



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

“ESTUDIO DE COMPORTAMIENTO FERROELÁSTICO EN
 $(La_{0,6}Sr_{0,4})_{0,95}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{(3-x)}$ (LSCF), MEDIANTE COMPRESIÓN E IMPRESIÓN”

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL MECÁNICO

SEBASTIÁN ALEJANDRO CARRILLO SALDÍAS

PROFESOR GUÍA:
ALI AKBARIFAKHRABADI

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
VIVIANA MERUANE NARANJO
ROGER BUSTAMANTE PLAZA

SANTIAGO DE CHILE
2019

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO
POR: SEBASTIÁN ALEJANDRO CARRILLO SALDÍAS
FECHA: JUNIO 2019
PROF. GUÍA: ALI AKBARIFAKHRABADI

“ESTUDIO DE COMPORTAMIENTO FERROELÁSTICO EN
 $(La_{0,6}Sr_{0,4})_{0,95}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{(3-x)}$ (LSCF), MEDIANTE COMPRESIÓN E IMPRESIÓN”

La ferroelasticidad es un fenómeno que se da en ciertos materiales en los que su relación esfuerzo-deformación no se comporta de manera lineal. Para poder medir este comportamiento, el método más habitual para su estudio es la compresión uniaxial, sin embargo, también se puede estudiar bajo indentación plana. Se ha comprobado que los materiales de óxidos de lantano, que poseen estructura perovskita tienen un comportamiento de creep ferroelástico cuando están a temperatura ambiente.

El trabajo corresponde al estudio de la ferroelasticidad en $(La_{0,6}Sr_{0,4})_{0,95}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{(3-x)}$ (LSCF). Para esto se crearon probetas del material, las cuales consistían en discos y barras, siendo sometidas a ensayos de impresión y de compresión, respectivamente, para así poder caracterizar el comportamiento ferroelástico que estos poseen.

Para lograr esto, tanto en compresión como en impresión, se realizó el estudio de la resistencia al contacto para el cálculo del esfuerzo crítico de la deformación ferroelástica en el material.

Se obtuvieron los datos sobre la porosidad y la densidad de todas las probetas utilizadas, con esto se determinó que los discos son más densos que las barras y la porosidad es menor en el caso de los discos.

Se ocuparon series de Prony de tercer orden con relajación en el tiempo para poder modelar el comportamiento ferroelástico que poseía el material, utilizando para ello los datos obtenidos de forma experimental en ambos ensayos.

Se procedió a comparar los resultados obtenidos en 80 [MPa] de ambos ensayos para determinar cuál de ellos sería más efectivo de realizar.

Para obtener más conclusiones, es necesario contemplar más resultados experimentales que contemplen más variables a las que pueda estar sujetas el material, tales como la temperatura que posee el material, la porosidad que este posee, entre otros.

Desprejuiciados son los que vendrán, y los que están ya no me importan más
Charly García
A mi familia, a mis amistades

Agradecimientos

A mi madre y a mi padre quienes me han acompañado de manera incondicional a lo largo de mi vida y a quienes les debo mucho de lo que soy hoy en día.

A mi familia por los buenos momentos y por el apoyo brindado en mi trayectoria no solo académica, sino personal. En especial, quiero agradecer a mi tía Ivón y a su familia por recibirme a estos años y alojarme sin poner nunca una mala cara..

A mis amistades de la escuela de verano. Con muchas y muchos de ellos perdí el contacto hace años, pero su legado está presente en mi y es gracias a ustedes que me motivé a seguir el camino a lo largo de esta facultad.

A mis ex-compañeros que tuve en Concepción. Ellos me acompañaron y soportaron en el período más difícil de mi vida y a quienes nunca sentí que les agradecí como debí hacerlo. A ellos, mi eterna gratitud.

A la gente de "La Pasta" que siempre estuvo conmigo y me han ayudado a crecer mucho y en muy poco tiempo, por lo que mi cariño a todos ustedes es enorme. Quiero saludar especialmente al Piña, a Pablito, a Taky y al Héctor con quienes logré compartir un poco más que el resto en estos años. A todos ustedes, gracias.

A toda esa gente que estuvo conmigo a lo largo de los años en las distintas instancias que compartí, viviendo en la pensión, siendo compañeros de curso, llendo a algún concierto, compartiendo en trabajos voluntarios, en la militancia, etc. Muchas de ellas me mostraron el mundo de maneras muy diferentes a las que solía ver y de ahí trataré de construir un mejor futuro, al menos para la gente que me rodea.

