \quad (2.28)$$

donde σ es la tensión, ϵ es la deformación, K_0 es el módulo elástico lineal, con α y β los parámetros de primer y segundo orden de no linealidad clásica. Es importante tener claro que la notación aquí utilizada difiere de la usada comúnmente, en que α se relaciona con el parámetro no lineal ligado a la histéresis del sistema.

Escribiendo la relación para la velocidad de propagación de onda en un medio elástico de densidad ρ , se tiene

$$c = \sqrt{\frac{K}{\rho}} \quad (2.29)$$

Utilizando (2.28) se llega a

$$c = \sqrt{\frac{K_0(1 + \alpha\epsilon + \beta\epsilon^2 + \dots)}{\rho}}. \quad (2.30)$$

Dejando sólo el primer parámetro no lineal en (2.30) y expandiendo en serie de Taylor, se obtiene

$$c \approx \sqrt{\frac{K_0}{\rho}} \left(1 + \frac{\alpha\epsilon}{2}\right). \quad (2.31)$$

Suponiendo que lo que se mide es un modo de resonancia del medio, y recordando que la velocidad c es igual a la frecuencia de resonancia f multiplicada por la longitud de onda λ característica de dicho modo, se puede escribir la proporcionalidad

$$f \propto \sqrt{\frac{K_0}{\rho}} + \sqrt{\frac{K_0}{\rho}} \left(\frac{\alpha\epsilon}{2}\right). \quad (2.32)$$

Identificando en (2.32) $f_0 = \sqrt{K_0/\rho}$, se llega a la relación

$$\frac{\Delta f}{f_0} \propto \alpha\epsilon. \quad (2.33)$$

La expresión (2.33) es la que otorga el parámetro de no linealidad buscado en esta investigación, donde Δf se interpreta como la diferencia entre la posición en frecuencia de la resonancia cuando está dentro del régimen lineal, esto es cuando los parámetros de no linealidad son despreciables (frecuencia de resonancia f_0), y cuando está fuera de él (frecuencia de resonancia f).

Si bien el análisis del oscilador de Duffing dejó en evidencia una dependencia de la frecuencia de resonancia y el forzamiento aplicado, como muestra la figura 2.6, el corrimiento producido por aquella dependencia es cuadrático, a diferencia del planteado fenomenológicamente que resulta ser lineal (2.33).

2.4. Acústica no lineal

En esta tesis lo que se estudia no es un oscilador sino un sólido elástico, y lo que se quiere caracterizar es su respuesta a una señal acústica que viaja a través de él. Por lo tanto, si en la

sección anterior se analizó la expresión que relaciona una tensión con una deformación, ahora se quiere determinar cómo una deformación evoluciona en el tiempo, lo que se traduce en encontrar la ecuación que modela el comportamiento de una onda que se propaga por cierto medio.

De manera de introducir al problema de la propagación de onda no lineal en un sólido elástico, el que es complejo de resolver y se escapa de los objetivos de este trabajo, en esta sección se deriva la ecuación de onda no lineal para fluidos, un problema escalar que ilustra las fuentes de no linealidades, basando principalmente el desarrollo en el libro *Nonlinear Acoustic* de Robert T. Beyer [29], además de lo expuesto en la tesis *Nonlinear Acoustic Applied to Nondestructive Testing* de Kristian Haller [24].

En primer lugar, se considera la deformación (compresión) en una dirección, lo que quiere decir que todos los movimientos se realizan, en este caso, en el eje x .

Sea un elemento de masa como el observado en la figura 2.8. Si no existen perturbaciones, su estado es definido por la densidad ρ_0 y la presión p_0 . El diferencial de masa dm entre las posiciones x y $x + dx$ resulta ser

$$dm = \rho_0 A dx. \quad (2.34)$$

Si una perturbación se mueve a través del elemento de masa, el mismo diferencial dm se encontrará entre las posiciones $x + \xi$ y $x + \xi + dx + d\xi$, donde ξ es el desplazamiento producido. Reemplazando $d\xi = (\partial\xi/\partial x)dx$ en $dm = \rho A(dx + d\xi)$ se obtiene

$$dm = \rho A \left(1 + \frac{\partial\xi}{\partial x} \right) dx. \quad (2.35)$$

De las ecuaciones (2.34) y (2.35) se obtiene la relación

$$\rho_0 = \rho \left(1 + \frac{\partial\xi}{\partial x} \right). \quad (2.36)$$

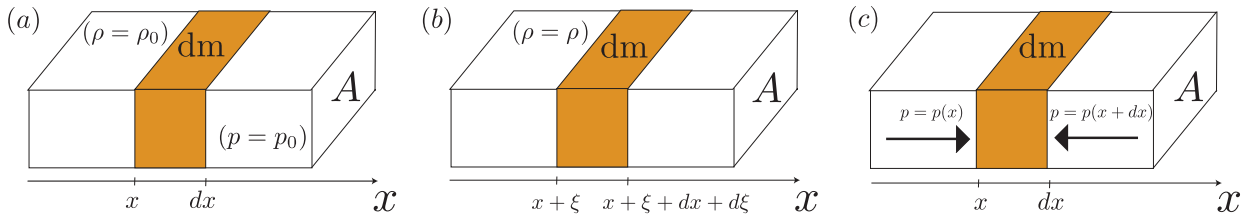


Figura 2.8: (a) Sistema sin perturbar. (b) Sistema perturbado. Las figuras (a) y (b) dan cuenta de la conservación de masa. (c) Aplicación de presión al sistema. Figura adaptada de [24]

Ahora se debe considerar la ecuación de movimiento para el mismo diferencial de masa dm , para lo que es necesario recordar la segunda ley de Newton

$$F = dm \frac{\partial^2 \xi}{dt^2}. \quad (2.37)$$

Se puede reconocer la fuerza F como la producida por la diferencia de las presiones realizadas sobre el diferencial de masa, y utilizando (2.34) se llega a la igualdad

$$[p(x) - p(x + dx)]A = \rho_0 A \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} dx. \quad (2.38)$$

Expandiendo $p(x + dx) \approx p(x) + (\partial p / \partial x) dx$ y reemplazando en (2.38) se obtiene

$$-\frac{\partial p}{\partial x} = \rho_0 \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2}. \quad (2.39)$$

A partir de este punto se puede obtener una solución para un caso particular: utilizando la ecuación de estado de los gases es posible llegar a una expresión para la ecuación de onda no lineal.

Se sabe que

$$p \left(\frac{dm}{\rho} \right)^\gamma = p_0 \left(\frac{dm}{\rho_0} \right)^\gamma, \quad (2.40)$$

donde $\gamma = c_p / c_v$ es el calor específico. Eliminando dm de (2.40) se tiene

$$p = p_0 \left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^\gamma. \quad (2.41)$$

Una forma de escribir la ecuación (2.36) es $\rho = \rho_0 / (1 + \partial \xi / \partial x)$, lo que insertado en (2.41), arroja

$$p = \frac{p_0}{\left(1 + \frac{\partial \xi}{\partial x}\right)^\gamma}. \quad (2.42)$$

Insertando (2.42) en (2.39) se obtiene

$$\rho_0 \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = - \left(\frac{\partial}{\partial x} \right) \frac{p_0}{\left(1 + \frac{\partial \xi}{\partial x}\right)^\gamma}, \quad (2.43)$$

que, luego de derivar con respecto a x puede ser escrita como

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = \gamma \left(\frac{p_0}{\rho_0} \right) \frac{\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}}{\left(1 + \frac{\partial \xi}{\partial x}\right)^{\gamma+1}}. \quad (2.44)$$

En (2.44) se puede identificar la velocidad del sonido $c_0^2 = \gamma p_0 / \rho_0$ y el factor $\gamma + 1 = 2\epsilon$, donde ϵ corresponde al parámetro no lineal. La ecuación (2.44) se puede escribir de la forma

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}}{\left(1 + \frac{\partial \xi}{\partial x}\right)^{2\epsilon}}. \quad (2.45)$$

Luego de realizar una expansión en serie de Fourier, es posible encontrar la ecuación de onda no lineal

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} = 2\epsilon c_0^2 \frac{\partial \xi}{\partial x} \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} + \epsilon(2\epsilon - 1)c_0^2 \left(\frac{\partial \xi}{\partial x} \right)^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} + \dots \quad (2.46)$$

El primer término del lado derecho de la ecuación anterior representa la no linealidad cuadrática, mientras el segundo da cuenta de la cúbica.

Una descripción más general, la que es válida en cualquier medio, es

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} - \underbrace{c_0^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}}_I = c_0^2 \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left(\underbrace{\beta \xi^2}_{II} + \underbrace{\delta \xi^3}_{III} \right). \quad (2.47)$$

El primer término *I* es el factor lineal, el segundo *II* corresponde a la no linealidad cuadrática y el tercero *III* es la no linealidad cúbica. En este caso los términos no lineales cuadrático y cúbico no son derivados para medios específicos. En lugar, los parámetros β y δ son encontrados experimentalmente.

Capítulo 3

Metodología experimental y de análisis de datos

Este capítulo contiene en primer lugar las características físicas de las muestras a estudiar. Posteriormente se realiza una breve descripción de componentes esenciales para esta investigación, como son los transductores. Luego se exhiben las particularidades experimentales y de análisis de datos para los dos métodos a utilizar en este trabajo: Técnica de Pulsos y Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica No-lineal (NRUS).

En el caso de NRUS se profundiza en detalles de la metodología experimental, debido a que uno de los objetivos de esta tesis es sentar las bases protocolares de aplicación del método para la caracterización de densidades de dislocación.

3.1. Muestras

En esta investigación se estudian tres grupos de muestras. El primer grupo a estudiar corresponde al “Grupo Al-1”, consistente en cinco piezas de aluminio policristalino de pureza comercial. El segundo y tercer grupo, “Grupo Al-2” y “Grupo Cu”, corresponden a conjuntos de cuatro piezas de aluminio y cobre puros, respectivamente. Todas las piezas de cada grupo recibieron tratamientos especiales de recocido y laminado para diferenciar la densidad de dislocaciones entre ellas.

Es importante reiterar que las muestras correspondientes a todos los grupos son exactamente las mismas que fueron estudiadas previamente por Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica (RUS), Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), y Difracción por Rayos-X (XRD) trabajos que marcan el precedente y motivación de este estudio [4].

3.1.1. Primeras muestras: Grupo Al-1

Las primeras muestras a estudiar fueron fabricadas de aluminio policristalino de pureza comercial (99.0%), presente en el mercado como aluminio 1100. La elección se llevó a cabo principalmente por tratarse de un material poco disipativo acústicamente, mecánicamente manejable, y por poseer características idóneas para su estudio con otras técnicas no destructivas aplicadas previo a esta investigación, como RUS, TEM y XRD. La determinación de la geometría de las piezas (paralelepípedos con sus tres dimensiones distintas, figura 3.1), fue realizada en función de la aplicación del primero de tales métodos (RUS).

El material original, asumido como homogéneo, fue en principio estudiado por Rodrigo Espinoza [9], quien mediante microscopía realizó una primera caracterización de éste. En el proceso de estudio fue observado un alargamiento de los granos cristalinos, como ejemplifica la figura 3.1. La explicación propuesta para la generación de este alargamiento se basa en la idea de que, en la preparación comercial de formación de barras del metal, el material se somete a un proceso de extrusión que provoca una deformación de los granos en un eje preferencial.

Todas las muestras del grupo se obtuvieron a partir de la misma pieza de material original, por lo que se asumió que debían presentar la característica común de alargamiento del grano. Sin embargo, es importante añadir que el cálculo de los parámetros anisotrópicos reveló que la simetría debida a dicho alargamiento, denominada hexagonal, era ligera y se diferenciaba levemente de la isotrópica [2].

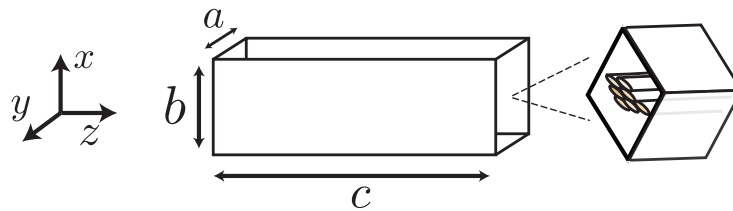


Figura 3.1: Muestra de dimensiones $a < b < c$. Ejemplificación de simetría transversa (eje z) en un elemento de la muestra.

Las cinco muestras que componen el grupo fueron extraídas mediante una técnica llamada “electroerosión” y se manipularon de manera de poseer similares características dimensionales entre ellas. Posteriormente fueron sometidas a diferentes tratamientos para aumentar o disminuir sus respectivas densidades de dislocaciones: dos fueron laminadas a distintos porcentajes (33% y 43%) y dos recocidas a igual temperatura, pero por tiempos diferentes (400°C, por 5 y 10 horas). La restante no se sometió a ningún proceso, quedando como muestra original.

En principio, las densidades de dislocaciones fueron medidas utilizando dos métodos: TEM y XRD (ver tabla 3.1), sin embargo debió optarse por uno de ellos, dado el carácter de la información obtenida.

Mientras por un lado la utilización de TEM permite estudios locales en pequeñas muestras de material, las que deben ser especialmente preparadas, e incluye medidas indirectas del espesor para estimar el volumen local del área bajo observación, XRD hace posible la caracterización directa de todos los parámetros a estudiar, entregando una medida global de la densidad de dislocaciones en las diferentes piezas, al igual que la información que puede obtenerse mediante RUS o NRUS. Las razones anteriormente expuestas son las que llevaron a preferir finalmente las densidades arrojadas mediante XRD por sobre las TEM.

Muestra	Tratamiento	Densidad de dislocaciones $\Lambda_{TEM} (\times 10^8 \text{ mm}^{-2})$	Densidad de dislocaciones $\Lambda_{XRD} (\times 10^8 \text{ mm}^{-2})$
Al-1 Original	Original	0.13 ± 0.14	14.3 ± 8.9
Al-1 R5 hrs	Recocido $400^\circ\text{C} \times 5\text{hrs}$	0.23 ± 0.18	11.4 ± 5
Al-1 R10 hrs	Recocido $400^\circ\text{C} \times 10\text{hrs}$	0.027 ± 0.0068	9.1 ± 4.5
Al-1 Lam 33 %	Laminado 33 %	2.8 ± 1.8	63 ± 8
Al-1 Lam 43 %	Laminado 43 %	No Medida	65 ± 6

Tabla 3.1: Tratamiento de las diferentes muestras del Grupo Al-1 y comparación de las medidas de densidad de dislocaciones, con sus respectivos errores, realizadas por R. Espinoza mediante TEM y XRD.

De cualquier forma, ambos métodos entregaron en esencia información similar en cierto aspecto: según lo estudiado, Rodrigo Espinoza concluyó que las muestras recocidas poseen una menor densidad de dislocaciones que las laminadas, lo que puede deberse a que mientras el tratamiento térmico logra un reordenamiento de las dislocaciones, desplazando algunas hacia los bordes y disminuyendo por tanto la densidad, las laminadas sufren una deformación plástica que genera más dislocaciones.

En la tabla 3.2 se pueden revisar las características físicas de cada muestra. Las medidas dimensionales fueron obtenidas mediante un pie de metro digital MITUTOYO, con un error de 0.001 cm. Para determinar mejor cada parámetro, todos cuentan con una estadística sobre seis medidas tomadas en diferentes secciones transversales. Las masas se obtuvieron utilizando una balanza METTLER modelo H33AR con un error de 0.0001 g, también con una estadística sobre seis medidas.

Parámetro	Al-1 Original	Al-1 R5 hrs	Al-1 R10 hrs	Al-1 Lam 33 %	Al-1 Lam 43 %
Lado a (cm)	1.001 ± 0.001	1.001 ± 0.001	1.003 ± 0.001	1.002 ± 0.001	0.999 ± 0.001
Lado b (cm)	1.708 ± 0.001	1.704 ± 0.001	1.708 ± 0.001	1.697 ± 0.001	1.703 ± 0.001
Lado c (cm)	4.907 ± 0.001	4.899 ± 0.001	4.902 ± 0.001	4.902 ± 0.001	4.902 ± 0.001
Masa (g)	22.4039 ± 10^{-4}	22.3635 ± 10^{-4}	22.4291 ± 10^{-4}	22.3376 ± 10^{-4}	22.4016 ± 10^{-4}
ρ (g/cm ³)	2.671 ± 0.003	2.676 ± 0.003	2.671 ± 0.003	2.680 ± 0.003	2.686 ± 0.003

Tabla 3.2: Características físicas de las muestras del Grupo Al-1.

3.1.2. Muestras nuevas: Grupo Al-2 y Grupo Cu

Con el fin de acentuar la diferencia entre las densidades de dislocaciones en las distintas muestras, se prepararon dos nuevos conjuntos, ambos de materiales con mayor pureza que la comercial: aluminio puro al 99.999 % y cobre al 99.95 %. La preparación fue diferente con respecto al Grupo Al-1, ya que en vez de realizarse procesos de laminado y recocido en piezas distintas, todas fueron laminadas a igual porcentaje, siendo luego tres de cada grupo recocidas por diferentes rangos de tiempo. Los tiempos de recocido son menores en estas piezas que en las anteriores, debido a que se piensa que la remoción de dislocaciones tiene un comportamiento exponencial con respecto al tiempo de recocido, por lo que se intentó realizar el proceso en la parte en que tal comportamiento debería presentar mayores cambios, es decir, para tiempos menores y cercanos entre sí. Las tablas 3.3 y 3.4 muestran las características de los dos conjuntos de muestras, junto con los valores de densidad de

dislocaciones obtenidos mediante XRD, los que aún no tienen asociados su errores respectivos, trabajo que se encuentra en proceso.

Muestra	Tratamiento	Densidad de dislocaciones Λ_{XRD} (mm^{-2})
Al-2 Lam	Laminado 82.8 %	$2,7 \times 10^9$
Al-2 Lam-R15	Laminado 82.8 %, recocido $450^\circ\text{C} \times 15$ min	8.2×10^8
Al-2 Lam-R30	Laminado 82.8 %, recocido $450^\circ\text{C} \times 30$ min	3.5×10^8
Al-2 Lam-R60	Laminado 82.8 %, recocido $450^\circ\text{C} \times 60$ min	0.8×10^8

Tabla 3.3: Tratamiento de las diferentes muestras del Grupo Al-2 y densidades de dislocaciones medidas por R. Espinoza mediante XRD para las cuatro muestras.

Muestra	Tratamiento	Densidad de dislocaciones Λ_{XRD} (mm^{-2})
Cu-Lam	Laminado 88.3 %	1.1×10^{10}
Cu-Lam-R15	Laminado 88.3 %, recocido $850^\circ\text{C} \times 15$ min	9.5×10^8
Cu-Lam-R30	Laminado 88.3 %, recocido $850^\circ\text{C} \times 30$ min	1.6×10^9
Cu-Lam-R60	Laminado 88.3 %, recocido $850^\circ\text{C} \times 60$ min	1.7×10^9

Tabla 3.4: Tratamiento de las diferentes muestras del Grupo Cu y densidades de dislocaciones medidas por R. Espinoza mediante XRD para las cuatro muestras.

Por último, en las tablas 3.5 y 3.6 se pueden revisar las características físicas de cada muestra para los grupos Al-2 y Cu respectivamente, las que fueron obtenidas utilizando los mismos instrumentos y procedimientos que para las muestras Al-1.

Parámetro	Al-2 Lam	Al-2 Lam-R15	Al-2 Lam-R30	Al-2 Lam-R60
Lado a (cm)	0.501 ± 0.001	0.503 ± 0.001	0.499 ± 0.001	0.497 ± 0.001
Lado b (cm)	1.702 ± 0.001	1.704 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.709 ± 0.001
Lado c (cm)	5.002 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.008 ± 0.001
Masa (g)	11.3885 ± 10^{-4}	11.4130 ± 10^{-4}	11.3545 ± 10^{-4}	11.3364 ± 10^{-4}
ρ (g/cm^3)	2.670 ± 0.006	2.661 ± 0.006	2.672 ± 0.006	2.665 ± 0.006

Tabla 3.5: Características de las muestras del grupo Al-2.

Parámetro	Cu-Lam 2	Cu-Lam-R15	Cu-Lam-R30	Cu-Lam-R60
Lado a (cm)	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.392 ± 0.001
Lado b (cm)	1.700 ± 0.001	1.700 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.701 ± 0.001
Lado c (cm)	5.006 ± 0.001	4.999 ± 0.001	5.000 ± 0.001	4.999 ± 0.001
Masa (g)	30.3117 ± 10^{-4}	30.2705 ± 10^{-4}	30.3756 ± 10^{-4}	29.6580 ± 10^{-4}
ρ (g/cm^3)	8.882 ± 0.023	8.883 ± 0.023	8.901 ± 0.023	8.898 ± 0.023

Tabla 3.6: Características de las muestras del grupo Cu.

3.2. Transductores

Un transductor es un dispositivo capaz de convertir una cantidad física en una señal eléctrica o viceversa. Los métodos utilizados para esta investigación tienen como base el envío de una señal ultrasónica a través de un material, la cual es emitida por transductores de contacto. Son estos últimos los componentes más críticos de cualquier sistema ultrasónico [17] dado que su elección dependerá de la aplicación para la que serán utilizados, las características y ajustes instrumentales específicos de la medición a realizar, el material a estudiar y las condiciones de acoplamiento.

Dos características importantes de los transductores, y esenciales para este trabajo, son: la direccionalidad del envío de energía y cómo varía la intensidad de la señal dependiendo de qué parte de la superficie del transductor está en contacto con el material a excitar.