A mi querida Radio Integral, el proyecto más importante que tuve, y a toda la gente que participó en su camino, tanto en su pasado como en el período en el que participé. Recogí muchas experiencias y muchas alegrías que jamás olvidaré.

Finalmente, a mi profesor guía Alí y a Bárbara por toda la disposición que me han tenido y por apoyarme en todo momento para poder terminar esta memoria de manera satisfactoria y en mi crecimiento como ingeniero.

Tabla de Contenido

Introducción	1
1. Antecedentes	2
1.1. Perovskitas	2
1.2. Ferroelasticidad	3
1.3. Comportamiento ferroelástico en LSCF	7
1.4. Test de impresión	8
1.5. Creep Ferroelástico en LSCF	9
1.6. Resultados en otros materiales ferroelásticos	10
2. Objetivos	13
2.1. Objetivo general	13
2.2. Objetivos específicos	13
3. Metodología	14
3.1. Fabricación de discos y barras	14
3.2. Ensayos	16
3.2.1. Ensayo de impresión de discos a temperatura ambiente	16
3.2.2. Ensayo de compresión de barra a temperatura ambiente	17
3.3. Caracterización del comportamiento ferroelástico	19
3.4. Caracterización del creep ferroelástico	19

3.5. Comparación de ensayos	20
4. Análisis y resultados	21
5. Conclusión	33
Bibliografía	34

Índice de Tablas

4.1. Propiedades de discos y barras utilizadas	21
4.2. Coeficientes series de Prony en discos	23
4.3. Coeficientes series de Prony en Barras	28

Índice de Ilustraciones

1.1. Estructura cristalina de una perovskita	2
1.2. Curva de Esfuerzo vs deformación en material ferroelástico	4
1.3. Curva de Esfuerzo vs deformación en material ferroelástico	5
1.4. Representación esquemática de un modelo simplificado que incluye un oscilador mecánico amortiguado [11]	6
1.5. Representación esquemática de las 3 soluciones de las paredes de dominio. (a) es si existen soluciones amortiguadas (b) el dominio se acerca al equilibrio por un lado (c) dominio salta posición equilibrio y vuelve a posición de equilibrio por otro lado [11]	7
1.6. Esquema del test de impresión [13]	9
1.7. Creep ferroelástico a temperatura ambiente [12]	10
1.8. Curva esfuerzo-deformación en LCO con carga máxima de 200 N [14]	10
1.9. Evolución de resistencia de contacto como función de la profundidad de la impresión [14]	11
1.10. Evolución de resistencia de contacto y su derivada como función del esfuerzo durante la carga de la impresión [14]	12
1.11. Creep Ferroelástico en 3 cargas en LCO [14]	12
3.1. Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 donde se crean discos y barras a utilizar	15
3.2. Molde utilizado para crear discos	16
3.3. Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 creando discos a 90 [MPa]	17
3.4. Horno Nabertherm ocupado para realizar tratamientos térmicos de sinterizado y recocido	18

3.5. Muestra de discos y barras creados para el experimento	18
3.6. Montaje ensayo de impresión a realizar en discos de LSCF	19
3.7. Detalle de ensayo de compresión realizado con cámara DIC	20
4.1. Curvas fuerza-deformación discos	22
4.2. Loading producido en los discos	23
4.3. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 200 [N]	24
4.4. Loading producido en la deformación-carga 200 [N]	24
4.5. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 250 [N]	25
4.6. Loading producido en la deformación-carga 250 [N]	25
4.7. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 300 [N]	26
4.8. Loading producido en la deformación-carga 300 [N]	26
4.9. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 350 [N]	27
4.10. Loading producido en la deformación-carga 350 [N]	27
4.11. Comparación datos de curva esfuerzo-deformación obtenidas en cámaras y extensómetro	28
4.12. Calibración de curva de extensómetro con datos de DIC	29
4.13. Creep ferroelástico en discos	29
4.14. Gráfico esfuerzo vs deformación de ambas barras	30
4.15. Loading producido a 80 [MPa] en barra de LSCF	30
4.16. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 80 [MPa]	30
4.17. Loading producido a 95 [MPa] en barra de LSCF	31
4.18. Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 95 [MPa]	31
4.19. Creep ferroelástico en barras de LSCF con diferentes cargas	31
4.20. Comparación creep 80 [MPa]	32

Introducción

En las últimas décadas, la ciencia y la ingeniería han empezado a desarrollar tecnologías avanzadas, las cuales requieren de materiales que puedan adecuarse y resistir los nuevos avances que se realizan. Es por ello que el estudio de nuevos materiales ha sido menester en la ingeniería actual. Los materiales con estructura perovskita han demostrado poseer muchas propiedades que pueden ser de gran utilidad para poder abarcar los problemas que se dan hoy en día, por lo que su investigación se ha profundizado para conocer todas las propiedades que estas poseen. Algunas de las propiedades más interesantes que se han estudiado en las perovskitas es la ferroelasticidad, pues en esta se muestra un comportamiento no lineal que existe en la deformación elástica del material, entre los cuales se encuentran los óxidos de lantano con estructura de perovskita.

En particular, se ha mostrado que el material $La_{1-x}Sr_xCo_{1-y}Fe_yO_{3-\delta}$ (LSCF) posee mucha importancia debido a su alta tasa de permeación en altas temperaturas. En particular, es la composición $La_{0,6}Sr_{0,4}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{3-\delta}$ de especial importancia, pues posee una combinación de buenas propiedades electrónicas-iónicas con suficiente estabilidad mecánica.

Para poder determinar las propiedades y comportamientos que estos materiales poseen, en el caso de la ferroelasticidad de ellos, en general estos son sometidos a ensayos de compresión uniaxial, las cuales tienen como objetivo obtener curvas de esfuerzo-deformación y así determinar el esfuerzo crítico que estas poseen.

Una de las nuevas alternativas que se han dado para la investigación de estas propiedades es el test de impresión, el cual utiliza un punzón cilíndrico para hacer impresión local en un ensayo y sirve para medir la velocidad de penetración en función del tiempo. Este método tiene como ventaja que es mucho más barato y rápido que los ensayos de creep que se realizan habitualmente, además de evitar ciertos problemas que están asociados a la localización del esfuerzo.

Es por ello que el objetivo de la memoria es investigar la posibilidad de caracterizar el comportamiento ferroelástico con test de impresión que posee el LSCF a temperatura ambiente. Para ello se crearán probetas del material, tipo barra y disco, donde las tipo barra serán sometidas a compresión y los discos a impresión, para así poder caracterizar el comportamiento ferroelástico del material. Con esto se espera encontrar una relación sistemática entre los métodos y así determinar el método más sencillo y barato para estas caracterizaciones.

Capítulo 1

Antecedentes

1.1. Perovskitas

Perovskita es el nombre que se le da a una estructura cristalina del tipo ABO_3 , donde A y B son cationes de distintos tamaños con una valencia total de +6, siendo A el catión más grande y B es un catión de tamaño medio, como se aprecia en la figura 1.1. El catión A, ubicado en las esquinas de la unidad de celda, corresponde a un álcali, un alcalinoterreo o un raro catión terreo (como podrían ser el La, Sr, Ba, etc) que con baja valencia procesan volúmenes más largos y se coordinan con 12 aniones de oxígeno, mientras que B es un metal de transición (ejemplos de esto pueden ser el Co, Ni, Mn, etc) ubicados en el centro de la celda, el cual es más pequeño y posee aniones de oxígeno con coordinación seis.

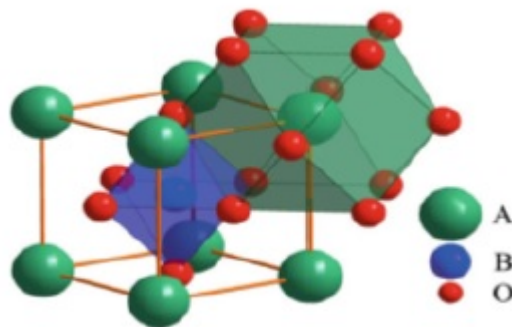


Figura 1.1: Estructura cristalina de una perovskita

La mayoría de las perovskitas están distorsionadas y no poseen la típica unidad de celda cúbica. Distorsiones comunes tales como desplazamiento de cationes dentro del octaedro y las inclinaciones de los octahedros están relacionados con las propiedades de los átomos A y B. La forma cúbica está relacionada con un factor llamado "factor de tolerancia de Goldschmidt", el cuál relaciona la distorción que posee la perovskita con los radios atómicos que poseen los átomos A y B.