En primer lugar, la direccionalidad típica de un transductor es como muestra la figura 3.2, la que es obtenida a partir del envío de una onda continua. Ahí pueden observarse un lóbulo principal, donde se concentra la mayor parte de la energía, y lóbulos laterales, donde puede concentrarse hasta el 15% de ésta [30]. Los lóbulos laterales se encuentran contenidos en una región denominada “campo cercano” y cuya determinación depende de las características físicas del transductor. Si el diámetro del transductor es menor que la superficie donde se hará el contacto, y la longitud que atravesará la señal es del orden de la del campo cercano, es posible que la emisión de los lóbulos laterales produzcan reflexiones que alteren las mediciones, por lo que es necesario buscar la manera de disminuir la posible influencia de éstos.

En el caso del envío de pulsos, la influencia de la direccionalidad puede ser importante dependiendo de la cantidad de ciclos por pulso emitido y de la longitud que éste debe atravesar [16]. Por otro lado, si lo que se tiene es una señal continua, pero un contacto transductor-material considerado como puntual, la influencia de la direccionalidad puede ser despreciada.

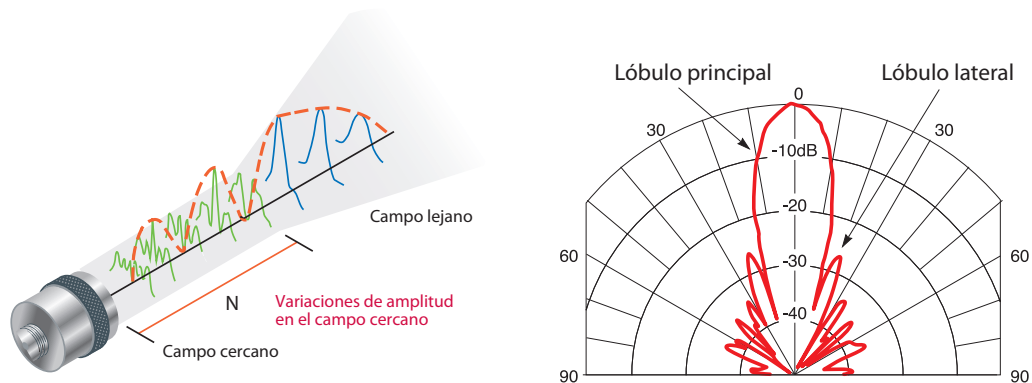


Figura 3.2: Patrón de emisión típico de un transductor. Imágenes adaptadas de [16, 17]

Si el área de contacto del material a estudiar es menor que el diámetro del transductor, es importante tener en cuenta que la energía transmitida dependerá del punto de la superficie del transductor donde la muestra sea posicionada, por lo que es imprescindible situarla siempre en el mismo lugar si lo que se pretende es obtener resultados reproducibles.

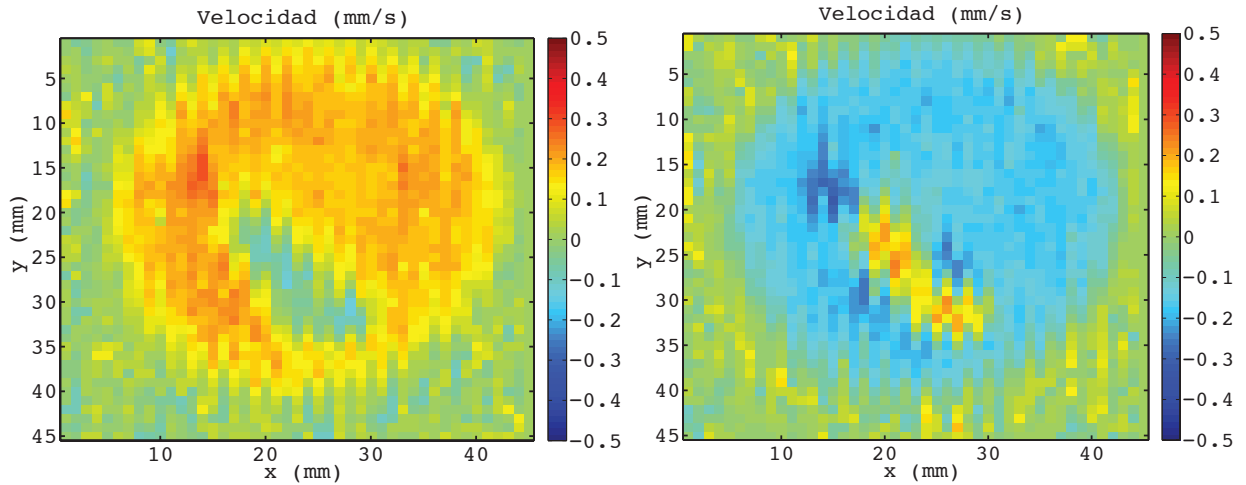


Figura 3.3: Respuesta de la superficie de un transductor al emitir una señal. Ambas imágenes muestran el comportamiento del transductor para diferentes tiempos. Se observa que efectivamente no toda la superficie responde de la misma forma, existiendo zonas con un comportamiento irregular, probablemente producto de particularidades del transductor, lo que evidencia la importancia de mantener un punto de posicionamiento fijo que asegure la reproducibilidad de las condiciones de excitación para la repetición del experimento. Imágenes obtenidas mediante interferometría láser, cortesía de David Espíndola.

En la figura 3.3 se observa la respuesta superficial de un transductor utilizado en esta investigación al implementar NRUS, la que fue obtenida por David Espíndola de la Universidad de Santiago de Chile por medio de interferometría.

Por último, en la figura 3.4 muestra la relación entre el voltaje de entrada al transductor y el desplazamiento (izquierda), y luego el voltaje y la velocidad (derecha).

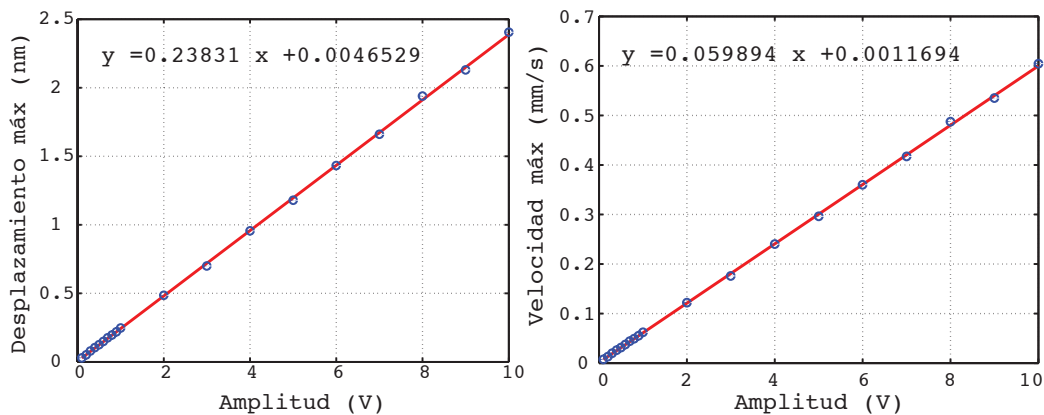


Figura 3.4: Relación entre el voltaje de entrada al transductor y el desplazamiento (izquierda), y luego entre el voltaje y la velocidad (derecha). Imagen cortesía de David Espíndola.

Si se consideran voltajes aplicados que van desde 0.5 V a 30 V, se tienen desplazamientos que van aproximadamente desde 0.1 nm a 7.2 nm, luego se pueden estimar deformaciones $\epsilon = \Delta L/L \sim 10^{-7}$.

3.3. Técnica de pulsos

La técnica de pulsos, también conocida como “técnica de tiempo de vuelo” (TOF), se enmarca dentro de la gama de ensayos no destructivos más utilizados para monitorear el estado de materiales. Básicamente, el método consiste en el envío de un pulso ultrasónico y la determinación del tiempo que demora en atravesar el medio por el que viaja.

3.3.1. Montaje experimental

El montaje experimental consiste en dos transductores acoplados a una muestra, tal y como se puede observar en la figura 3.5. Mientras uno de ellos es el encargado de enviar un pulso creado mediante un generador de funciones (emisor), el otro lo recibe una vez que ha recorrido el material (receptor). Para mejorar el acoplamiento mecánico transductor-muestra, es utilizado un gel marca PANAMETRICS-NDT, el cual es esparcido homogéneamente sobre la superficie de cada transductor. La cara escogida para realizar el contacto es la formada por los lados b y c (figura 3.1 y tabla 3.2). La elección se debe a que la energía emitida por un transductor presenta cierta direccionalidad: mientras la mayor parte se concentra en un lóbulo central, existen lóbulos laterales que pueden provocar reflexiones que alteren las mediciones, como se ejemplifica en la figura 3.2. Es por ésto que se escogen la caras que presentan mayor área y que disminuyen el efecto de tal propiedad, en comparación con las otras cuatro.

Después de realizar el acople, el sistema es soportado por una prensa que asegura que los transductores no dejen su posición ni que el ensamble se vaya debilitando y moviendo con el tiempo.

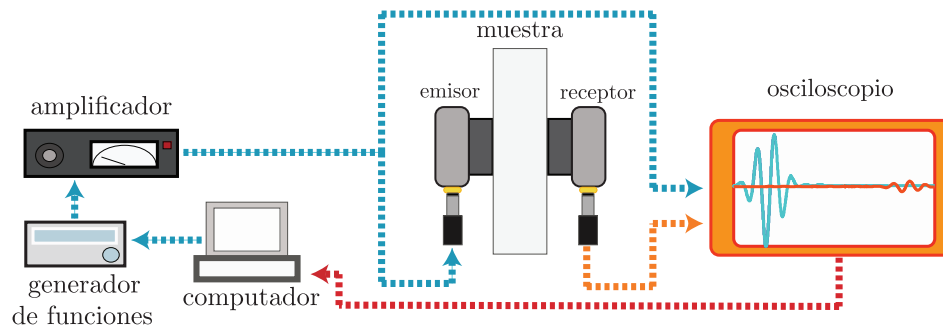


Figura 3.5: Representación esquemática del montaje experimental para la técnica de pulsos.

Para el envío de pulsos se utilizan transductores piezoeléctricos de contacto PANAMETRICS-NDT. En el caso de envío y recepción de ondas longitudinales el modelo usado es el A109-S. Para las ondas de cizalle se utiliza el modelo V155-RM. Los transductores son de forma cilíndrica, con dimensiones de 17.8 mm de radio y 16 mm de altura. Su frecuencia de resonancia está centrada en 5 MHz.

El proceso de generación, envío y recepción de pulsos se lleva a cabo gracias al equipamiento mostrado en la figura 3.5. En primer lugar, por medio de un programa generado en LabView, se envía vía GPIB (*General-Purpose Instrumentation Bus*) la información para la creación de un pulso desde el computador hacia el generador de funciones. El pulso generado es amplificado y luego enviado al transductor emisor y a un canal del osciloscopio. El transductor receptor capta el pulso emitido y su respuesta es enviada a un segundo canal del osciloscopio. La información de ambos canales es enviada por GPIB al computador, el cual adquiere los datos gracias a un segundo programa generado en LabView.

Los detalles del equipo utilizado son los siguientes: la interfaz GPIB es marca National Instruments, modelo GPIB-USB-HS. El generador de funciones es un Agilent modelo 33250A, con frecuencia de corte superior de 80 MHz para formas de onda arbitrarias y velocidad de 200 MS/s. El amplificador es un NF modelo HSA4011, con frecuencia de corte en 1 MHz, voltaje máximo de salida de 150 V_{pp} y corriente máxima RMS de 1 A. El osciloscopio es un Tektronix modelo TDS 2012, con un ancho de banda de 100 MHz y velocidad de muestreo de 1 Gs/s

3.3.2. Generación de pulsos y protocolo de adquisición de datos

Utilizando un programa escrito en LabView se genera un pulso como el observado en la figura 3.7, que corresponde a una señal sinusoidal de amplitud modulada por una gaussiana. La expresión utilizada para modelar el pulso corresponde, de manera general, a

$$f(x) = e^{-\frac{(x-\sigma)^2}{2\sigma^2}} \sin(2\pi x). \quad (3.1)$$

Modelando la ecuación (3.1) para un intervalo discreto en MATLAB se obtiene lo expuesto en la figura 3.6. Se debe tener en cuenta que como los transductores son sistemas físicos no ideales, el decaimiento luego de enviado el pulso no es inmediato como lo expuesto en la imagen.

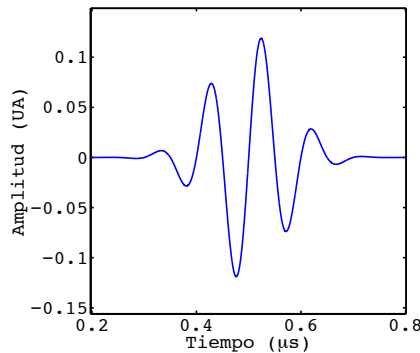


Figura 3.6: Pulso obtenido aplicando la ecuación 3.1 en un intervalo discreto. Un sistema físico no presenta el decaimiento inmediato observado en esta imagen.

La frecuencia central es de 2.5 MHz, el número de ciclos es $N = 3$ y el período de cada uno es $0.4 \mu\text{s}$, por lo que el pulso completo tarda $1.2 \mu\text{s}$ en formarse. Su longitud es entonces de 0.36 cm , menor que el espesor de la muestra que debe atravesar, cercano a 1 cm . El generador de funciones es el encargado de repetir el envío de este pulso de manera periódica. La figura 3.8 muestra la señal emitida y la recibida, además de las envolventes de ambos puntos, calculada como el valor absoluto de su transformada de Hilbert. En principio, el tiempo de vuelo puede determinarse como la diferencia de los tiempos donde se encuentran los máximos de ambas curvas, lo que puede obtenerse al realizar la correlación cruzada de ambas señales, como muestra la figura 3.9.

Para obtener las velocidades, se posiciona cierto número de veces la muestra entre los transductores, obteniéndose un promedio de los pares de pulso emitido y recibido en cada posición. Con tales datos se obtiene una velocidad media y su respectiva dispersión.

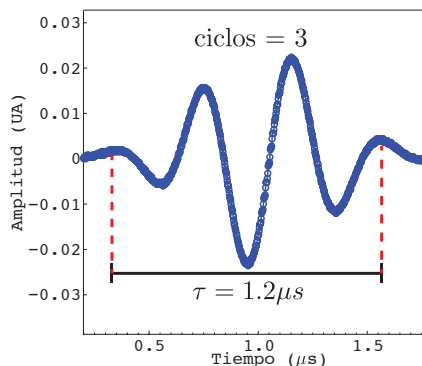


Figura 3.7: Ejemplo de pulso emitido. El número de ciclos es $N = 3$ y la frecuencia 2.5 MHz. Aproximando una velocidad de 3000 m/s, cercana a la velocidad transversal de propagación en el aluminio (menor que la longitudinal), se obtiene una longitud de onda de 0.12 cm. Es decir que el ancho del pulso es de aproximadamente 0.36 cm, menor que el espesor que debe atravesar, cercano a 1.0 cm.

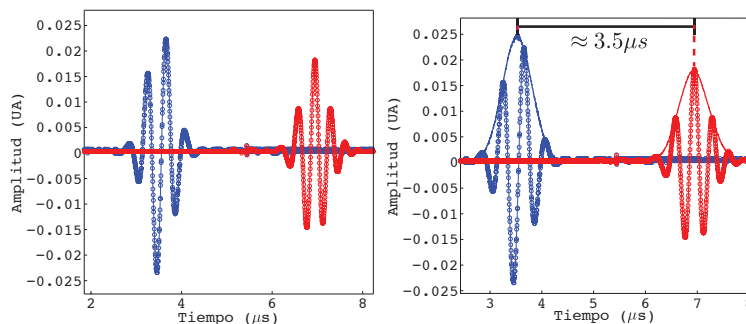


Figura 3.8: Izquierda: Ejemplo de pulso emitido y recibido. Derecha: envolventes de los pulsos. El tiempo de vuelo puede estimarse como la diferencia entre los tiempos de amplitud máxima de la envolvente.

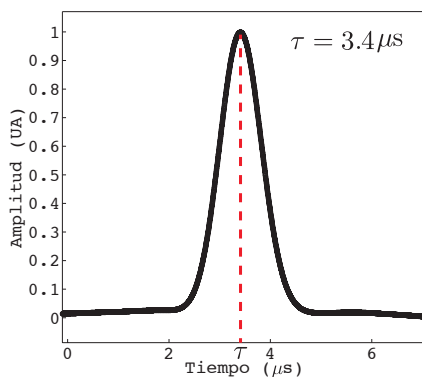


Figura 3.9: Correlación cruzada de pulsos emitido y recibido, y determinación del tiempo de vuelo τ .

3.4. Espectroscopía por Resonancia Ultrasónica No Lineal (NRUS)

Como se señaló en la introducción, el método conocido como “Espectroscopía por Resonancia Ultrasónica No Lineal”, se basa en analizar una muestra obteniendo su respuesta en frecuencia en torno a uno de sus modos resonantes, excitándola desde amplitudes en que se comporta de manera lineal, hasta aquellas donde comportamientos no lineales comienzan a ser exhibidos.

A continuación se darán a conocer detalles del montaje experimental utilizado en la presente investigación, así como el protocolo de adquisición mediante el que los datos expuestos más adelante fueron extraídos.

3.4.1. Configuración y montaje experimental

La configuración experimental (figura 3.10) consiste en dos transductores de contacto entre los que es posicionada la muestra a estudiar. Uno de los transductores es un piezoeléctrico que emite un barrido en frecuencia, el que es generado por un analizador de espectros y posteriormente amplificado. El segundo corresponde a un sensor de presión de alta frecuencia que se encarga de detectar la respuesta de la muestra al barrido anteriormente mencionado. Dicha respuesta es enviada, previa amplificación mediante un condicionador de señal, de vuelta al analizador. Es este último el encargado de mostrar el espectro de frecuencias que posteriormente será enviado por GPIB al computador, donde se capturarán dichos espectros gracias a un programa de adquisición diseñado en MATLAB.

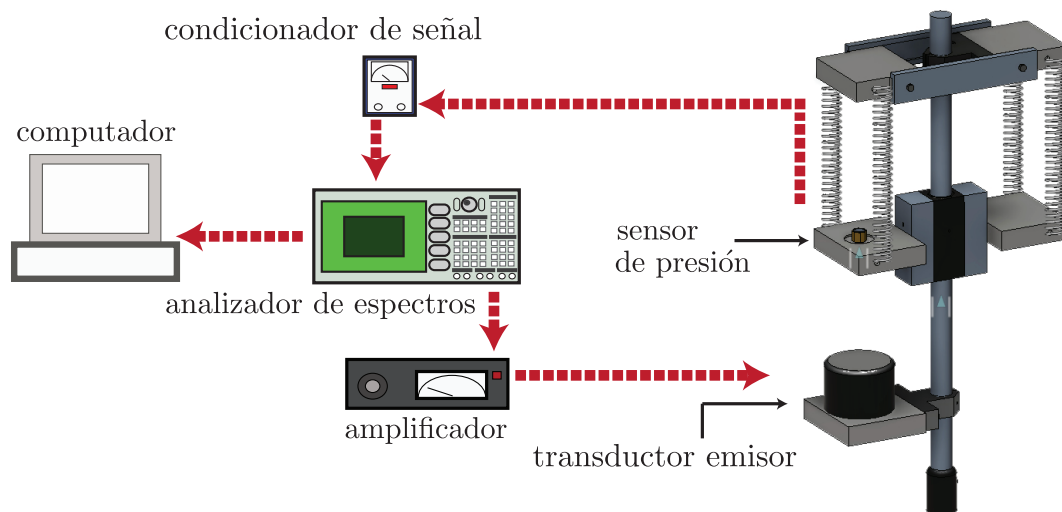


Figura 3.10: Esquema de la configuración experimental para realizar NRUS

Los detalles de la instrumentación utilizada son los siguientes: el emisor corresponde a un transductor de marca Panametrics, modelo V1012, con una frecuencia de resonancia centrada en los 250 kHz. El receptor es un sensor de presión de alta frecuencia marca PCB, modelo 113A22 y con una frecuencia de resonancia cercana a los 500 kHz. El analizador de espectros

utilizado, un SRS modelo SR780, tiene una frecuencia de corte superior de 102.4 kHz y su señal pasa por un amplificador NF, modelo HSA4011, con frecuencia de corte de 1 MHz, voltaje y corriente máximos RMS de 50 V y 1 A, respectivamente. Por último, el condicionador de señal utilizado es de marca PCB, modelo 480C02.

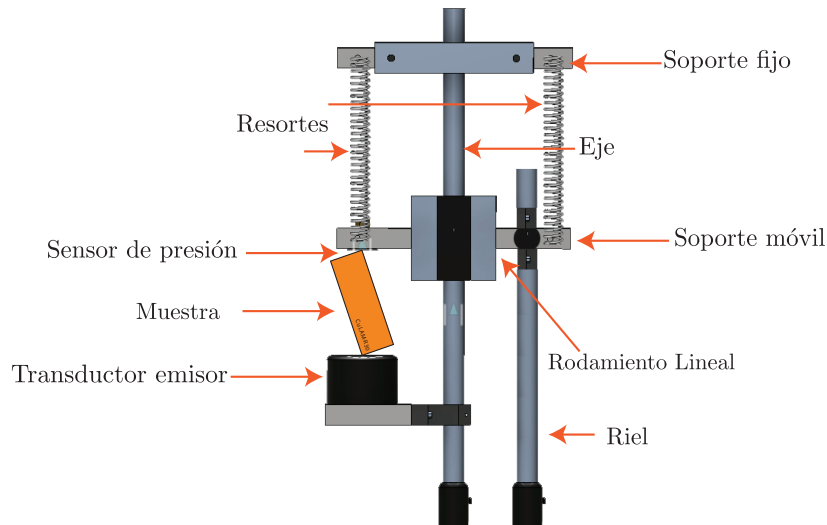


Figura 3.11: Estructura de duraluminio.