Es una estructura poco usual, pero que las últimas décadas a comenzado a tener gran

relevancia, debido a que pueden tener una gran variedad de propiedades, como son su alto poder térmico, ferroelasticidad, ferroelectricidad y la magnetoresistencia, además de que varias perovskitas pueden ser superconductores, es decir, son capaces de conducir corrientes eléctricas sin oponer resistencia [1]

Dependiendo de los materiales que componen a la perovskita, suelen tener un gran uso en nuevos materiales ocupados, tales como celdas solares o celdas sólidas de combustión, debido a sus características catalíticas, conductivas de iones y electrónica. [2]

En el caso del LSCF, estas estructuras son relevantes pues el se compone en base a dos perovskitas, $LaCoO_3$ y $LaFeO_3$, dopado con Estroncio (Sr). Esto se realiza para mejorar algunas propiedades que poseen estos materiales (LCO y LFO), como es el bajar el coeficiente de expansión térmica, al igual que la conductividad electrónica que estos poseen, como también la conductividad iónica, puesto que se espera que estas sean altas.

1.2. Ferroelasticidad

La ferroelasticidad corresponde a un fenómeno en que los materiales pueden mostrar deformación de manera espontánea. Al aplicar una tensión sobre el material, estos poseen un comportamiento no-lineal el cual se puede observar en las curvas de esfuerzo-deformación obtenidas en ensayos de compresión uniaxial a temperatura ambiente, como en los ensayos de araki.

Para que un material pueda ser considerado como "ferroelástico", este debe tener por lo menos 2 fases con posibles orientaciones. Este cambio de orientación, a diferencia de los cambios normales que se producen por difusión, debe de ser producido por la aplicación de un esfuerzo externo.

Cuando se produce la fase ferroelástica, esta parte de una fase de transición que se alimenta de una fase inicial, que se va reduciendo. La ferroelasticidad está sometida a una serie de deformaciones espontáneas que se producen por la distorsión de la celda unitaria de la fase inicial. Los distintos esfuerzos simultaneos y sus alternativas, se acoplan energéticamente al esfuerzo externo, lo que termina produciendo un cambio de orientación de las estructuras que posee el sistema.

Existe la posibilidad de que puedan coexistir en un mismo material dos dominios con dos orientaciones distintas y formar límites gemelos, sin embargo, al aplicar el esfuerzo externo dichos bordes se pueden mover y hacer que los dominios se reorienten en la dirección de uno u otro, lo que termina promoviendo el crecimiento de alguno de los dominios. Para el caso de las perovskitas, se presentan 2 orientaciones equivalentes en su estructura (romboédrica), lo que hace que al aplicar un esfuerzo se facilite el cambio de planos. Los cambios de orientación generados pueden producir aumentos en la resistencia a la fractura del material, así como también una disminución en los esfuerzos en las partes que poseen más carga.

Se tendrá que, en un ensayo de compresión típico en materiales ferroelásticos, se generará una curva que posee 3 tramos, donde en un comienzo tendrá un crecimiento lineal hasta

llegar al esfuerzo crítico, donde pasará a una zona de transición y finalmente otro crecimiento lineal que poseerá una pendiente diferente del tramo inicial. Esto indica que se generarán tres módulos de elasticidad que serán diferentes y que estarán asociados a cada zona (inicial, transición y final). Es en la zona de transición donde se producen todos los cambios estructurales de reorientación de los dominios cristalinos del material. En la descarga de este, se tendrá que existe una deformación remanente del material. Teóricamente, esta debiera desaparecer si la compresión aplicada fuera tal que todos los dominios del material cambiasen y no existiera la fase de transición.

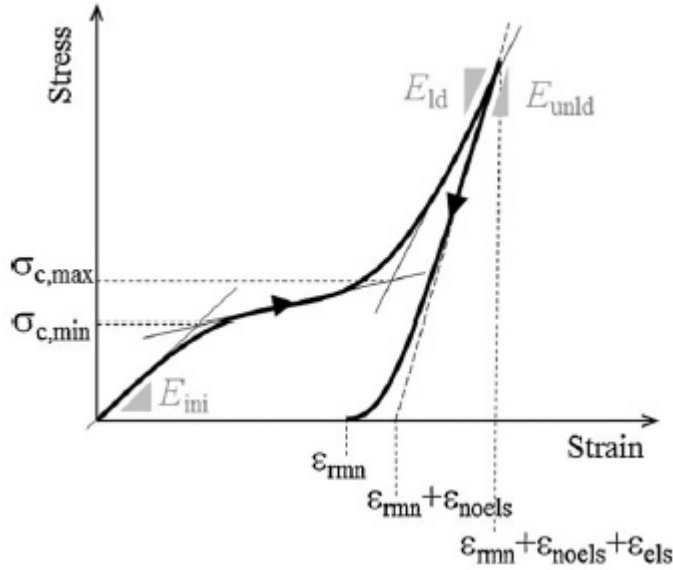


Figura 1.2: Curva de Esfuerzo vs deformación en material ferroelástico

El problema de contacto entre dos cuerpos elásticos debe de ser estudiado si se quiere detectar la ferroelasticidad en un ensayo de impresión. Este problema está relacionado con el problema de contacto de Boussinesq [3]. Varios autores han realizado diversos estudios sobre esto (entre ellos, Sneddon [4], Hayes [5], Zhang [6], Oliver y Pharr [7], Krouskop [8], Egorov[9] y Hill [10] [10]), los cuales modelan una relación lineal entre la resistencia al contacto (S) y el desplazamiento que provoca un indentador plano, que describen el comportamiento para relaciones lineales de elasticidad, sin embargo, al poseer el LSCF un comportamiento ferroelástico no puede predecir su comportamiento no lineal. Para ello es que se debe de calcular S , la que está definida como la primera derivada de la fuerza con respecto a la deformación.

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (1.1)$$

Donde F es la fuerza aplicada por el indentador sobre la muestra y h es el desplazamiento del indentador. Esto se puede representar a través de la ecuación

$$P = \frac{F}{\pi r^2} \quad (1.2)$$

Con esto se obtiene la gráfica con la pendiente de la curva de fuerza vs desplazamiento, viendo ahora una notoria inflexión en la curva, si se quiere obtener el esfuerzo coersitivo σ_c se debe superponer la derivada de la resistencia al contacto S, y es el mínimo valor de esta el esfuerzo coersitivo.

Para el ensayo de compresión se obtiene el gráfico de Esfuerzo vs deformación, al ser no-lineal, se sigue lo que dice Araki, quien propone 3 módulos de elasticidad, cuyos parámetros están expresados en la figura.

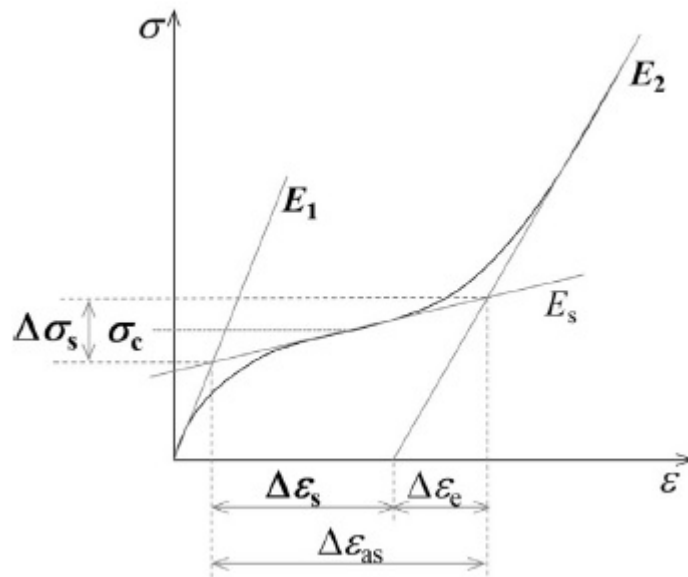


Figura 1.3: Curva de Esfuerzo vs deformación en material ferroelástico

En esta curva se tendrá que:

- E_1 : Módulo de Young primer tramo
- E_s : Módulo de Young del tramo intermedio
- E_2 : Módulo de Young del segundo tramo
- σ_c : Estrés crítico
- $\delta\sigma_s$: Rango estrés donde ocurre el cambio de dominio
- $\delta\epsilon_s$: Deformación de cambio
- $\delta\epsilon_e$: Deformación elástica
- $\delta\epsilon_{as}$: Deformación aparente