Los transductores son montados en una estructura de duraluminio como la que muestra la figura 3.11. Dicho montaje consta de una base para sostener el transductor emisor y dos soportes: uno fijo (pero ajustable), con cuatro resortes adosados a sus lados, todos de igual longitud y constante elástica. El segundo es un soporte móvil donde se posiciona el sensor de presión y está unido al primero mediante los resortes anteriormente mencionados. Este soporte está provisto de un rodamiento lineal que minimiza su roce con el eje, el cual es alimentado por un compresor que entrega un flujo de aire a presión constante (30 psi). Además, un riel ayuda a garantizar que su movimiento esté constreñido a la dirección del eje, sin permitirle rotaciones al rededor de éste. Por último, cabe destacar que la estructura está construida de forma simétrica, con el fin de evitar la aparición de torques sobre el soporte móvil.

El rodamiento lineal y los resortes ayudan a que el sensor de presión quede suspendido en un estado de equilibrio estable, lo que favorece la minimización del contacto entre la muestra y el sensor, y hace posible que cualquier esfuerzo necesario para sostener la muestra entre los transductores pueda ser caracterizado, como se observará más adelante. Sin embargo, lo anterior trae consigo que el montaje sea extremadamente sensible a vibraciones, corrientes de aire o cualquier otro tipo de perturbación externa. Para evitar tales alteraciones, la estructura está posicionada sobre una mesa de aislación de vibraciones THORLABS, serie PBH51506, y encerrada mediante paredes rígidas. Por otro lado, el compresor de aire utilizado es de marca VICDENT, modelo JW032B, usado comúnmente en clínicas dentales debido a su bajo nivel de ruido, y cuya presión es controlada mediante un regulador marca NORGREN, combinación que minimiza tanto las vibraciones producidas por procesos de llenado del tanque, como cambios de presión que pudieran afectar el comportamiento del rodamiento. Diferentes vistas del montaje real pueden observarse en la figura 3.12.

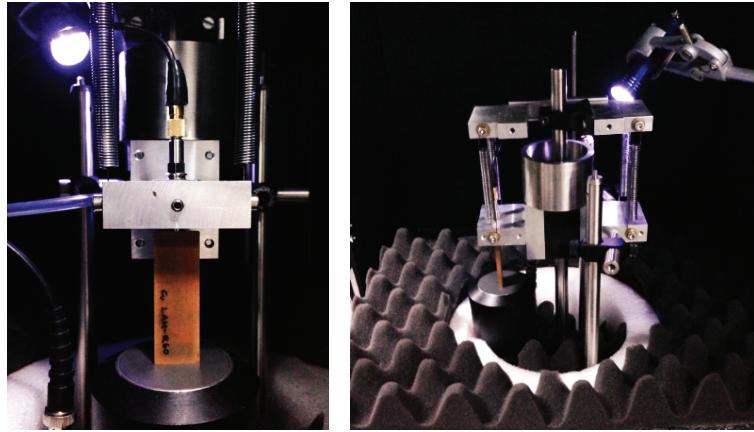


Figura 3.12: Fotografías del montaje experimental.

3.4.2. Comportamiento del montaje a diferentes rangos de frecuencia y de amplitud aplicada

El analizador de espectros puede enviar un barrido en frecuencia desde 0 kHz a 102.4 kHz y los transductores tienen sus frecuencias de resonancias centradas fuera de este rango. Sin embargo los demás componentes de la configuración podrían presentar respuestas anómalas en ciertos intervalos de frecuencia. En efecto, en la figura 3.13 puede observarse que cerca de los 19 kHz existe una respuesta extraña de los componentes electrónicos. Este comportamiento fue obtenido eliminando las conexiones a los sensores (figura 3.10) y conectando la salida del amplificador a la entrada de analizador de espectros. Es por esto que el rango de frecuencia que se estudiará estará entre los 20 kHz y los 102.4 kHz.

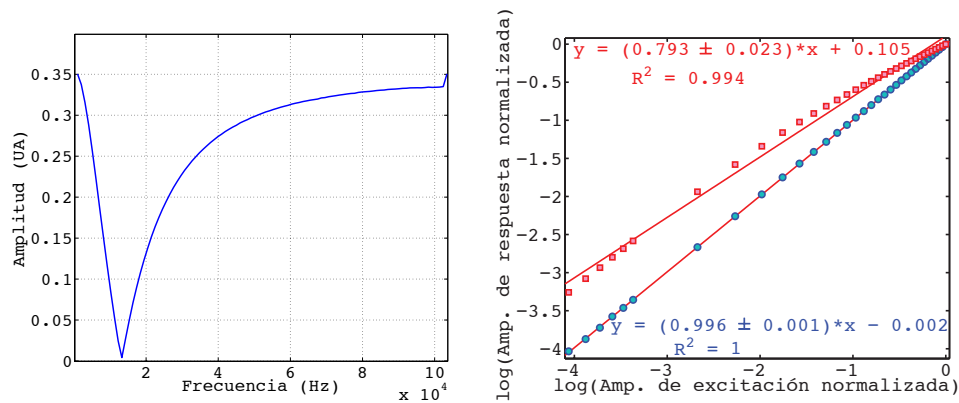


Figura 3.13: Izquierda: Respuesta de la electrónica a un barrido de frecuencias entre 5 kHz y 102.4 kHz, obtenida eliminando las conexiones a los sensores (figura 3.10) y conectando la salida del amplificador a la entrada del analizador de espectros. Puede observarse una respuesta anómala bajo los 20 kHz. Derecha: Los círculos azules representan la respuesta en amplitud obtenida al enfrentar los dos transductores (emisor y receptor) montados en la estructura de duraluminio (figura 3.11). La amplitud de excitación aplicada va desde los 0.5 V a los 30 V y se puede notar que la respuesta es lineal, observándose sólo un régimen, con exponente aproximadamente 0.996 ± 0.001 y $R^2 = 1$. Los cuadrados rojos representan el comportamiento en amplitud de una muestra del Grupo Cu, la que parece responder linealmente sólo en un rango de amplitud aplicada, ajustando un exponente 0.793 ± 0.023 y $R^2 = 0.994$.

Por otra parte, así como las muestras a estudiar presentan comportamientos no lineales sobre cierto nivel de esfuerzos aplicados, los componentes del montaje y de la electrónica también pueden exhibirlos. De no ser advertidos, la caracterización de las muestras podría ser errónea. La figura 3.13 muestra también la respuesta en amplitud del montaje experimental, la que es obtenida enfrentando en contacto el transductor emisor y el sensor. Puede observarse que la respuesta es lineal, con un exponente aproximadamente 1 (dentro de un error de 0.001), diferenciándose claramente del comportamiento al estudiar la respuesta de una muestra.

3.4.3. Protocolo experimental: posicionamiento de la muestra y preparación para una adquisición de datos

Uno de los objetivos primordiales de esta tesis consiste en lograr definir un protocolo experimental para la adquisición de datos que ayude tanto a la reproducibilidad de los resultados, como a la minimización de la contribución del montaje experimental al parámetro de no linealidad medido para cada muestra. Para lograr esto, es necesario tomar en cuenta diversos factores fundamentales: en primer lugar, las mediciones resultan ser sumamente sensibles a la posición de la muestra entre los transductores, como podrá observarse más adelante, por lo que fijar una metodología para colocar la muestra resulta ser trascendental para la reproducibilidad, comparación y análisis de los resultados. En segundo lugar, como ya se adelantó al hablar del montaje experimental, factores externos como corrientes de aire, vibraciones, cambios en la presión inyectada al rodamiento lineal y variaciones bruscas de temperatura, pueden afectar tanto la posición de la muestra, como el comportamiento de sus resonancias, por lo que es necesario evitarlos y minimizar de esa forma comportamientos aleatorios dependientes de agentes ajenos al experimento. Si bien el montaje logra cumplir en gran parte con tal objetivo, lo ideal es ser además cuidadosos e intentar medir en condiciones favorables, con bajo nivel de ruido ambiental, la menor cantidad de fuentes de vibraciones externas posibles, evitando tener cerca del experimento elementos que hagan variar la temperatura, situando el montaje lejos de corrientes de aire, por nombrar algunos ejemplos.

Posicionamiento de la muestra

En esta investigación se estudiaron dos formas de posicionar las muestras con el fin de optar por la que mejor lograra: la minimización de la contribución del montaje experimental al parámetro no lineal medido, reproducibilidad del experimento, y disminución de la disipación de energía por el material, con un consecuente aumento de la resolución de los datos obtenidos. Dichos posicionamientos consistieron en apoyar la muestra por sus vértices o por sus aristas, como muestra la figura 3.14.

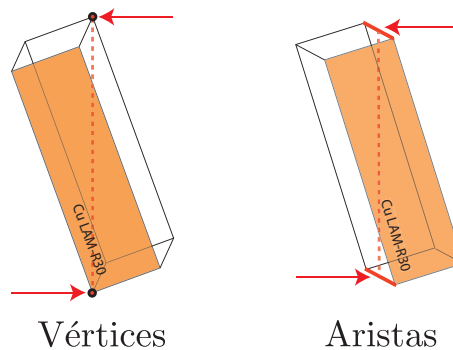


Figura 3.14: Posibles posicionamientos de la muestra.

La primera consideración a tener en cuenta en ambos casos, es que la muestra debe intentar situarse al centro del emisor en un extremo y al centro del receptor en el otro. Si bien esto es útil como referencia espacial, es importante para asegurar que las muestras reciban señales similares, ya que como se explicó con anterioridad al hablar de transductores, la intensidad de la señal emitida (o recibida) no será exactamente la misma en los diferentes puntos de sus superficies (aunque sí muy parecida).

La segunda consideración es que, cada vez que el experimento sea repetido, las muestras deben ser posicionadas de igual manera: en principio se cree importante apoyar la muestra desde el mismo par de vértices o aristas.

Un factor importante al posicionar la muestra entre los transductores es intentar minimizar y caracterizar la fuerza de contacto entre ellos. Para lograrlo, se determinó un método de posicionamiento que fue utilizado tanto para el apoyo por los vértices como por las esquinas. Éste consiste en situar la muestra sobre la superficie del emisor, haciendo contacto con una de sus caras. Luego el montaje es ajustado de manera tal que el sensor de presión no alcance a tocar la muestra, quedando muy cerca de ésta (aproximadamente 1 mm). Por último, la muestra es ladeada de forma que sus vértices o esquinas queden centrados con los transductores, como ejemplifica la figura 3.15. De esta manera el montaje ejerce una fuerza que permite mantener la muestra apoyada.

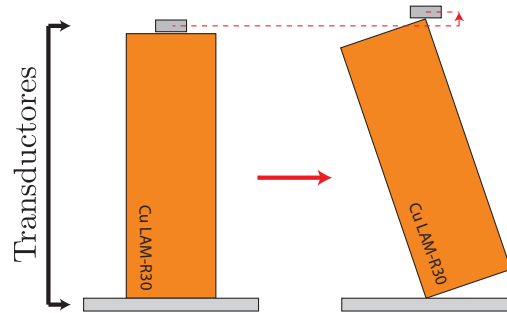


Figura 3.15: Ejemplo de posicionamiento de la muestra

Para obtener una aproximación de la fuerza ejercida por el montaje en ambos casos, se midió la constante elástica efectiva de los cuatro resortes y posteriormente se estimó la distancia de desplazamiento del soporte móvil al posicionar las muestras.

Realizando el posicionamiento por las aristas se encontró una fuerza aproximada de 0.6 N, mientras por los vértices la fuerza encontrada fue cercana a los 0.9 N, equivalentes a fuerzas originadas por cargas de alrededor de 60 g y 90 g, respectivamente. Para técnicas como RUS, la carga aconsejable no debe superar la masa de las muestras a estudiar, debido a que un cambio en la fuerza aplicada trae consigo un corrimiento de las resonancias, el que debe estar acotado en cierto rango para una correcta aplicación del método [2]. En esta investigación todas las muestras tienen una masa menor a la carga aplicada, condición que no es importante dado que en NRUS los parámetros buscados no están relacionados con la posición de las resonancias, sino con su comportamiento a diferentes amplitudes de excitación.

Preparación para una toma de datos

Independiente de la forma en que la muestra sea posicionada, o de la información que pretenda extraerse al analizar el comportamiento sus resonancias, el protocolo de preparación

del experimento es básicamente el mismo: el primer paso es encender el compresor y esperar a que llegue a su punto de llenado máximo. Luego se debe fijar el regulador en 30 psi para asegurar una presión constante durante todo el proceso de toma de datos. Una vez que se comprueba que el rodamiento lineal se desplaza libremente, el soporte móvil debe ajustarse dependiendo del grupo de muestras a estudiar, siguiendo el protocolo ejemplificado anteriormente (ver figura 3.15); la muestra es posicionada y el montaje es cerrado. Luego de esto, es necesario extraer su espectro de resonancia, para lo que se ajusta una ventana de 20 kHz a 100 kHz en el analizador de espectros y se realiza un barrido en frecuencia, con una amplitud de excitación típicamente de 0.5 V, proceso que debe repetirse para cada muestra del grupo. Una vez obtenidos todos los espectros, éstos deben compararse para así decidir qué resonancia será estudiada, como se observa en la figura 3.16. Es importante elegir una resonancia que pueda distinguirse claramente de las demás, ya que siempre deben compararse los comportamientos de un mismo modo resonante para cada grupo. Lo último es fundamental para una correcta comparación del parámetro no lineal buscado, dado que diferentes tipos de modos podrían evolucionar de maneras distintas dependiendo de cómo sea su respuesta particular al forzamiento ultrasónico.

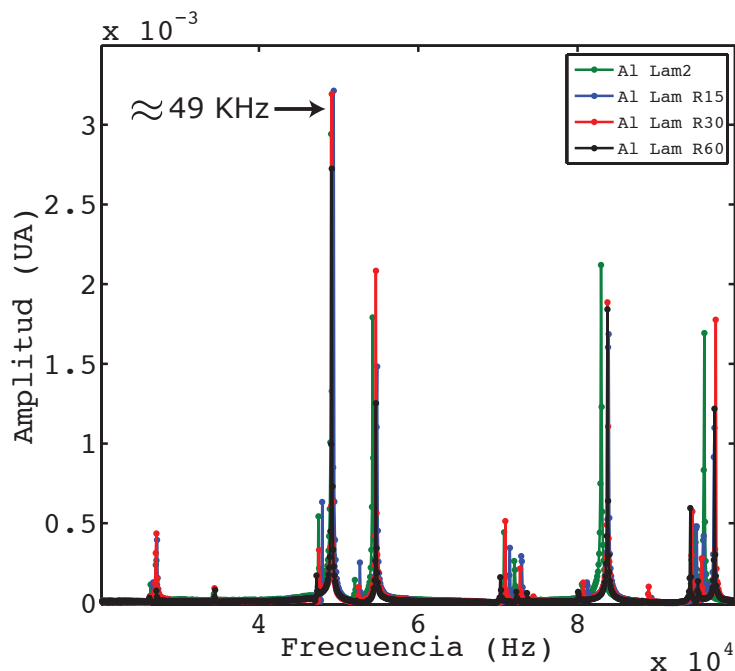


Figura 3.16: Obtención del espectro de resonancia en el rango de 20 kHz a 100 kHz para los cuatro elementos del Grupo Al-2. Se puede observar un desplazamiento de algunas resonancias, así como también la desaparición de otras. Finalmente se escoge para analizar una resonancia que sea visible en todas las muestras.

3.4.4. Protocolo de análisis de datos

Como se explicó anteriormente, la técnica NRUS se basa en caracterizar el comportamiento de una resonancia al ser excitada con amplitudes tales que se sobrepase el régimen de respuesta lineal. Por lo tanto, la excitación parte desde un nivel de bajo esfuerzo que es aumentado paulatinamente, observando en cada paso la posición del pico de resonancia (f) y calculando su corrimiento con respecto a su localización en el régimen lineal (f_0). Para tener una mayor

resolución entre los puntos adquiridos, los máximos y sus posiciones son obtenidos luego de ajustar un polinomio de grado tres a las curvas de resonancia. Por otro lado, f_0 es estimada en principio como el promedio de las frecuencias a baja amplitud de excitación. Luego los corrimientos se calculan como $(f - f_0)/f_0$. Una vez terminado el proceso, la curva obtenida al comparar el corrimiento de la resonancia y la amplitud aplicada debería mostrar al menos dos regiones: la primera con pendiente cero (régimen lineal) y la segunda con pendiente α diferente a cero (régimen no lineal), siendo dicha pendiente el parámetro de no linealidad buscado. Sin embargo, al realizar pruebas preliminares se observó que las curvas obtenidas no presentaban con claridad una región lineal, sino más bien regiones distinguibles con pendientes diferentes a cero, como muestra la figura 3.17.

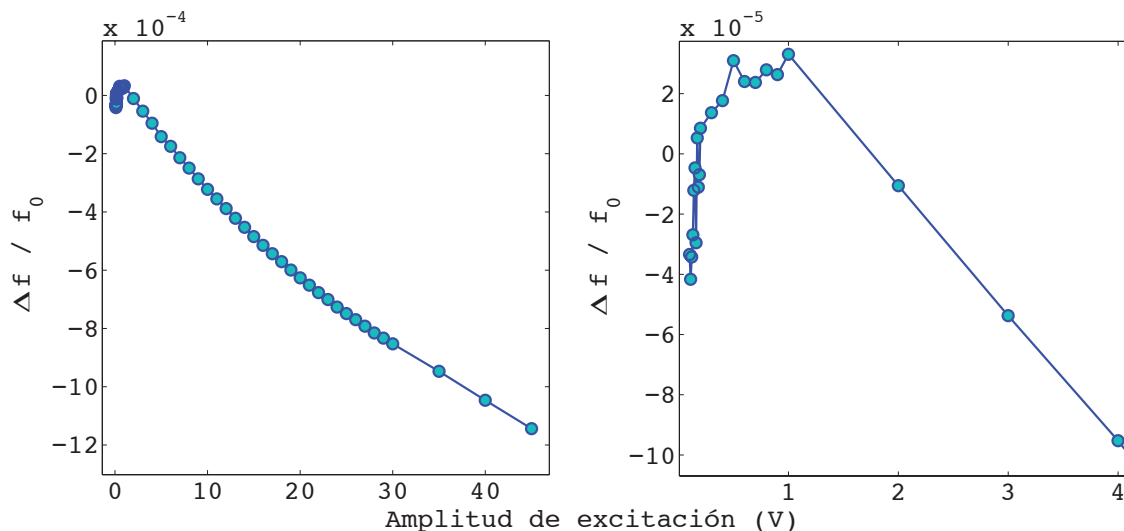


Figura 3.17: Izquierda: Curva de corrimiento de la frecuencia con respecto a la amplitud de excitación aplicada (0.1 V a 45 V). Se observan al menos dos regiones con comportamientos diferentes. Derecha: Corrimiento en los primeros puntos. No es posible determinar con claridad un rango de respuesta lineal.

Determinación de régimen lineal

Debido al corrimiento observado, la determinación del régimen lineal se dificulta si lo que se espera es obtener una región donde la frecuencia de resonancia se mantenga constante para cierto rango de excitación, por lo que en esta investigación se decide realizar aquel análisis en base a la respuesta en amplitud de las resonancias. En el capítulo 5 lo que se estudia para determinar el régimen lineal es el exponente de la amplitud de respuesta, buscándose en qué punto se diferencia de un valor cercano a 1. Para esto, el procedimiento de análisis consta del ajuste paulatino de datos por una recta, partiendo desde los tres primeros y observando cómo evoluciona la curva ajustada, esperándose que a partir de cierto punto dicho ajuste arroje coeficientes que evidencien una desviación cada vez mayor de la curva experimental. Tales coeficientes son los valores de SSE (suma de cuadrados debida a error). La expresión para el cálculo de dicho factor es

$$SSE = \sum_{i=1}^n w_i (y_i - \hat{y}_i)^2. \quad (3.2)$$

Valores SSE cercanos a cero indican que el modelo tiene un componente de error aleatorio pequeño y serán éstos los tomados en cuenta para la determinación del régimen lineal (ver figura 3.18).

La figura 3.19 muestra el rango en que se logra ajustar un exponente cercano a 1 para la respuesta en amplitud de una muestra.

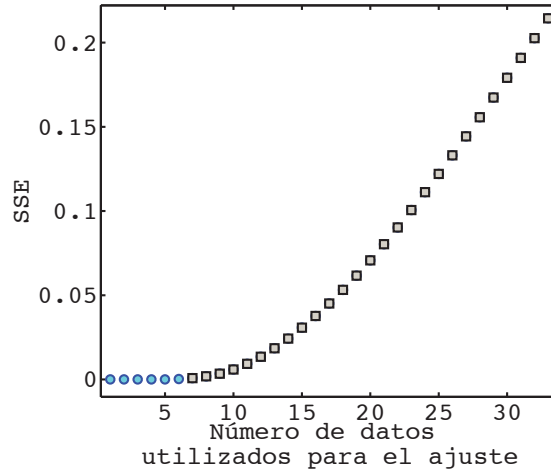


Figura 3.18: Valores del coeficiente SSE con respecto al número de datos utilizados para el ajuste. Se resalta el rango de datos en que el valor de los coeficientes se mantiene constante, cercano a sus valores óptimos para un ajuste lineal.

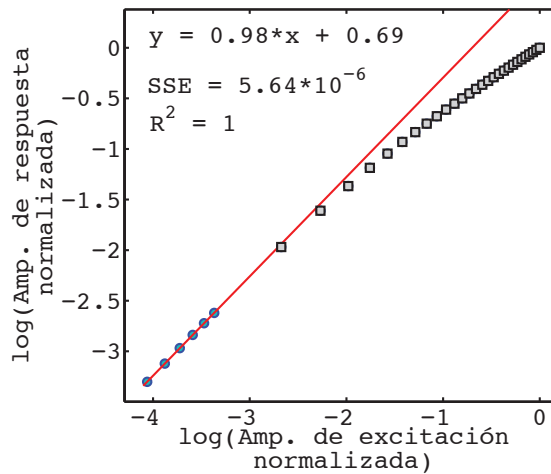


Figura 3.19: Determinación del rango de amplitud de excitación con respuesta lineal basado en la amplitud de la resonancia. El voltaje aplicado está en el rango de 0.5 V y 1 V

Evolución temporal de resonancias

El fenómeno observado en la figura 3.17 trae consigo mayores consecuencias que la imposibilidad de determinar un régimen lineal. La figura 3.20 muestra la evolución de una resonancia en un tiempo de 25 minutos. La muestra corresponde a un elemento del Grupo Al-1 y la amplitud de excitación se mantuvo constante a 1 V. En tal caso se observa un corrimiento

cercano a un 0.01% con respecto a la resonancia estudiada, el que podría perfectamente encontrarse dentro del orden de los corrimientos encontrados debidos a comportamientos no lineales. En principio se esperó que tal evolución fuese caracterizable, y de tal forma corregible. Sin embargo reiteradas mediciones dieron cuenta de que no existía una velocidad de corrimiento típica ni tampoco una saturación de la frecuencia.

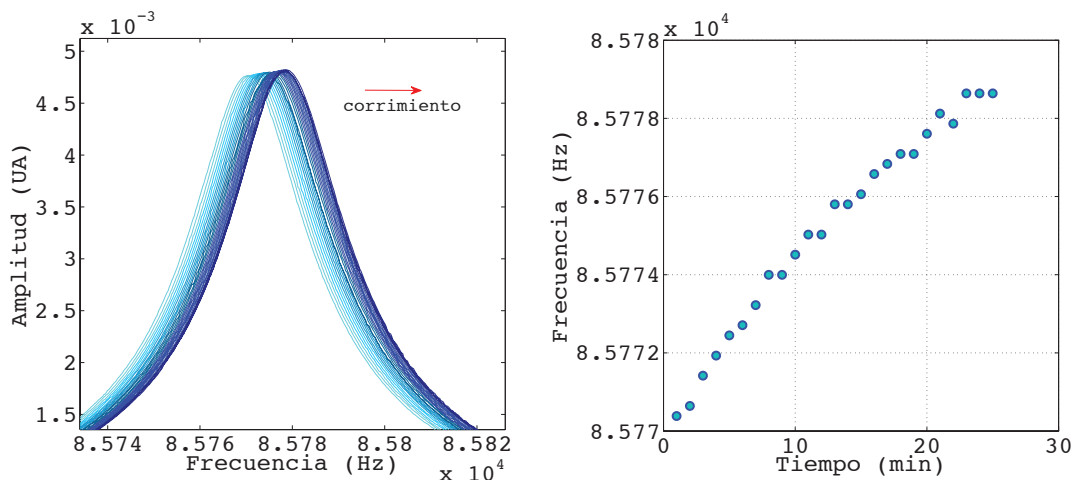


Figura 3.20: Evolución temporal a amplitud de excitación constante (1 V) de una resonancia particular (muestra “Al-1 Original”). El tiempo total corresponde a 25 minutos.

Causas de este corrimiento podrían ser: desplazamientos a nivel de contacto muestra - transductores, dependencia de los módulos elásticos con la temperatura, dilataciones térmicas, procesos de recuperación lenta del material luego de la aplicación de esfuerzos, entre otros. A continuación se muestra que efectivamente existe una relación entre el corrimiento visto y leves cambios en la temperatura ambiente.

Estudio del corrimiento de frecuencia

En esta investigación se realiza una breve indagación sobre los factores ambientales que producen el corrimiento de frecuencia natural de la resonancia, sometida a una amplitud de excitación constante. Como se dijo anteriormente, dentro de las posibilidades que se barajan están procesos de recuperación lenta, reacomodamiento constante del contacto muestra-transductor, fenómenos vinculados al comportamiento de los transductores en el tiempo (y de la electrónica en general) y, la que se estudia en esta ocasión, la temperatura.

Como se observa al hablar de los protocolos experimentales, medidas cortas en el tiempo revelan corrimientos cercanos al 0.01% de la resonancia (ver figura 3.20). Con el fin de estudiar la relación entre cambios de temperatura y la posición de la resonancia, se miden simultáneamente ambos factores, durante tres días y medio. La figura 3.21 muestra los resultados obtenidos. Se observa claramente una relación inversa que es corroborada en la figura 3.22. En la primera imagen de dicha figura son diferenciados los ciclos en que la tendencia de la temperatura cambia. Se puede ver que la resonancia no vuelve a posicionarse en su frecuencia inicial al volver a la temperatura de origen. Esto puede significar que han ocurrido reacomodamientos de la muestra en el montaje, que el material sufre un proceso de recuperación lenta, o que existe otro mecanismo que mueve la resonancia de su posición. De todas formas se

obtiene información relevante sobre el impacto de la temperatura en las constantes elásticas y de la sensibilidad del método a este factor.

Es importante añadir además que el corrimiento observado alcanzó una diferencia entre los valores máximo y mínimo en frecuencia de aproximadamente 45 Hz con una variación de temperatura cercana a 1.5°C . Al ajustar una recta al set total de datos, se espera que el corrimiento sea de aproximadamente 20 Hz por grado, pudiendo diferenciarse con claridad cambios debidos a variaciones en la décima de grado.

Cabe destacar que las mediciones exhibidas son realizadas durante un período de inactividad dentro del laboratorio, por lo tanto durante días hábiles se pueden esperar variaciones debidas a el calor emanado por equipos, aire acondicionado, corrientes de aire, que aparecen de manera aleatoria provocando inesperados corrimientos que podrían ser mayores a los medidos.

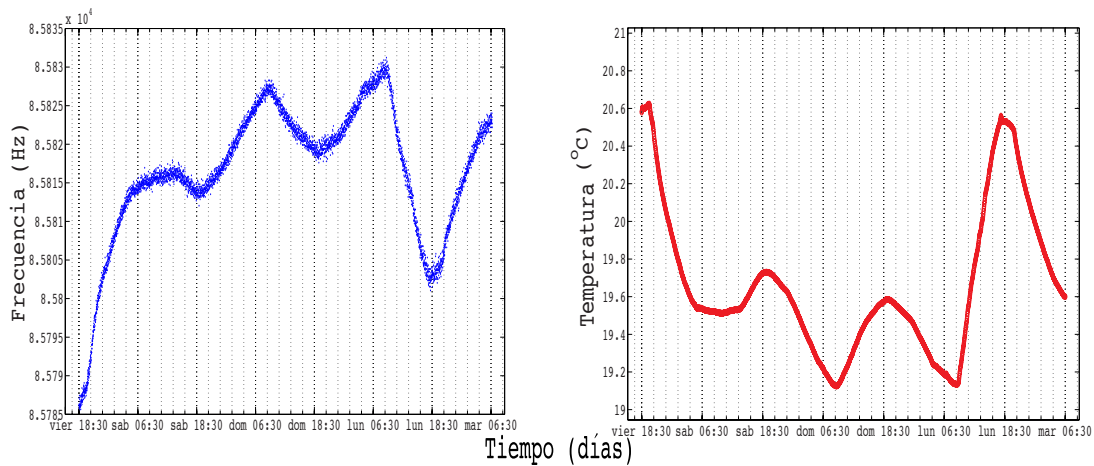


Figura 3.21: Mediciones de frecuencia de resonancia y temperatura durante tres días y medio. Izquierda: corrimiento de la frecuencia a un nivel de excitación constante. Derecha: medición del cambio de la temperatura ambiente.

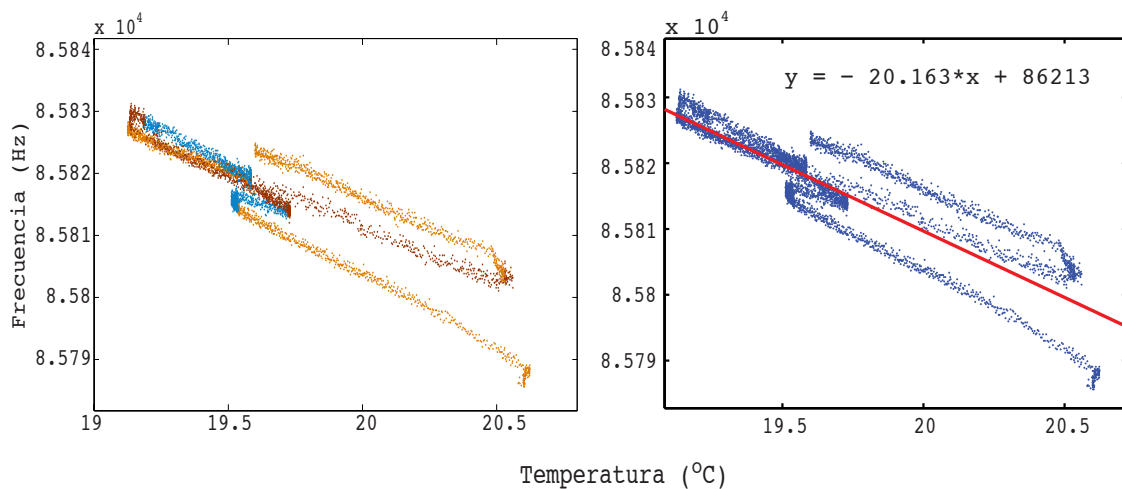


Figura 3.22: Relación entre frecuencia de resonancia y temperatura. Derecha: diferenciación mediante colores de los cambios en la tendencia de la temperatura. Izquierda: ajuste de una recta para estimar la relación existente entre ambos factores. Se observa que a igual temperatura la frecuencia de resonancia no regresa a su posición, evidenciando la existencia de otros factores que producen su corrimiento.

Corrección y ajuste de curvas

El grupo de investigadores Sylvain Hauptert, Paul A. Johnson y Pascal Laugier [31] observó también en sus trabajos el comportamiento anteriormente descrito, y se propuso un método que permitiera corregir la influencia de la evolución temporal.

El método de corrección propuesto, y que será utilizado en esta investigación, consiste en intercalar entre cada aumento de amplitud, una medida de la resonancia a la amplitud más baja. De esta manera se obtiene un par de frecuencias f_i y f_{0i} en cada paso, calculándose el corrimiento no con una frecuencia fija f_0 como referencia, sino con una que evoluciona en el tiempo, de la manera $(f_i - f_{0i})/f_{0i}$. En la figura 3.23 se puede observar el impacto de esta corrección en una medida tomada para el Grupo Al-1. Por un lado, la figura 3.23 (izquierda) muestra la curva obtenida mediante la manera estándar. Se puede observar que, eliminando los puntos que se consideran dentro del régimen lineal, (amplitud < 1 V) el ajuste lineal arroja $R^2 = 0.978$. Por otra parte, la figura 3.23 (derecha) muestra la misma curva anteriormente mencionada, pero corregida. Se observa un incremento del coeficiente R^2 , que toma el valor de $R^2 = 0.99$.

En las curvas expuestas en la figura 3.23, las que han sido obtenidas a partir de una sola realización, el número de datos adquiridos por resonancia es de al rededor de 1500, tardando cerca de 60 s la obtención de cada una. Es decir, si se incrementa la excitación aplicando 30 amplitudes distintas, una toma de datos completa tardará aproximadamente 60 minutos, tiempo suficiente para tener un corrimiento natural del orden del corrimiento debido a efectos no lineales. Es por esto que, además de realizar la corrección anteriormente descrita, se decide disminuir el número de puntos, con el fin de minimizar aun más la influencia de las condiciones ambientales. Para lo anterior, se estudia el coeficiente R^2 al realizar el ajuste lineal a la curva de corrimiento de frecuencia con respecto a la amplitud de excitación aplicada. Tal coeficiente es contrastado con el número de datos adquiridos, el que va ligado al tiempo de adquisición de datos (0.04 s por punto, aproximadamente).

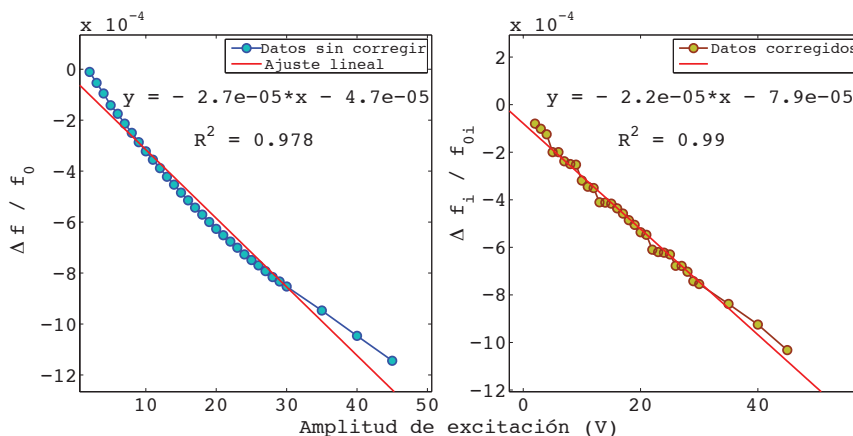


Figura 3.23: Izquierda: Se muestra la misma curva que en la figura 3.17, pero eliminando los primeros datos (régimen lineal). Se observa que el coeficiente R^2 del ajuste lineal tiene un valor de $R^2 = 0.978$. Derecha: Curva corregida. El valor de R^2 corresponde ahora a $R^2 = 0.99$. Ambas curvas han sido obtenidas a partir de una sola realización.

La figura 3.24 muestra dicha comparación. Como se dijo en un principio, la obtención del máximo de una resonancia se lleva a cabo luego de ajustar la curva por medio de un polinomio

cúbico, con el fin de aumentar la precisión. El número de puntos para hacer el ajuste de las resonancia por medio del polinomio es del 20 % del total adquirido en cada caso. Las curvas de corrimiento estudiadas constan de 34 pasos de amplitud, manteniéndose un coeficiente R^2 superior a 0.99 en todas. Sin embargo, se puede observar que a bajo número de puntos (20–30) el coeficiente R^2 es notoriamente menor que para el resto, lo que puede deberse a que la baja resolución dificulta un correcto ajuste de la resonancia y consiguiente determinación del máximo y su posición. A partir de los 30 puntos se puede apreciar una región con un comportamiento relativamente plano. Basado en la repetición de la medición, tomando el análisis anterior en cuenta, y con el fin de utilizar el menor tiempo de adquisición posible, se optó por adquirir 30 puntos, demorando aproximadamente 1 s por resonancia y poco más de 1 minuto por curva de corrimiento.

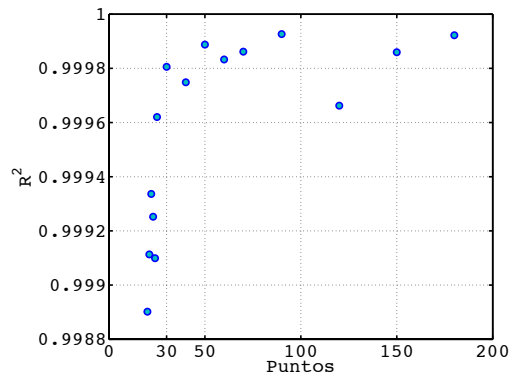


Figura 3.24: Número de datos adquiridos en relación con el parámetro R^2 medido al realizar los ajustes lineales a las curvas de corrimiento.

La figura 3.25 muestra en primer lugar un ejemplo del comportamiento de una resonancia para un elemento del Grupo Cu al ser excitado con diferentes amplitudes, las que van desde 0.5 V a 29 V en 34 pasos, curvas que fueron obtenidas con 30 puntos de adquisición cada una. En segundo lugar, la figura 3.25 muestra un ajuste por medio de un polinomio de grado tres, donde los puntos utilizados para realizar el ajuste corresponden al 20 % del total, en este caso 6 puntos, los que son distribuidos al rededor del punto de amplitud máxima adquirido.

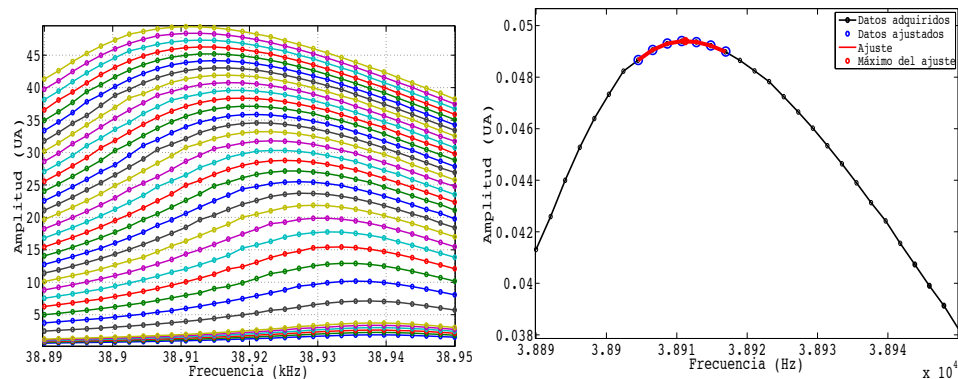


Figura 3.25: Izquierda: Ejemplo de corrimiento de la resonancia para diferentes amplitudes de excitación. Derecha: Ajuste de una curva de resonancia, para una amplitud de excitación de 30 V. El número de puntos para realizar el ajuste corresponde al 20 % del total de datos adquiridos.

Capítulo 4

Resultados y análisis (TOF)

En este capítulo se estudian en primer lugar las velocidades transversal y longitudinal para los tres grupos, las que son comparadas con lo obtenido mediante RUS. Una vez obtenidas las velocidades, y utilizando las aproximaciones expuestas en [4], se estima una densidad de dislocaciones Λ_{TOF} que es comparada con lo medido utilizando XRD (tablas 3.1, 3.3 y 3.4).

4.1. Velocidad longitudinal

A continuación se exponen los resultados para el cálculo de la velocidad longitudinal de propagación de onda. Las tablas 4.1, 4.2 y 4.3 muestran la dimensión recorrida (lado a de las muestras, figura 3.1), el tiempo de vuelo adquirido y la velocidad con su respectivo error. Los resultados son obtenidos en base a diez reposicionamientos de la muestra.

Existen dos medidas de error que pueden ser asociadas a las velocidades obtenidas. La primera tiene que ver con el error experimental debido a los instrumentos de medición y la segunda con la dispersión al realizar repeticiones del experimento. Se decide utilizar el segundo, ya que proporciona información sobre la reproducibilidad de la experiencia. De todas formas se calcula el porcentaje de error aportado por los instrumentos, para tener una noción de la influencia de ellos.

La tabla 4.1 muestra los resultados para el grupo Al-1. Se calcula en primer lugar que el error experimental asociado a los instrumentos utilizados es cercano al 0.25 % de la velocidad medida, mientras que la dispersión relacionada con la realización del experimento presenta valores que van desde el 0.23 % al 0.35 %.

Parámetro	Al-1 Original	Al-1 R5 hrs	Al-1 R10 hrs	Al-1 Lam 33 %	Al-1 Lam 43 %
Lado a (cm)	1.001 ± 0.001	1.001 ± 0.001	1.003 ± 0.001	1.002 ± 0.001	0.999 ± 0.001
Tiempo (μ s)	1.879 ± 0.004	1.882 ± 0.004	1.886 ± 0.004	1.891 ± 0.004	1.889 ± 0.004
v_l (m/s)	5328 ± 16	5318 ± 14	5317 ± 14	5298 ± 12	5287 ± 18

Tabla 4.1: Resultados para el grupo Al-1 para el envío de ondas longitudinales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. El error asociado a los instrumentos utilizados es cercano al 0.25 %. Se calcula la velocidad longitudinal con un error asociado a la dispersión observada.

En la tabla 4.2 se exponen los resultados para el grupo Al-2. Los instrumentos aportan con un error aproximado del 0.4 %, mientras que la dispersión va del 0.35 % al 1.4 %.

Parámetro	Al-2 Lam	Al-2 Lam R15	Al-2 Lam R30	Al-2 Lam R60
Lado a (cm)	0.501 ± 0.001	0.503 ± 0.001	0.499 ± 0.001	0.497 ± 0.001
Tiempo (μs)	1.12 ± 0.004	1.111 ± 0.004	1.098 ± 0.004	1.092 ± 0.004
v_l (m/s)	4475 ± 59	4529 ± 25	4546 ± 23	4552 ± 16

Tabla 4.2: Resultados para el grupo Al-2 para el envío de ondas longitudinales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. El error experimental debido a los instrumentos es cercano al 0.4 % de la velocidad medida. Se calcula la velocidad longitudinal con un error asociado a la dispersión observada.

Finalmente la tabla 4.3 muestra los resultados para el grupo Cu, donde la dispersión aporta con errores de 0.45 % al 1 % y los instrumentos con un 0.43 % de error, aproximadamente.

Parámetro	Cu Lam	Cu Lam R15	Cu Lam R30	Cu Lam R60
Lado a (cm)	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.392 ± 0.001
Tiempo (μs)	1.158 ± 0.004	1.14 ± 0.004	1.132 ± 0.004	1.118 ± 0.004
v_l (m/s)	3463 ± 21	3519 ± 35	3541 ± 26	3506 ± 16

Tabla 4.3: Resultados para el grupo Cu para el envío de ondas longitudinales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. Los instrumentos utilizados aportan con un error cercano al 0.43 %. Se calcula la velocidad longitudinal con un error asociado a la dispersión observada.

La figura 4.1 contiene los gráficos de la velocidad encontrada para cada muestra de cada grupo. No se observa ningún orden, debido a las grandes barras de error, pero sí se puede destacar que la velocidad longitudinal medida es menor que la obtenida mediante RUS, lo que será analizado más adelante. Cabe resaltar además que todas las mediciones tienen un error independiente de la realización y proporcionado por los instrumentos, mayor al 0.1 %.

4.2. Velocidad transversal

En esta sección se exponen los resultados correspondientes a la velocidad transversal de propagación de onda. Las tablas 4.4, 4.5 y 4.6 muestran la dimensión recorrida (lado a de las muestras, figura 3.1), el tiempo de vuelo adquirido y la velocidad con su respectivo error. Los resultados son obtenidos en base a diez reposicionamientos de la muestra.

Nuevamente el error asociado a las mediciones es el correspondiente a la dispersión, por las mismas razones expuestas en la sección anterior.

La tabla 4.4 muestra los resultados obtenidos para el grupo Al-1. El error relacionado a los instrumentos es de alrededor del 0.2 % de la velocidad, y la dispersión tiene un valor mínimo correspondiente a menos del 0.1 % y un máximo de 0.4 %.

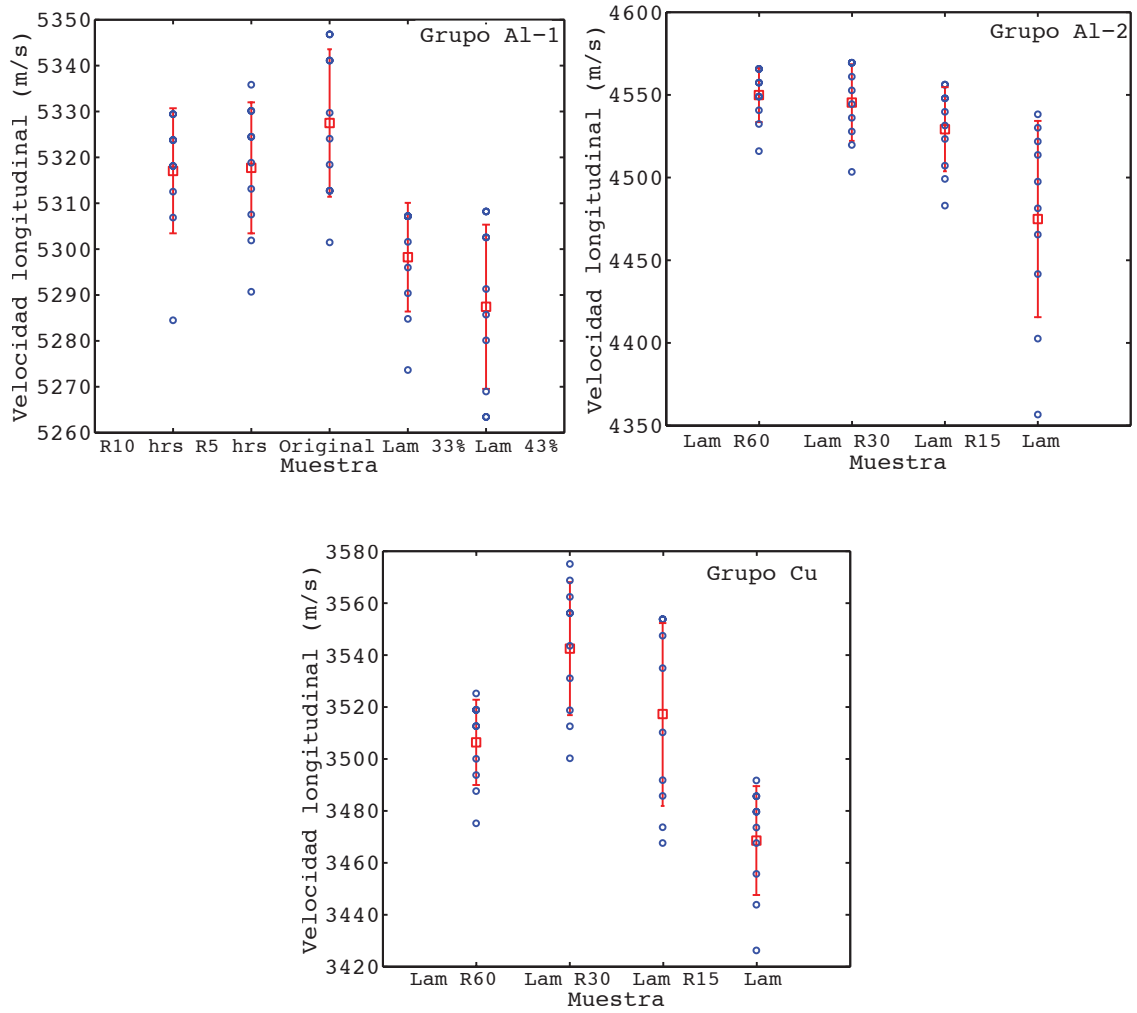


Figura 4.1: Velocidad longitudinal medida para los tres grupos. Se obtiene una tendencia a la disminución de la velocidad de propagación longitudinal, pero con grandes barras de error debido a la dispersión. Más adelante se puede corroborar que las velocidades obtenidas son menores a las adquiridas utilizando RUS.

Parámetro	Al-1 Original	Al-1 R5 hrs	Al-1 R10 hrs	Al-1 Lam 33 %	Al-1 Lam 43 %
Lado a (cm)	1.001 ± 0.001	1.001 ± 0.001	1.003 ± 0.001	1.002 ± 0.001	0.999 ± 0.001
Tiempo (μs)	3.264 ± 0.004	3.259 ± 0.004	3.28 ± 0.004	3.28 ± 0.004	3.279 ± 0.004
v_t (m/s)	3066 ± 2	3072 ± 3	3058 ± 11	3055 ± 3	3046 ± 1

Tabla 4.4: Resultados para el grupo Al-1 para el envío de ondas transversales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. El error asociado a los instrumentos utilizados es cercano al 0.2%. Se calcula la velocidad transversal con un error asociado a la dispersión observada.

La tabla 4.5 exhibe los resultados obtenidos para el grupo Al-2. El error instrumental es cercano al 0.3%. La dispersión aporta con un error mínimo del 0.2% y un máximo cercano al 0.8%.

Parámetro	Al-2 Lam	Al-2 Lam R15	Al-2 Lam R30	Al-2 Lam R60
Lado a (cm)	0.501 ± 0.001	0.503 ± 0.001	0.499 ± 0.001	0.497 ± 0.001
Tiempo (μs)	1.706 ± 0.004	1.689 ± 0.004	1.687 ± 0.004	1.679 ± 0.004
v_t (m/s)	2936 ± 22	2979 ± 6	2957 ± 17	2960 ± 10

Tabla 4.5: Resultados para el grupo Al-2 para el envío de ondas transversales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. El error experimental debido a los instrumentos es cercano al 0.3 % de la velocidad medida. Se calcula la velocidad longitudinal con un error asociado a la dispersión observada.

Por último, en la tabla 4.6 se exponen los resultados para el grupo Cu. El error asociado a los instrumentos utilizados es cercano al 0.33 %. La dispersión tiene un valor mínimo correspondiente al 0.1 % y un máximo de un 0.4 %.

La figura 4.2 muestra los resultados obtenidos para los tres grupos. El grupo Al-2 no muestra ninguna tendencia clara, mientras que los grupos Al-1 y Cu sí lo hacen. El primero muestra el comportamiento intuitivamente esperado: exceptuando la muestra “Al-1 R10 hrs”, las velocidades transversales están ordenadas de manera que las menores son de las muestras laminadas, las mismas que se espera hayan generado dislocaciones gracias al tratamiento realizado sobre ellas. Sin embargo, el grupo Cu muestra un orden inverso, en que la muestra laminada es la que presenta una mayor velocidad de propagación, y las recocidas, si bien no se distinguen entre sí, se diferencian claramente de la laminada presentando una velocidad un 5 % menor. Nuevamente se puede destacar que las velocidades transversales medidas son menores a las obtenidas mediante RUS, como se ve más adelante, y que el error asociado a la instrumentación utilizada es siempre mayor al 0.2 %.

Parámetro	Cu Lam	Cu Lam R15	Cu Lam R30	Cu Lam R60
Lado a (cm)	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.392 ± 0.001
Tiempo (μs)	1.793 ± 0.004	1.883 ± 0.004	1.908 ± 0.004	1.832 ± 0.004
v_t (m/s)	2237 ± 3	2130 ± 4	2102 ± 8	2139 ± 5

Tabla 4.6: Resultados para el grupo Cu para el envío de ondas transversales, obtenidos del promedio de diez realizaciones. Se exponen la distancia recorrida y el tiempo de vuelo adquirido, ambos con sus respectivos errores. Los instrumentos utilizados aportan con un error cercano al 0.33 %. Se calcula la velocidad transversal con un error asociado a la dispersión observada.

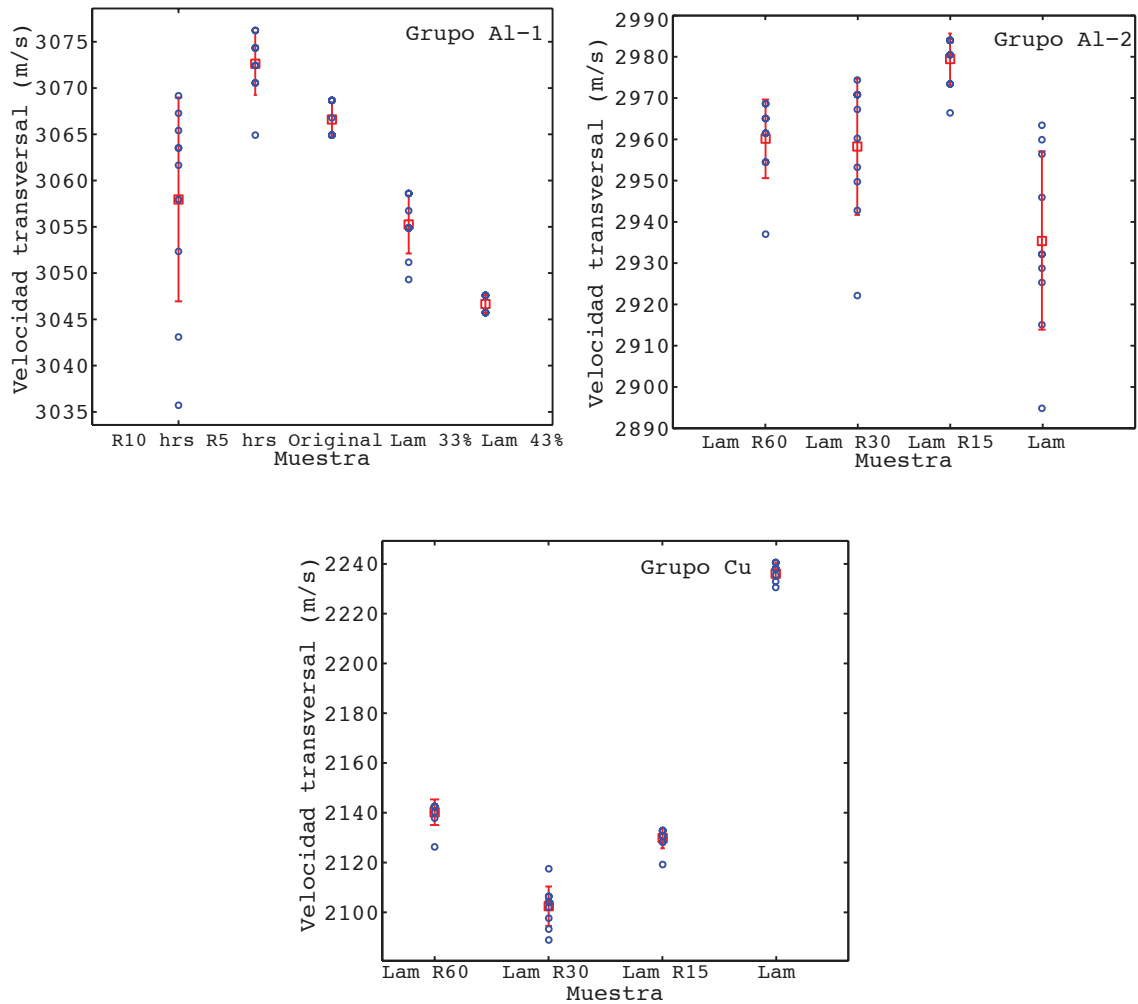


Figura 4.2: Velocidad transversal medida para los tres grupos. Los grupos Al-1 y Cu evidencian cierta tendencia. Mientras el primero muestra un decremento en la velocidad en la dirección esperada, el segundo evidencia una clara diferenciación entre la muestra laminada y las recocidas, pero en dirección contraria a lo esperado. El grupo Al-2 muestra una tendencia a la disminución de la velocidad a mayor densidad de dislocaciones, pero con grandes barras de error asociadas.

4.3. Comparación con lo obtenido mediante RUS

En esta sección se comparan las velocidades transversales obtenidas mediante la técnica de pulsos con las adquiridas utilizando RUS. La razón por la que se trabaja con la velocidad transversal es, como ya se ha dicho con anterioridad, que la técnica RUS ha demostrado ser mucho más precisa para la determinación de la constante elástica C_{44} [10], luego la teoría que relaciona la densidad de dislocaciones con la velocidad de propagación de la onda en un material arroja una mejor predicción si se utiliza dicha velocidad.

La figura 4.3 corresponde a uno de los resultados obtenidos por María Teresa Cerda utilizando RUS sobre el grupo Al-1 [4]. Tales resultados evidencian una tendencia para la velocidad transversal con respecto a la densidad de dislocaciones, la que concuerda con la esperada según los tratamientos recibidos por las distintas muestras del grupo. A partir de los valores de las constantes elásticas C_{11} y C_{44} contenidos en las tablas 1.1 y 1.2, se calcula la velocidad

transversal de propagación para los distintos grupos y muestras, velocidad que es contrastada con la obtenida mediante la técnica de pulsos, expuesta en las tablas 4.4, 4.5 y 4.6.

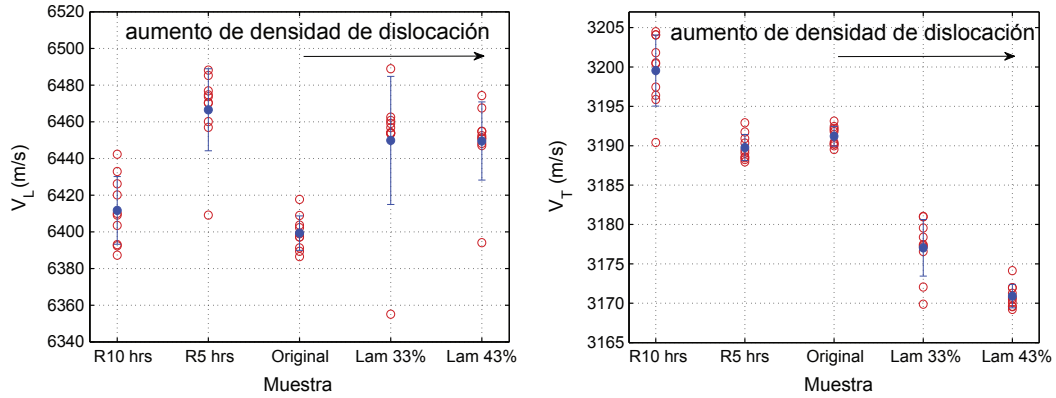


Figura 4.3: Velocidad longitudinal y transversal medida utilizando RUS para el grupo Al-1, con una estadística de diez posicionamientos de la muestra cada una. (Gráficos extraídos de [4])

La figura 4.4 muestra la comparación entre los resultados RUS y TOF para el grupo Al-1. En este caso, las velocidades adquiridas por RUS son calculadas en base a diez posicionamientos de la muestra, a diferencia de las correspondientes a los demás grupos, en que sólo se tiene un posicionamiento por elemento. Se observa la existencia de una correspondencia lineal entre ambos resultados, salvo por la muestra “Al-1 R10 hrs”.

Por otra parte, en la figura 4.5 se muestra lo obtenido para los grupos Al-2 y Cu. Para estos grupos las velocidades adquiridas mediante RUS son calculadas en base a un posicionamiento, razón por la que su error puede ser mayor. Mientras el primero muestra una clara correspondencia lineal entre ambas mediciones, el segundo no evidencia nada, lo que puede deberse a la carencia de las constantes elásticas para la muestra “Cu Lam”, justamente aquella que podría mostrar cambios significativos de comportamiento, según lo observado en la figura 4.2.

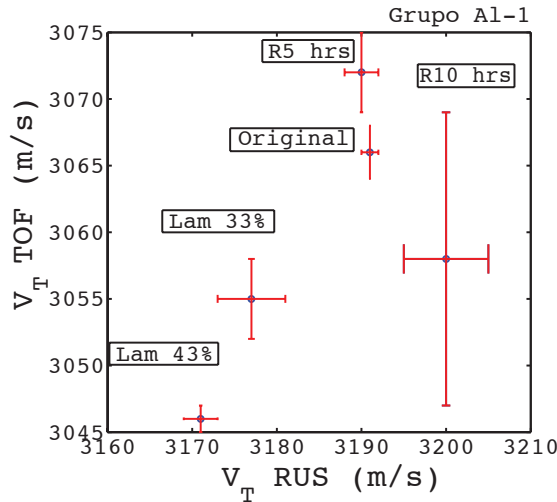


Figura 4.4: Comparación entre la velocidad transversal obtenida mediante TOF y RUS para el grupo Al-1. Ambas mediciones se realizaron con una estadística sobre diez posicionamientos de la muestra.

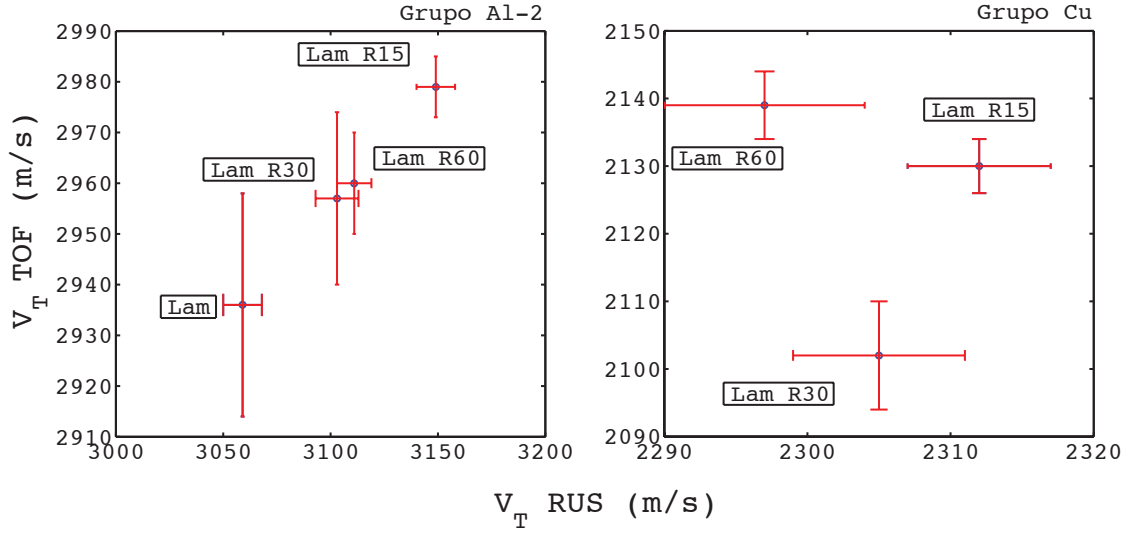


Figura 4.5: Comparación entre la velocidad transversal obtenida mediante TOF y RUS para los grupos Al-2 y Cu. Mientras los resultados correspondientes a la técnica de pulsos se calculan en base a la estadística de diez posicionamientos de la muestra, los de RUS se calculan en base a un posicionamiento, razón por la que puede haber un mayor error asociado a las medidas.

Se puede notar además que las velocidades obtenidas por RUS son mayores a las obtenidas mediante TOF. Las diferencias son de un 4% en el caso del grupo Al-1, 5% para el grupo Al-2 y 8% para el caso del grupo Cu. Esto concuerda con la teoría propuesta por Maurel *et al.*, (1.1) y (1.2), en que la velocidad de propagación de onda está relacionada con la frecuencia de excitación. En este caso, mientras la técnica de pulsos envía señales a frecuencias del orden de los MHz, RUS lo hace en los kHz, por lo que puede existir una variación significativa en los resultados, tal y como se evidencia para todos los grupos estudiados.

4.4. Cálculo de la densidad de dislocaciones

Según lo visto en los capítulos 1 y 2, al revisar la relación existente entre la densidad de dislocaciones y la velocidad de propagación de ondas transversales en medios con dislocaciones, fue posible obtener una aproximación a dicha densidad a partir de las medidas experimentales realizadas con RUS. Siguiendo la misma idea, a continuación se replica la tabla 1.3 para los tres grupos de muestras, pero utilizando la información obtenida mediante TOF. Las tablas 4.7, 4.8 y 4.9 muestran los resultados al realizar el cálculo propuesto en la ecuación 1.7.

Parámetro	R10 hrs - R5hrs	R5 hrs - Original	Original - Lam 33%	Lam 33% - Lam 43%
$\frac{\Delta v_t}{\langle v_t \rangle} \times 10^3$	-4.6 ± 4.6	2 ± 1.6	3.6 ± 1.6	3 ± 1.3
$\Delta(nL^3)$	-0.28 ± 0.28	0.12 ± 0.1	0.22 ± 0.1	0.18 ± 0.08

Tabla 4.7: Medidas TOF de las densidades de dislocaciones relativas para el grupo Al-1. TOF mide la diferencia Δv_t en la velocidad de ondas transversales entre las diferentes muestras, información contenida en la tabla 4.4. Los resultados son expuestos en la primera línea, relativos al promedio aritmético $\langle v_t \rangle$ de cada par de valores. Utilizando tales resultados y la ecuación 1.7 se obtiene la diferencia en densidad de dislocaciones $\Delta(nL^3)$.

Parámetro	Lam - Lam R15	Lam R15 - Lam R30	Lam R30 - Lam R60
$\frac{\Delta v_t}{\langle v_t \rangle} \times 10^3$	14.5 ± 9.5	7.4 ± 7.7	1 ± 9.1
$\Delta(nL^3)$	-0.89 ± 0.58	0.45 ± 0.47	-0.06 ± 0.56

Tabla 4.8: Medidas TOF de las densidades de dislocaciones relativas para el grupo Al-2. TOF mide la diferencia Δv_t en la velocidad de ondas transversales entre las diferentes muestras, información contenida en la tabla 4.5. Los resultados son expuestos en la primera línea, relativos al promedio aritmético $\langle v_t \rangle$ de cada par de valores. Utilizando tales resultados y la ecuación 1.7 se obtiene la diferencia en densidad de dislocaciones $\Delta(nL^3)$.

Parámetro	Lam - Lam R15	Lam R15 - Lam R30	Lam R30 - Lam R60
$\frac{\Delta v_t}{\langle v_t \rangle} \times 10^3$	49 ± 3.2	13.2 ± 5.7	17.4 ± 6.1
$\Delta(nL^3)$	2.98 ± 0.2	0.81 ± 0.35	-1.06 ± 0.37

Tabla 4.9: Medidas TOF de las densidades de dislocaciones relativas para el grupo Cu. TOF mide la diferencia Δv_t en la velocidad de ondas transversales entre las diferentes muestras, información contenida en la tabla 4.6. Los resultados son expuestos en la primera línea, relativos al promedio aritmético $\langle v_t \rangle$ de cada par de valores. Utilizando tales resultados y la ecuación 1.7 se obtiene la diferencia en densidad de dislocaciones $\Delta(nL^3)$.

Cabe destacar que el error calculado en las tablas anteriores toma en consideración lo aportado por el promedio $\langle v \rangle$, lo que no sucede para el cálculo de la tabla 1.3.

Nuevamente con el fin de hacer una estimación, se toma $L \sim 10$ nm, obteniéndose para el grupo Al-1 un valor $\Delta\Lambda_{TOF} \sim (1 - 3) \times 10^9$ mm⁻², el que es consistente con lo aproximado utilizando RUS y con lo obtenido mediante XRD.

Para el grupo Al-2 se obtiene una densidad de dislocaciones relativa $\Delta\Lambda_{TOF} \sim (1 - 9) \times 10^9$ mm⁻², siendo finalmente para el grupo Cu la diferencia estimada de $\Delta\Lambda_{TOF} \sim (8 - 30) \times 10^9$ mm⁻². Lo anterior es consistente en cierta medida con lo mostrado en las tablas 3.3 y 3.4. En ellas se puede observar que los valores más altos de $\Delta\Lambda_{XRD}$ están presentes en el grupo Cu, entre las muestras “Cu Lam” y “Cu Lam R15”, las mismas que en este caso presentan una diferencia del orden de 10^{10} mm⁻². Sin embargo hay que hacer notar que esto se da en el sentido contrario al esperado, ya que la mayor velocidad de propagación la tiene la muestra “Cu Lam”, por lo tanto debería ser a su vez la con menor densidad de dislocaciones. Este resultado hace necesaria la repetición de la toma de datos TOF para este grupo de muestras.

Capítulo 5

Resultados y análisis (NRUS)

En este capítulo se inicia el trabajo determinando el límite de amplitud de excitación para provocar el paso entre el régimen lineal y no lineal. Posteriormente se termina de definir el método experimental mediante la elección del posicionamiento óptimo de la muestra entre los transductores. Luego se lleva a cabo la caracterización de la no linealidad relativa entre elementos de un mismo conjunto, para terminar con una breve comparación entre los resultados obtenidos mediante los métodos de caracterización TOF, RUS, NRUS.

5.1. Diferenciación de los regímenes lineal y no lineal

Para llevar a cabo un correcto estudio y comparación del comportamiento de las resonancias, se realiza en primer lugar una obtención de los espectros de frecuencias para cada muestra, con el fin de elegir una resonancia común para todos los elementos de un mismo grupo. Posteriormente se determina el rango en que las muestras responden de manera lineal a la excitación aplicada.

5.1.1. Espectros de frecuencia

Luego de realizar reiteradas mediciones, se escogen las frecuencias de resonancia a estudiar para cada grupo. En el caso de los grupos Al-1 y Al-2 la elección no tiene mayores complicaciones ya que los espectros son similares en todas las muestras, como puede observarse en la figura 5.1. Las resonancias a analizar se localizan en frecuencias cercanas a los 44 kHz para el grupo Al-1, y a los 49 kHz para el grupo Al-2.

En el caso del grupo Cu se observa una diferencia del espectro de la muestra “Cu Lam R15” con respecto a las demás. En la figura 5.2 se ve que todas las resonancias sufren un corrimiento hacia la izquierda de aproximadamente 2 kHz. Es por esta razón que para dicha muestra la frecuencia elegida corresponde a una cercana a los 37 kHz y no a los 39 kHz, como para el resto de las piezas.

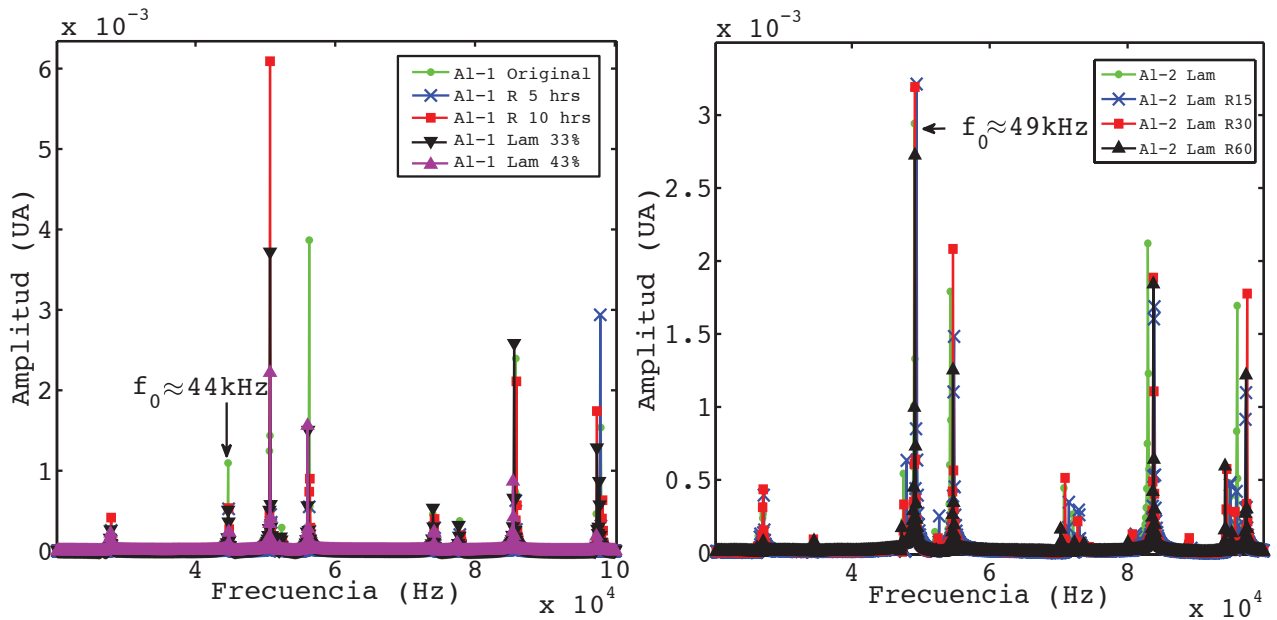


Figura 5.1: Izquierda: espectro de frecuencias para las cinco muestras del grupo Al-1. La resonancia a estudiar se localiza cercana a los 44 kHz. Derecha: espectro de frecuencias para las cuatro muestras del grupo Al-2. La resonancia a estudiar se localiza en las proximidades de los 49 kHz. Un acercamiento a las resonancias elegidas puede observarse en la figura 5.3.

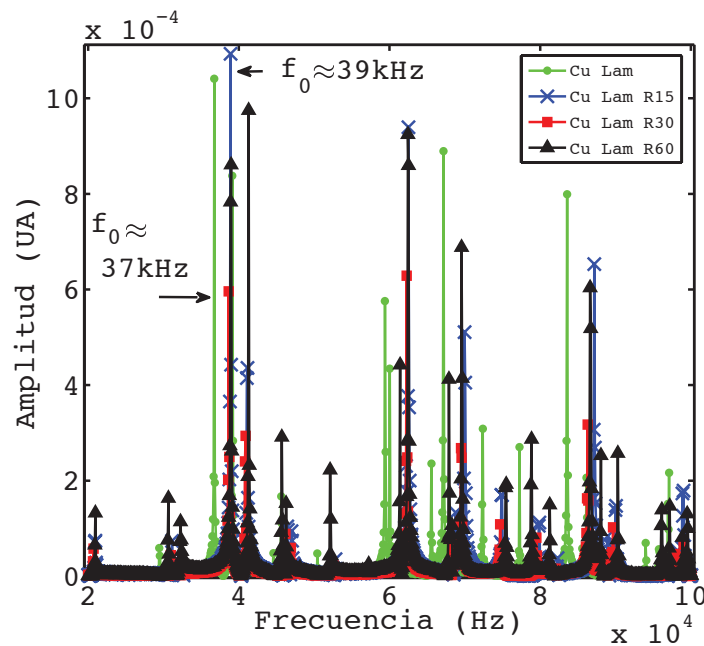


Figura 5.2: Espectro de frecuencias para las cuatro muestras de grupo Cu. Se observa un corrimiento de alrededor de 2 kHz para el espectro correspondiente a la muestra “Cu Lam R15” con respecto al obtenido para el resto de las piezas del grupo. Es por esto que para todas las muestras se escoge una frecuencia de resonancia cercana a los 39 kHz, excepto para la “Cu Lam R15”, para la que se estudia la frecuencia de resonancia localizada cerca de los 37 kHz.

La figura 5.3 corresponde a un acercamiento a las resonancias escogidas para los grupos Al-1

y Al-2. La verificación de la elección del mismo modo en los tres grupos se realizó utilizando el código directo de RUS, el que predice las posiciones de las frecuencias de resonancia a partir de las dimensiones y densidad de cada muestra. Si bien cada grupo es trabajado con un modo particular, entre ellos el modo elegido no es el mismo.

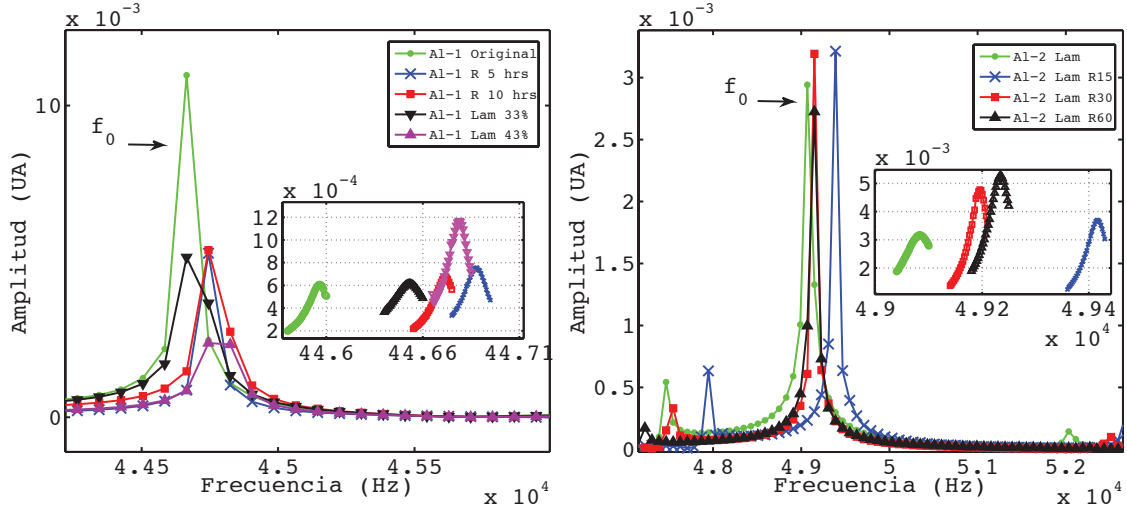


Figura 5.3: Acercamiento a las resonancias escogidas para los grupos Al-1 y Al-2. La verificación de la elección del mismo modo en cada grupo se realizó utilizando el código directo de RUS, el que predice la posición de las resonancias a partir de las dimensiones y densidad de cada muestra. Si bien en cada grupo se estudia un modo en particular, entre grupos los modos escogidos no son los mismos.

5.1.2. Determinación del régimen lineal

Una vez escogida la frecuencia de resonancia a estudiar, se determina para cada grupo el rango de voltaje aplicado que provoca una respuesta dentro del régimen lineal, estudiando el comportamiento de la amplitud de la resonancia, como se explica en el capítulo anterior. Esta determinación puede tornarse compleja, sobre todo en casos en que la no linealidad es leve y el método propuesto se torna poco sensible. Sin embargo, como lo que interesa en esta investigación no es la determinación precisa del régimen lineal, sino la verificación y caracterización de un cambio de comportamiento a partir de cierto nivel de excitación, se opta por tomar en cuenta un nivel crítico común para todos los grupos y sus muestras. Aunque esto puede no ser correcto, más adelante se corrobora que la diferencia entre el parámetro de no linealidad α obtenido tomando en cuenta el conjunto completo de datos y aquel en que los primeros datos son descartados, no causa correcciones a los comportamientos observados. La figura 5.4 muestra el coeficiente SSE , de finido en la expresión (3.2), y el número de datos utilizado para realizar el ajuste para todas las muestras de todos los grupos. Se divide el número total de datos en dos regiones: la primera consta de seis puntos, correspondientes a voltajes de 0.5 V a 1 V con paso de 0.1 V. La segunda región corresponde a excitaciones producidas por voltajes que van desde los 2 V a los 30 V y es considerada como la región donde la excitación aplicada produce una respuesta no lineal. En la figura 5.5 se observa un ajuste lineal para cada curva de amplitud del grupo Cu, encerrándose en un recuadro los seis puntos utilizados para realizarlo. Es importante señalar que cada curva exhibida se obtiene de un promedio de diez realizaciones, entre las que la muestra es extraída del montaje y vuelta a posicionar.

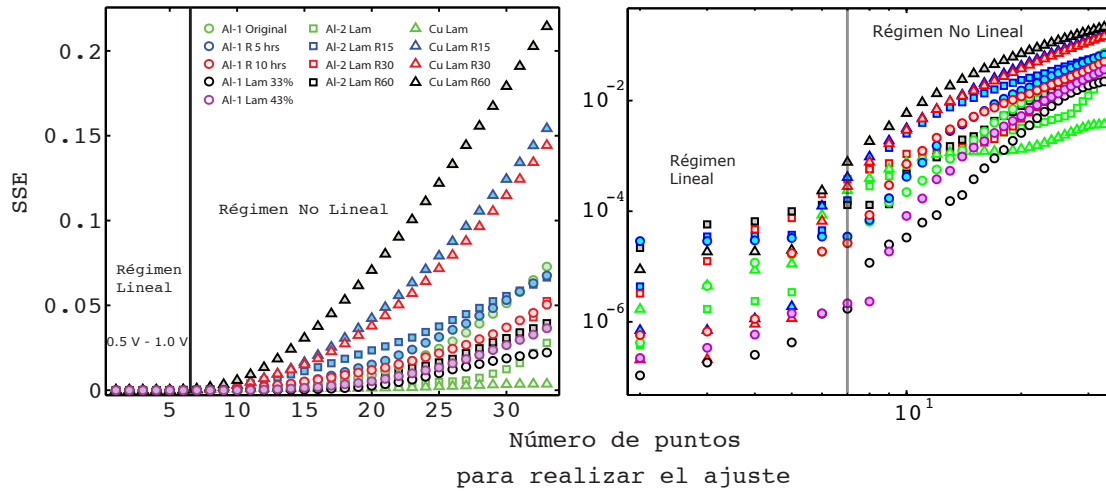


Figura 5.4: Coeficiente SSE en función del número de datos utilizado para realizar el ajuste lineal para todas las muestras de todos los grupos. Se divide el número total de datos en dos regiones: la primera consta de seis puntos, correspondientes a voltajes de 0.5 V a 1 V con paso de 0.1 V. La segunda región corresponde a excitaciones producidas por voltajes que van desde los 2 V a los 30 V y es considerada como la región donde la excitación aplicada produce una respuesta no lineal. Izquierda: escala lineal. Derecha: escala logarítmica.

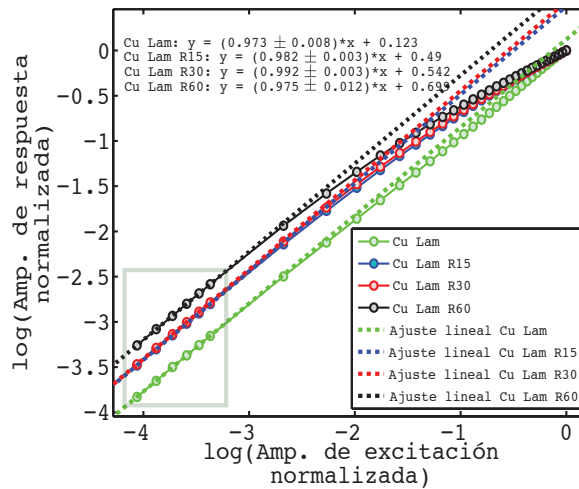


Figura 5.5: Gráfico de la dependencia de la amplitud de la respuesta de resonancia con respecto a la amplitud de excitación para el grupo Cu. Para las cuatro muestras del grupo se observa una respuesta lineal, con exponente cercano a 1, al tomar en cuenta los primeros 6 datos (amplitudes de excitación debidas a voltajes $0.5 \text{ V} < \text{voltaje} < 2.0 \text{ V}$). Se observa cómo a partir del séptimo dato (voltaje = 2.0 V) el exponente cambia paulatinamente, evidenciándose el régimen no-lineal.

5.2. Elección del posicionamiento de la muestra

En la figura 3.14 se observan las dos posibilidades a considerar para posicionar la muestra en el montaje. Para llevar a cabo la elección de una de ellas, que termina por determinar el protocolo para la preparación experimental y captura de datos, se decide analizar las piezas pertenecientes al grupo Cu. Se estudia en primer lugar la influencia del posicionamiento de la muestra en la reproducibilidad de resultados. Luego se obtiene el parámetro α asociado al

valor absoluto de la pendiente de la curva experimental $\Delta f_i/f_{0i}$ para cada muestra en cada posicionamiento, así como su respectiva dispersión. Se estudia por último la resolución de los datos adquiridos y su relación tanto con la disipación acústica, como con el corrimiento en frecuencias de la resonancia.

5.2.1. Grupo Cu y reproducibilidad

Lo primero que se estudia es la reproducibilidad del experimento al posicionar las muestras por los vértices y por las aristas. La figura 5.6 muestra las curvas de corrimiento promedio obtenidas para ambos posicionamientos, repitiendo el experimento en días y condiciones ambientales diferentes. Si bien dichas curvas poseen una dispersión asociada, que es calculada más adelante, se observa una primera tendencia que se mantiene en días y posicionamientos diferentes. Puede verse que en el caso del apoyo por los vértices la reproducibilidad es aparentemente mejor para tres de las cuatro muestras, en comparación con lo que ocurre con el apoyo por las aristas. Lo anterior es corroborado más adelante al realizar el análisis de la dispersión en ambos casos.

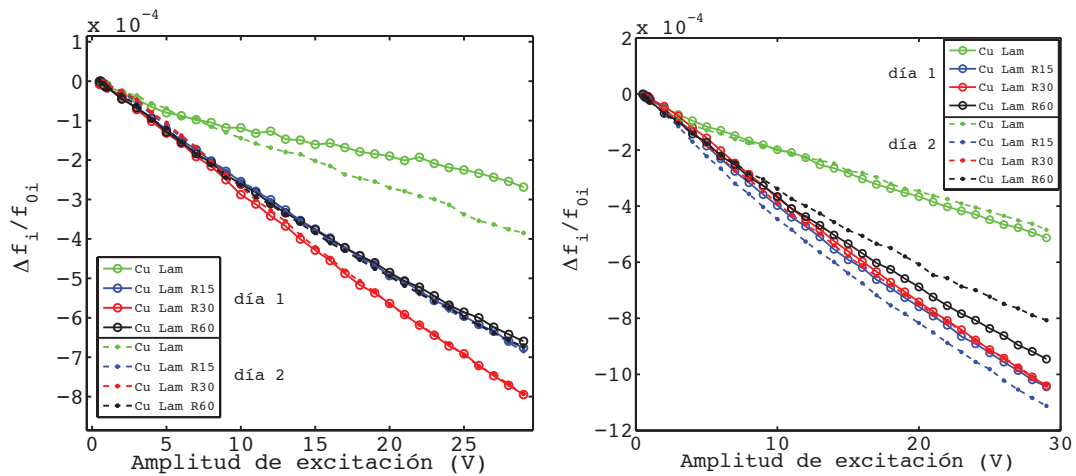


Figura 5.6: Reproducibilidad del experimento en para los diferentes posicionamientos. Cada curva es un promedio de diez realizaciones. Izquierda: Posicionamiento por los vértices. Derecha: posicionamiento por las aristas.

5.2.2. Grupo Cu y medición del parámetro de no linealidad

El parámetro de no linealidad estudiado se relaciona con el corrimiento de la frecuencia de resonancia al aumentar la amplitud de la excitación aplicada, específicamente con el valor absoluto de la pendiente de las curvas experimentales obtenidas como $\Delta f_i/f_{0i}$. Las curvas correspondientes a diez realizaciones para la muestra “Cu Lam” son las observadas en la figura 5.7 (izquierda), donde la muestra ha sido apoyada por los vértices.

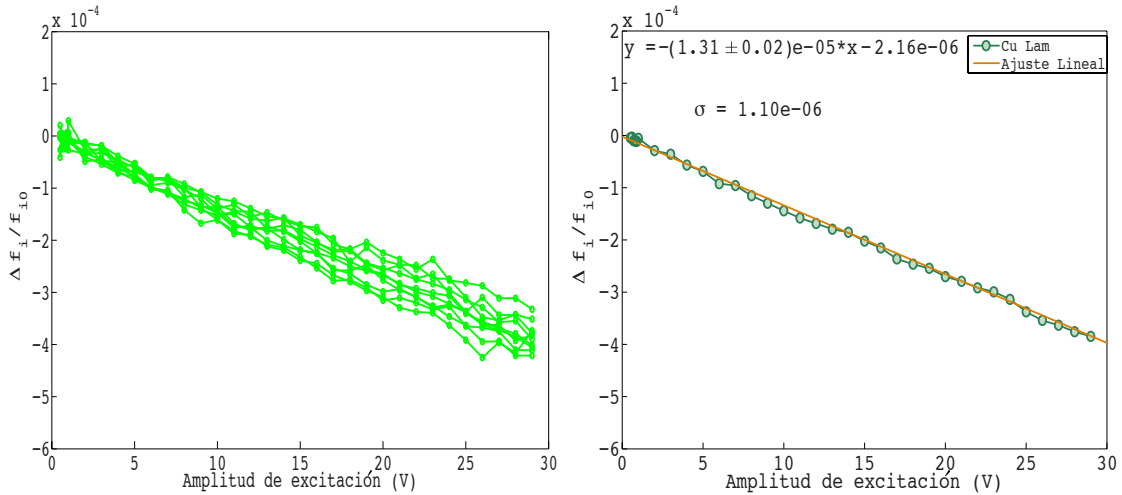


Figura 5.7: Izquierda: Curvas correspondientes a diez realizaciones para la muestra “Cu Lam”. La muestra ha sido apoyada por los vértices. Derecha: curva promedio y ajuste lineal a partir del séptimo dato. Se extrae una pendiente con valor absoluto $\alpha = (1.31 \pm 0.02) \times 10^{-5}$ con una dispersión asociada $\sigma = 1.10 \times 10^{-6}$.

A cada curva se le ajusta una recta, extrayéndose una pendiente en cada caso. Luego se obtiene una pendiente de la curva promedio, a la que se le asocia una dispersión σ . Dicha dispersión se calcula como como la desviación estándar de las pendientes de cada curva ajustada con la pendiente de la curva promedio (ver figura 5.7 - derecha -). En este caso, el valor absoluto de la pendiente de la recta es $\alpha = (1.31 \pm 0.02) \times 10^{-5}$ con una dispersión asociada $\sigma = 1.10 \times 10^{-6}$.

Antes de avanzar es importante mencionar que añadiendo los primeros seis puntos, que se han descartado en primera instancia por considerarse dentro del régimen lineal, se obtiene una recta con parámetro $\alpha_+ = (1.33 \pm 0.02) \times 10^{-5}$. De igual forma al calcular el parámetro de no linealidad descartando seis datos más (hasta los 7 V), se obtiene $\alpha_- = (1.28 \pm 0.03) \times 10^{-5}$. En ambos casos los valores de α_{\pm} se encuentran dentro de la dispersión asociada a α , lo que quiere decir que la determinación inexacta del régimen lineal, tomando en cuenta el rango de amplitud de excitación aplicada en este estudio, no afecta el parámetro de no linealidad que se busca caracterizar.

En este punto es importante detenerse para determinar de qué manera se abordará el tema del error asociado al parámetro α . Existen dos fuentes de error medidos: el asociado al ajuste de la recta a los datos experimentales y el correspondiente a la dispersión producida por la repetición del experimento. Tal y como se hizo en el capítulo 4, se trabajará utilizando el error asociado a la dispersión, debido a que proporciona información sobre la reproducibilidad del experimento, además de ser mayor que el error debido al ajuste.

De la misma manera como se hizo para la muestra “Cu Lam” exhibida con anterioridad, se obtienen los parámetros α y sus respectivas dispersiones σ para cada elemento del grupo. La tabla 5.1 muestra los valores obtenidos. Se observa una mayor dispersión en los datos extraídos al posicionar la muestra por las aristas, llegando a valores cercanos a seis veces la dispersión para el apoyo por los vértices, como es en el caso de la muestra “Cu Lam R60”. Además se puede constatar un mayor valor del parámetro α para el posicionamiento por las aristas, lo que puede estar relacionado con el tipo de contacto que se genera entre éstas y los transductores.

Muestra/Posición	$\alpha (\times 10^{-5})$	$\sigma (\times 10^{-5})$
Cu Lam / Vértices	0.86	0.13
Cu Lam / Aristas	1.76	0.46
Cu Lam R15/ Vértices	2.40	0.19
Cu Lam R15/ Aristas	3.75	0.74
Cu Lam R30/ Vértices	2.83	0.15
Cu Lam R30/ Aristas	3.73	0.43
Cu Lam R60/ Vértices	2.35	0.17
Cu Lam R60/ Aristas	3.37	0.99

Tabla 5.1: Tabla comparativa del coeficiente α y su respectiva dispersión σ para cada muestra del grupo Cu, realizando los dos posicionamientos.

Por otra parte, la figura 5.8 muestra la relación existente entre el parámetro α medido para cada muestra, en cada repetición y posicionamiento, y la densidad Λ_{XRD} (revisar tabla 3.4). Tal y como se anunció al revisar la reproducibilidad del experimento, efectivamente los dos posicionamientos muestran resultados repetibles y similares, siendo más distinguibles las diferencias entre las piezas recocidas al realizar el apoyo por los vértices.

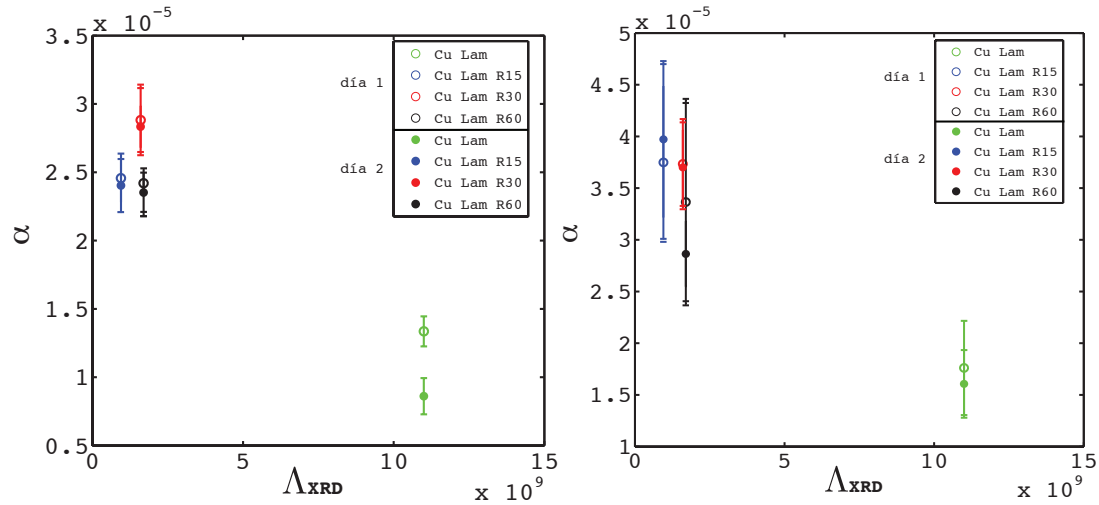


Figura 5.8: Relación existente entre el parámetro α medido para cada muestra, en cada repetición y posicionamiento, y la densidad Λ_{XRD} . Izquierda: muestra apoyada por los vértices. Derecha: muestra apoyada por las aristas. Se observa reproducibilidad de los datos y similitud entre la información obtenida mediante ambos posicionamientos. La dispersión es evidentemente mayor en el caso del apoyo por las aristas, así como el coeficiente α que toma valores mayores que en el posicionamiento por los vértices.

5.2.3. Grupo Cu y resolución de datos

En el capítulo anterior se habla del número de puntos de adquisición que se utilizan para la obtención de las curvas de resonancia. Siendo ese número fijo (igual a 30), se tiene por lo tanto que variaciones en el ancho de la ventana de frecuencia provocarán variaciones en la resolución de datos. Esto quiere decir que una ventana de frecuencia grande, tendrá como consecuencia una baja resolución. Dos comportamientos de la resonancia que pueden hacer variar el ancho de la ventana son: disipación acústica y corrimiento en frecuencia por

respuesta no lineal (el corrimiento natural es descartado por ser menor a 1 Hz en el tiempo de adquisición alcanzado, aunque dependiendo de las condiciones, podría ser un factor a considerar). Por un lado ya se ha comprobado que el corrimiento de la resonancia es mayor al posicionar la muestra por las aristas (ver figura 5.8), llegando incluso a diferencias superiores a 20 Hz con el apoyo por los vértices. Falta entonces comprobar qué sucede con la disipación. En principio se piensa que dado un mayor contacto entre la muestra y los transductores, mayor es también la disipación, y por lo tanto un posicionamiento por las aristas debe tener como consecuencia curvas de resonancia más anchas que uno por los vértices. La figura 5.9 muestra un ejemplo de adquisiciones de resonancias a distintas amplitudes de excitación para ambos posicionamientos. Se puede observar que para un posicionamiento por los vértices, la ventana necesaria es de 60 Hz, mientras para las aristas se utiliza una de 100 Hz.

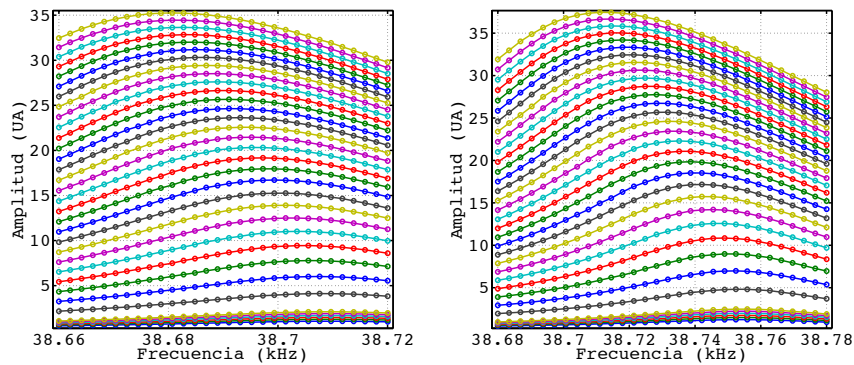


Figura 5.9: Comportamiento de la resonancia a medida que el nivel de excitación aumenta. Izquierda: posicionamiento por los vértices con una ventana de frecuencia de 60 Hz. Derecha: posicionamiento por las aristas con una ventana de 100 Hz.

Una medida de la disipación, para pequeñas pérdidas de energía, es el factor de calidad Q . Como no se cuenta con un método para la caracterización de dicho factor en el régimen no lineal, se calcula en principio para las amplitudes a baja excitación (0.5 V, régimen lineal) observándose un factor Q similar en ambos casos, con diferencias menores al 0.1%. Si bien en base a lo anterior no se puede descartar la disipación acústica como factor a considerar, es posible quedarse con la influencia del aumento de la no linealidad y consecuente corrimiento en frecuencias, el que se ha demostrado mayor en el caso del apoyo por las aristas, como uno de los determinantes de la disminución de la resolución de datos.

5.2.4. Elección del posicionamiento por los vértices

Se concluye entonces que si bien ambos posicionamientos arrojan resultados reproducibles y similares, el apoyo por los vértices permite obtener curvas con menor dispersión (medida hasta seis veces menor), facilitando una mejor diferenciación entre muestras con coeficientes de no linealidad α similares. Se observa además un aumento del coeficiente α para el apoyo por las aristas (desde un 50% hasta más de un 100% mayor), lo que hace pensar en una fuente de no linealidad asociada al contacto entre éstas y los transductores. Por último, dicho aumento evidencia un mayor corrimiento de la resonancia en el tiempo (superior hasta en 20 Hz), lo que obliga a utilizar una ventana de frecuencia más grande que para el caso del apoyo por los vértices, disminuyendo la resolución de los datos y afectando la determinación del posicionamiento del máximo de resonancia. Es importante añadir que este último punto

lleva a tocar ligeramente el tema de la disipación acústica, quedando pendiente un estudio más acabado de dicho factor al pasar al régimen no lineal.

El protocolo para la preparación experimental y adquisición de datos termina por determinarse al concluir que un posicionamiento por los vértices demuestra ser más efectivo para la obtención del parámetro de no linealidad buscado en esta investigación.

5.3. Medida del parámetro de no linealidad relativo

Una vez determinado un límite entre el régimen lineal y no lineal, y establecido un protocolo de adquisición de datos, se comienza el estudio del parámetro no lineal relativo entre los elementos de los tres grupos que se analizan en esta investigación. Es importante recalcar que se habla de no linealidad relativa debido a que no existe una medida directa de la deformación, sino sólo de la amplitud de excitación aplicada, que se sabe es directamente proporcional (ver figura 3.4). Las curvas presentadas en la figura 5.10 dan cuenta de los corrimientos de las resonancias con respecto a la amplitud de excitación. Se observa para los grupos Al-2 y Cu una clara diferenciación entre las curvas de las piezas laminadas y las recocidas. Dicha tendencia no parece tan evidente en el caso del grupo Al-1. Lo anterior se hace más claro al revisar el parámetro de no linealidad y su dispersión.

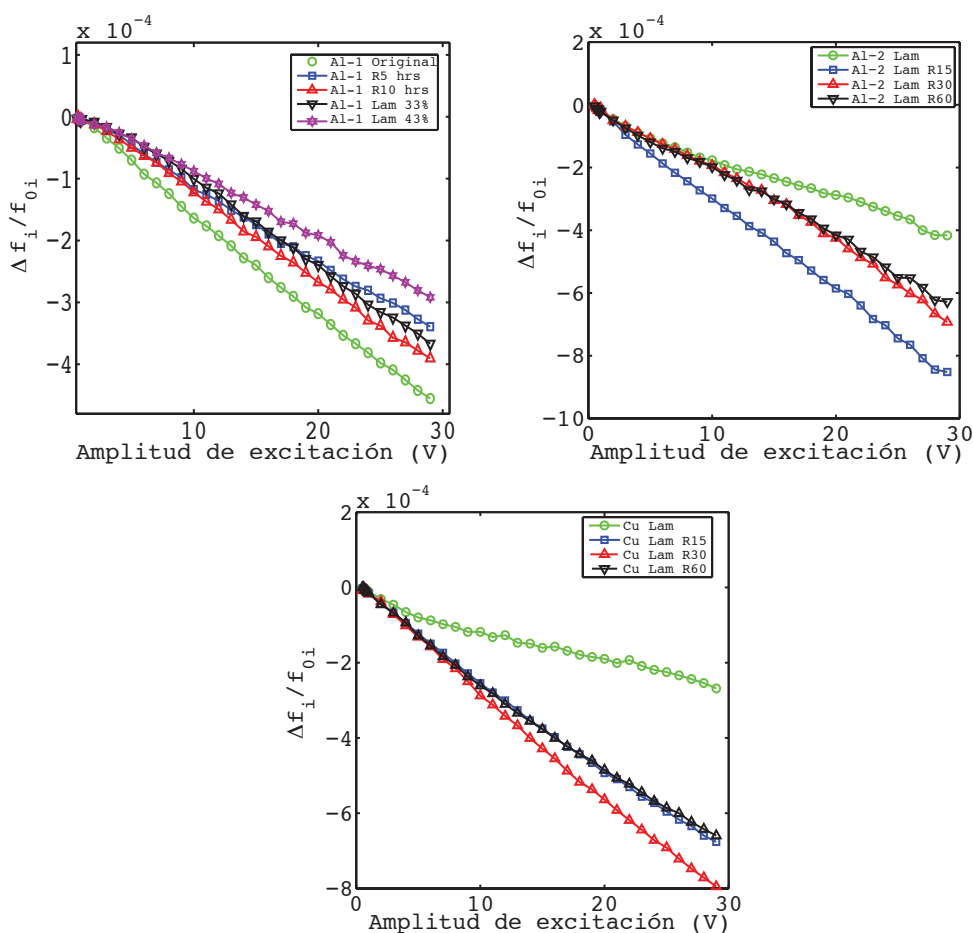


Figura 5.10: Corrimiento en frecuencia con respecto a la amplitud de excitación para los tres grupos. Se puede observar una clara diferenciación entre el comportamiento de las curvas laminadas de las recocidas para los grupos Al-2 y Cu. El grupo Al-1 no evidencia ninguna tendencia clara.

La tabla 5.2 muestra los coeficientes α y σ para el grupo Al-1. Mientras las muestras recocidas y la de menor porcentaje de laminado tienen coeficientes que las hacen indistinguibles entre sí, la muestra original y la laminada al 43 % poseen los valores con mayor y menor valor de α , respectivamente, distinguiéndose claramente una de otra.

Muestra	$\alpha (\times 10^{-5})$	$\sigma (\times 10^{-5})$
Al-1 Original	1.63	0.13
Al-1 R5 hrs	1.21	0.14
Al-1 R10 hrs	1.4	0.2
Al-1 Lam 33 %	1.31	0.23
Al-1 Lam 43 %	1.03	0.14

Tabla 5.2: Coeficiente α y su respectiva dispersión σ para cada muestra del grupo Al-1.

Por otra parte, las tablas 5.3 y 5.4 otorgan información sobre una diferenciación más evidente de las muestras recocidas y laminadas en los grupos Al-2 y Cu, manteniéndose cierta indistinguibilidad entre las piezas recocidas, debido a la cercanía entre los parámetros medidos y sus dispersiones asociadas. Sin embargo, las tres tablas muestran cierta información común: mientras se obtienen bajas medidas relativas del parámetro α al someter el material a procesos de laminado, el recocido produciría aumentos notorios en su no linealidad.

Muestra	$\alpha (\times 10^{-5})$	$\sigma (\times 10^{-5})$
Al-2 Lam	1.38	0.26
Al-2 Lam R15	2.97	0.37
Al-2 Lam R30	2.32	0.24
Al-2 Lam R60	2.13	0.19

Tabla 5.3: Coeficiente α y su respectiva dispersión σ para cada muestra del grupo Al-2.

Muestra	$\alpha (\times 10^{-5})$	$\sigma (\times 10^{-5})$
Cu Lam	0.86	0.13
Cu Lam R15	2.40	0.19
Cu Lam R30	2.83	0.15
Cu Lam R60	2.35	0.17

Tabla 5.4: Coeficiente α y su respectiva dispersión σ para cada muestra del grupo Cu.

Lo descrito anteriormente encuentra correspondencia al mirar la figura 5.11, donde se comparan los valores del parámetro de no linealidad α con la densidad de dislocaciones Λ_{XRD} . Se observa que existe una tendencia, donde a mayor densidad de dislocaciones, menor valor de α .

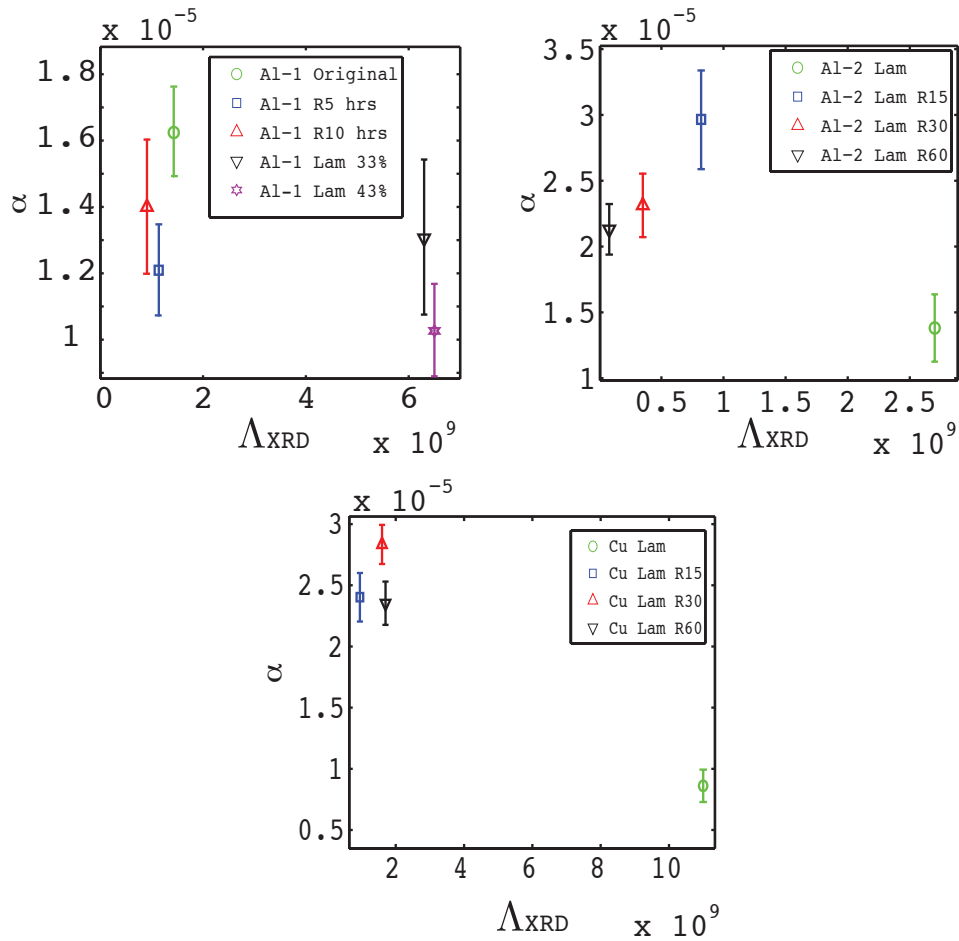


Figura 5.11: Relación entre el parámetro de no linealidad α con su respectiva dispersión σ , y la densidad de dislocaciones Λ_{XRD} para los tres grupos. Se observa una tendencia, donde a mayor densidad de dislocaciones medida, menor valor del parámetro α .

Las diferencias entre el factor de no linealidad para las muestras de cada grupo tienen valores promedio desde un 17% para el grupo Al-1 y un 178% para el grupo Cu, pasando por un 79% de diferencia observado para Al-2. Estas diferencias son consistentes con lo esperado al realizar los distintos procesos termomecánicos sobre cada conjunto de muestras.

5.4. Comparación entre resultados RUS, TOF y NRUS

Una de las motivaciones de esta investigación es sentar las bases protocolares de la utilización del método NRUS para la caracterización de materiales con diferencias en sus densidades de dislocación, y otra es corroborar lo obtenido mediante la aplicación de las técnicas lineales RUS y TOF.

A continuación se muestran las comparaciones entre el parámetro α medido utilizando NRUS y las velocidades transversales adquiridas mediante RUS. En la figura 5.12 se expone lo obtenido para los tres grupos. La figura correspondiente al grupo Al-1 no logra mostrar una tendencia clara debido a las barras de error. Sin embargo, se puede observar que la menor velocidad medida corresponde a la muestra “Al-1 Lam”, la misma que posee el menor valor de α y una de las mayores densidades de dislocaciones medida por Λ_{XRD} para el grupo (ver

tabla 3.3). El grupo Al-2 evidencia una relación lineal entre el parámetro α y la velocidad transversal. Tomando en cuenta que las mayores velocidades son medidas en las muestras con menores densidades de dislocaciones, este grupo mostraría que además mayores parámetros de no linealidad estarían relacionados con tales densidades, similar a lo observado para el grupo anterior. Por último, debido a la carencia del dato asociado a la constante elástica C_{44} para la muestra laminada en el grupo Cu, no logra establecerse una tendencia clara.

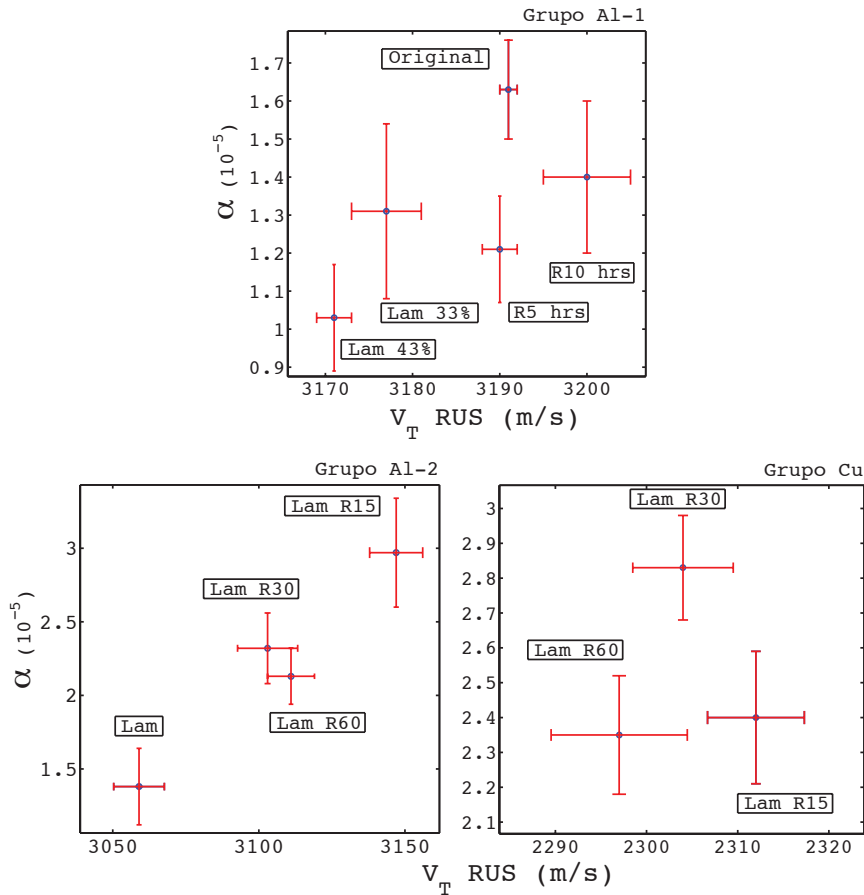


Figura 5.12: Relación entre el parámetro α obtenido mediante NRUS y la velocidad transversal obtenida gracias a RUS para los tres grupos.

En la figura 5.13 se exhiben los resultados del parámetro no lineal comparado con la velocidad adquirida mediante TOF. Se corrobora lo observado para los grupos Al-1 y Al-2 al ser comparados con lo obtenido mediante RUS, pero el grupo Cu muestra un comportamiento contrario a lo anteriormente visto. En este caso, la mayor velocidad es medida para el elemento con menor parámetro no lineal, el que a su vez presenta mayor densidad de dislocaciones medida por XRD.

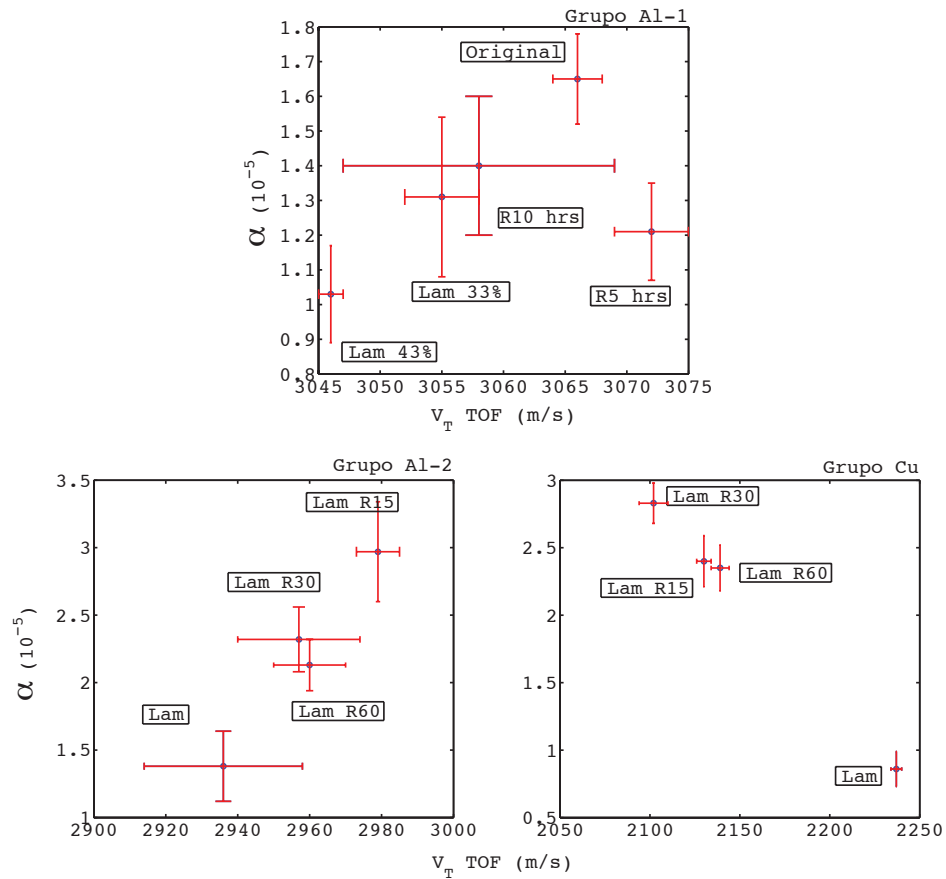


Figura 5.13: Relación entre el parámetro α obtenido mediante NRUS y la velocidad transversal obtenida gracias a TOF para los tres grupos.

Por último se puede agregar que la dificultad para distinguir tendencias para el grupo Al-1 puede deberse a la baja diferencia entre las densidades de dislocaciones presentes en ellas, como lo evidencia la tabla 3.3 (medidas XRD). En dicha tabla se observa que todas las muestras tienen densidades medidas del mismo orden de magnitud, mientras para los grupos Al-2 y Cu existe un orden de magnitud de diferencia.

Capítulo 6

Conclusiones

Por medio de esta investigación se desarrolla y valida un protocolo de adquisición de datos para la aplicación del método NRUS en la caracterización del parámetro de no linealidad α , el que se encuentra relacionado con la presencia de dislocaciones en la materia. Las muestras analizadas recibieron tratamientos en función de distinguir sus respectivas densidades de dislocaciones, las que a su vez fueron estudiadas previamente mediante diversos métodos (TOF, RUS, XRD, TEM), y cuyos resultados son consistentes con lo adquirido utilizando NRUS.

Antes de hacer referencia a las conclusiones relacionadas con el método no lineal, se destacan los resultados obtenidos al aplicar la técnica de pulsos o TOF. La medición de las velocidades de propagación de ondas transversales arrojaron resultados consistentes con la teoría propuesta por Felipe Barra *et al*, y con lo medido al utilizar RUS para dos de los tres grupos estudiados (Al-1 y Al-2), observándose un aumento de la velocidad en las muestras con menor densidad de dislocaciones. El tercer grupo (grupo Cu) mostró un comportamiento diferente, en que la muestra con mayor densidad de dislocaciones medida por XRD presenta la máxima velocidad transversal del grupo según TOF. Para tal muestra no existen resultados RUS, por lo que no es posible realizar una comparación, trabajo que queda pendiente para investigaciones futuras. Si bien los errores en las velocidades utilizando TOF (entre 0.1 % y 0.8 %) son mayores a los obtenidos mediante RUS (menores al 0.1 %), las medidas del primer método corroboran y dan sustento a la información obtenida mediante el segundo, confirmando la relación encontrada entre la velocidad de ondas transversales y la densidad de dislocaciones del medio por el que se propagan.

Se observó además una disminución de las velocidades adquiridas mediante TOF con respecto a las arrojadas por RUS para las muestras de todos los grupos (4 % de diferencia para el grupo Al-1, 5 % para el grupo Al-2 y 8 % para el grupo Cu), lo que es consistente con la dependencia propuesta por Agnes Maurel *et al* entre la velocidad de propagación de ondas en medios con dislocaciones y la frecuencia de excitación. Según lo anterior, el comportamiento observado podría deberse a que mientras el primer método envía señales con frecuencias de 2.5 MHz, el segundo lo hace en torno a los 10 y 100 kHz.

Por último, haciendo uso de la teoría verificada por F. Lund *et al* se estimó la densidad de dislocaciones relativa entre las diferentes muestras de los grupos analizados. Esta estimación arrojó resultados coherentes en magnitud con las densidades medidas utilizando XRD y también con las esperadas según los tratamientos realizados sobre los diferentes grupos. En efecto, la aproximación da para el grupo Al-1 un valor $\Delta\Lambda \sim (1 - 3) \times 10^9 \text{ mm}^{-2}$, al igual que

lo obtenido utilizando las velocidades RUS. Las densidades relativas de los grupos Al y Cu son: $\Delta\Lambda \sim (1 - 9) \times 10^9 \text{ mm}^{-2}$ para el primero, y $\Delta\Lambda \sim (8 - 30) \times 10^9 \text{ mm}^{-2}$ para el segundo. Hay que recordar que si bien la magnitud de las diferencias en este último caso coinciden con las medidas XRD, donde la mayor distinción se logra observar entre las muestras “Cu Lam” y “Cu Lam R15”, la medida TOF realizada para la muestra “Cu Lam” arrojó la mayor velocidad de propagación transversal del grupo, en sentido contrario al esperado. Es decir, esta aproximación entrega como resultado que la muestra laminada debería corresponder al elemento con menor densidad de dislocaciones. Este comportamiento observado hace necesario llevar a cabo una repetición de la toma de datos TOF para este grupo y muestra en particular.

Con respecto a NRUS, se desarrolló un protocolo de adquisición y análisis de datos que contribuye a disminuir los efectos ambientales en el comportamiento de las resonancias de las muestras a estudiar. Se minimizaron los tiempos de adquisición a 1 s y se implementó un método de corrección de datos. Tal método mejora las rectas adquiridas, compensando evoluciones de la resonancia que en ciertos casos pueden enmascarar los corrimientos debidos a la no linealidad del material. Se determinó además que el posicionamiento de la muestra por los vértices contribuye a la reproducibilidad del experimento y disminución de la dispersión, minimizando el contacto y el aporte de éste a la no linealidad medida.

Se midió además la influencia de los cambios de temperatura en el corrimiento natural observado en las resonancias. Se realizó la medición paralela de la evolución de la resonancia a amplitud de excitación constante y la temperatura ambiente durante tres días, identificándose los ciclos naturales de aumento y disminución de temperatura ambiente, y observándose la proporción inversa con las variaciones en la posición de la resonancia. Se pudo ver además que en los procesos de aumento y disminución de temperatura, la resonancia no experimentaba una devolución a su posición original, concluyéndose la existencia de otros factores no determinados que contribuirían al corrimiento de la resonancia. Se piensa que dichos factores pueden ser procesos de recuperación lenta de las muestras o reposicionamiento del contacto en el tiempo. Finalmente se determinó una variación de aproximadamente 20 Hz por grado.

Las medidas del coeficiente de no linealidad α mostraron tener relación con la densidad de dislocaciones medida en cada muestra. Los mayores valores del coeficiente corresponden a las muestras con menor densidad de dislocaciones medida utilizando XRD, para todos los grupos estudiados. El grupo que muestra mayores diferencias corresponde al grupo Cu, en que la muestra “Cu Lam”, arroja un coeficiente $\alpha = 0.86 \pm 0.13$, menor en aproximadamente un 180 % al medido para las muestras recocidas. Lo anterior es consistente con la medición de $\Delta\Lambda_{XRD}$, que evidencia que dicha muestra es la que tiene mayor diferencia de densidad de dislocaciones con los demás elementos del grupo, así como también la mayor diferencia medida en los tres conjuntos estudiados. Para los grupos Al-1 y Al-2 las diferencias corresponden aproximadamente al 20 % y al 80 %, respectivamente. Es importante recalcar que estas diferencias se sitúan por sobre las diferencias del 1 % en la velocidad de propagación transversal que han permitido hasta ahora las medidas RUS para los mismos grupos de muestras.

Al comparar α con la velocidad transversal adquirida mediante RUS se observó una correspondencia lineal para los grupos Al-1 y Al-2, aunque las barras de error dificultan el análisis para el primero. La carencia de la constante elástica C_{44} para el grupo Cu imposibilitó el análisis de dicho grupo.

Al realizar la comparación con los dos métodos aplicados en esta investigación, TOF y NRUS,

los tres grupos mostraron correspondencia. El grupo Al-1 mantiene cierta indeterminación debido a las grandes barras de error en ambos ejes, sin embargo los grupos Al-2 y Cu muestran una clara correspondencia lineal entre α y v_t , aunque en sentidos contrarios. Es importante recordar en este punto que justamente para el grupo Cu existe una medida que es necesario repetir, y que corresponde a la muestra que hace la diferencia entre los sentidos de las relaciones anteriormente comentadas.

Por último se concluye que el factor que incide en la dificultad para distinguir tendencias para el grupo Al-1 es la baja diferencia entre las densidades de dislocaciones.

Queda pendiente a partir de esta tesis la implementación de un control de temperatura para el montaje de NRUS, el que podría disminuir la dispersión asociada al parámetro α , y de un mecanismo que permita medir directamente la deformación y no el voltaje aplicado sobre la muestra. Se hace necesario mejorar la estadística de las mediciones RUS para los grupos Al-2 y Cu, de manera de tener mejores puntos de comparación con los resultados para el coeficiente no lineal. Por otra parte, mediciones TOF a distintas frecuencias podrían ayudar a la aproximación del coeficiente de arrastre B, el que proviene de la ecuación de movimiento de las dislocaciones.

Bibliografía

- [1] J. J. Eiroa. *La prehistoria II*. AKAL, 1994.
- [2] M. T. Cerda. Estudio sobre la densidad de dislocaciones y constantes elásticas en aluminio policristalino mediante espectroscopía de resonancia ultrasónica. Master's thesis, Universidad de Chile, 2009.
- [3] F. Barra, A. Caru, M. T. Cerda, R. Espinoza, A. Jara, F. Lund, and N. Mujica. Measuring dislocation density in aluminum with resonant ultrasound spectroscopy. *International Journal of Bifurcation and Chaos*, 2009.
- [4] N. Mujica, M. T. Cerda, R. Espinoza, J. Lisoni, and F. Lund. Ultrasound as a probe of dislocation density in aluminum. *Acta Materialia*, 60:5828–5837, 2012.
- [5] A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra, and F. Lund. Interaction between an elastic wave and a single pinned dislocation. *Phys. Rev. B*, 72:174110, 2005.
- [6] A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra, and F. Lund. 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, 2005.
- [7] D. Askeland and P. Phulé. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. THOMSON, 4th edition, 2006.
- [8] D. Hull and D.J. Bacon. *Introduction to Dislocations*. Elsevier, 2011.
- [9] R. Espinoza. Informe de actividades. Technical report, Universidad de Chile, 2006.
- [10] A. Migliori and J. Serrao. *Resonant Ultrasound Spectroscopy*. Wiley Interscience Publication, New York, 1997.
- [11] C. Hellier. *Handbook of Nondestructive Evaluation*. McGraw-Hill, 2003.
- [12] L. Kinsler. *Fundamentals of Acoustics*. Wiley, 4th edition, 1999.
- [13] IAEA. *Ultrasonic Testing Methods*. International Atomic Energy Agency, Vienna, 1988.
- [14] C. Payan, V. Garnier, J. Moysan, and P. Johnson. Applying nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to improving thermal damage assessment in concrete. *JASA Express Letters*, 2007.
- [15] M. Berke and H. Krautkramer. *Nondestructive Material Testing with Ultrasonics*. Krautkramer GmbH and Co.

- [16] A. Caru. Caracterización acústica de materiales. Master's thesis, Universidad Austral de Chile, 2007.
- [17] Olympus Corporation, www.olympus-ims.com. *Ultrasonic Transducers*.
- [18] A. Migliori, J. Sarrao, W. Visscher, T. M. Bell, M. Lei, Z. Fisk, and R.G. Leisure. Resonant ultrasound spectroscopic techniques for measurement of the elastic moduli of solids. *Physica B*, 183:1–24, 1993.
- [19] R. Leisure and F. Willis. Resonant ultrasound spectroscopy. *J. Phys. Condens. Matter*, 9(6001-6029), 1997.
- [20] Spoor, Maynard, and Kortan. Elastic isotropy and anisotropy in quasicrystalline and cubic alculi. *Phys. Rev. Lett.*, 75:3462–3465, 1995.
- [21] A. Migliori, W. Visscher, S. Wong, S. E. Brown, I. Tanaka, H. Kojima, and P. Allen. Complete elastic constants and giant softening of c66 in superconducting $\text{La}_{1.86}\text{Sr}_{0.14}\text{CuO}_4$. *Phys. Rev. Lett.*, 64:2458–2461, 1990.
- [22] J. Kinney. Resonant ultrasound spectroscopy measurements of the elastic constants of human dentin. *J. of Biomechanics*, 37:437–441, 2004.
- [23] D. Pasqualini, K. Heitmann, J. A. TenCate, S. Habib, D. Higdon, and P. Johnson. Nonequilibrium and nonlinear dynamics in berea and fontainebleau sandstones: Low-strain regime. *J. Geophys. Res.*, 112:B01204, 2007.
- [24] K. Haller. Nonlinear acoustics applied to nondestructive testing. Master's thesis, Blekinge Institute of Technology, 2007.
- [25] P. Johnson. *Nonequilibrium Nonlinear-Dynamics in Solids: State of the Art*, chapter 4, pages 49–70. Delsanto, 2006.
- [26] M. Muller, D. Mittonb, M. Talmant, P. Johnson, and P. Laugier. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone. *Journal of Biomechanics*, 41:1062–1068, 2008.
- [27] H. Khalil. *Non-Linear Systems*. Prentice Hall, 1996.
- [28] L. D. Landau and E. M. Lifshitz. *Thory of Elasticity*. Elsevier, 1986.
- [29] R. T. Beyer. *Nonlinear Acoustic*. Naval Sea Systems, 1974.
- [30] V. Gibbs, D. Cole, and A. Sassano. *Ultrasound Physics and Technology: How, Why, and when*. Elsevier Health Sciences, 2009.
- [31] S. Hauptert, G. Renaud, J. Rivière, M. Talmant, P. Johnson, and P. Laugier. High-accuracy acoustic detection of nonclassical component of material nonlinearity. *J. Acoustical Society of America*, 130:2654–2661, 2011.