Otro fenómeno que es importante de estudiar es el del creep en los materiales. Debido al comportamiento que poseen las partículas, el movimiento de las paredes del dominio puede ser modelado como un oscilador mecánico amortiguado, tal como se muestra en la figura 1.4. En las perovskitas que presentan comportamiento ferroelástico se ha determinado el creep ferroelástico, en el cual el material está sometido a un esfuerzo constante y mayor al del esfuerzo crítico a una temperatura determinada, donde se presenta un ascenso en la deformación del material producto de las activaciones de dominio que se generan. Para esto, existen 3 posibilidades que se pueden dar, según Lugovy. La primera es que el comportamiento

sea de oscilaciones amortiguadas sobre la posición de equilibrio. Si estos comportamientos amortiguados no están, entonces el otro caso que se puede dar son que las aproximaciones de las paredes del dominio hasta la posición de equilibrio ya sea desde un lado de su ubicación original o en la situación que las paredes de dominio poseen una alta movilidad, entonces estas podrían saltarse esa posición de equilibrio y después retornar a acercarse a esa posición de equilibrio desde el lado opuesto, lo que se conoce como creep negativo. Este creep negativo se puede dar si es que, al momento de aplicar la carga constante, las paredes de los dominios del material poseen una inercia baja, por ejemplo, una baja masa M y una alta movilidad. [11] Estos gráficos están representados en la figura 1.5.

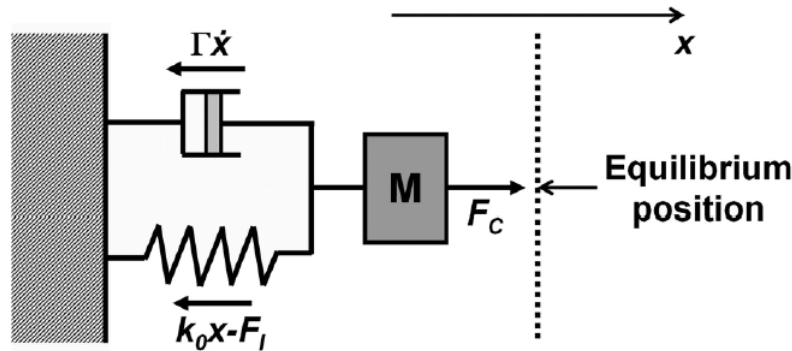


Figura 1.4: Representación esquemática de un modelo simplificado que incluye un oscilador mecánico amortiguado [11]

Es importante notar que este creep es diferente al que usualmente se da en metales, por lo que se requiere de una caracterización de este comportamiento en particular. Se sabe que el creep ferroelástico depende fuertemente del esfuerzo aplicado y que solo ocurre una vez sobrepasado el esfuerzo crítico mínimo de activación de dominio, lo cual permite la aparición de creep. Este será mayor si el esfuerzo aplicado se encuentra cercano al esfuerzo crítico máximo, puesto que si los esfuerzos aplicados son demasiado altos, la etapa de transición de fase se habrá sido superada.

En el caso de la descarga o recuperación del ensayo, el fenómeno que se produce es muy similar al de la carga, es decir, se puede ver que se llega a un estado de equilibrio pero que en esta ocasión se está descargando.

Para el creep ferroelástico, para describir la deformación que se produce en el esfuerzo aplicado es necesario aplicar series de Prony con relajación en el tiempo, como sugiere Araki, el cual se describe a través de la ecuación:

$$f(t) = \sum c_i \cdot \exp(-t/\tau_i) \quad (1.3)$$

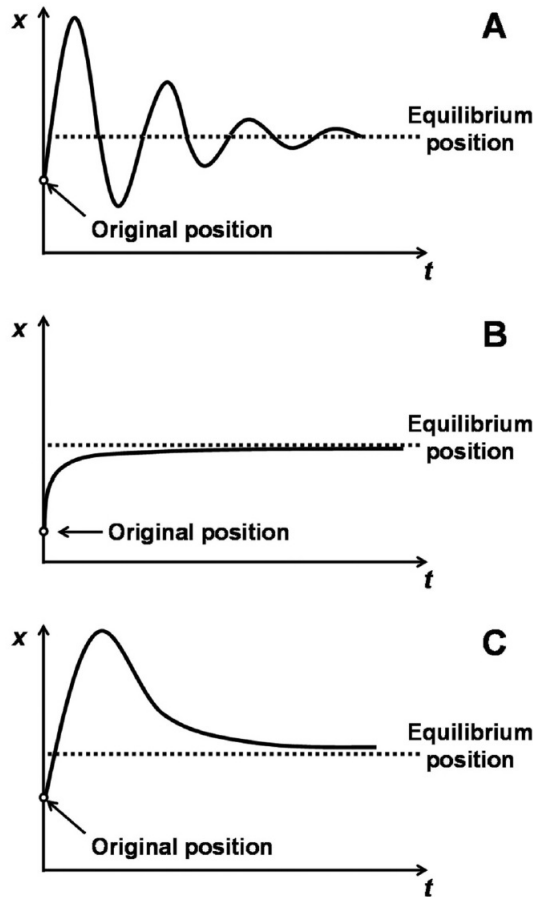


Figura 1.5: Representación esquemática de las 3 soluciones de las paredes de dominio. (a) es si existen soluciones amortiguadas (b) el dominio se acerca al equilibrio por un lado (c) dominio salta posición equilibrio y vuelve a posición de equilibrio por otro lado [11]

1.3. Comportamiento ferroelástico en LSCF

El comportamiento ferroelástico se ha reportado previamente a través de otras perovskitas de lantano-cobalto, tales como el La-Co-O (LCO) y el La-Sr-Co-O (LSCO) y el LSCF. Por lo general, los materiales ferroelásticos poseen una curva de deformación vs esfuerzo no-lineal, como se muestra en la figura

De esta figura, se logra apreciar que en comienzo de la carga, el desplazamiento es esperado que posea un comportamiento casi lineal. Sobre el estrés crítico se observa que muestra un incremento progresivo con esfuerzo aplicado, una región donde algunos dominios ferroelásticos cambian debido al esfuerzo. Una vez que la mayoría de los dominios ferroelásticos cambian, el desplazamiento vuelve a aumentar de manera lineal, mientras algunos de los dominios ferroelásticos restantes cambian. En el comienzo de la descarga, el desplazamiento que se produce es lineal con el esfuerzo debido a recuperación que hay por la deformación elástica y después se produce un comportamiento no lineal debido a dominios back-switching. Una vez removida la carga aplicada por completo, se observa un remanente de esfuerzo no-recuperable en el gráfico. La curva de deformación vs esfuerzo muestra que no se produce histeresis si la

carga máxima es lo suficientemente alta como para que todos los dominios posibles cambien completamente, al contrario de lo que ocurre normalmente donde dichas curvas si muestran histeresis.

Las propiedades ferroelásticas del LSCF también se estudiaron a distintas temperaturas, de los cuales también se obtuvo la curva de esfuerzo vs deformación. De aquí se observó que a 473 K y a 873 K poseían un comportamiento ferroelástico en dicho rango de temperaturas. Los efectos observados a los 293 K también pueden considerarse como ferroelásticos, aunque estos difieren a lo observado a las temperaturas previamente expuestas. Dicha diferencia se puede explicar debido a que materiales ferroelásticos muestran un comportamiento de creep a temperatura ambiente con esfuerzos menores al esfuerzo crítico, lo cual se conoce como "creep ferroelástico", con una recuperación en la deformación después de la descarga, puesto que la carga hecha en dicho estudio fue muy pequeña como para detectar la respuesta ferroelástica hasta la saturación. Otra temperatura a la cual se estudió la ferroelasticidad del material fue a los 1073 K, donde la curva de esfuerzo vs deformación posee un comportamiento no-lineal al principio de la curva, la cual también se puede asignar a la ferroelasticidad mientras que el comportamiento observado sobre los 60 MPa es más relacionado a la parte primaria del creep a alta temperatura del material.

Otro de los aspectos que fue estudiado en el LSCF es su Módulo de Young. Este no puede de ser evaluado si es que la curva de esfuerzo vs deformación son no-lineales como resultado del cambio de estructuras de dominios. Es por esto que este módulo debe de ser estudiado de diferentes formas. Distintos autores han buscado solución para encontrar el valor de este módulo en las distintas etapas. Autores como Araki [12] han determinado que estos valores deben determinarse en los distintos tramos. Para el primer módulo de Young (E_1) se calculado en el tramo inicial de la carga, mientras que el E_{ld} y el E_{unld} de las pendientes del último tramo de la curva de carga en este ciclo y del principio de la curva de descarga, respectivamente. En este caso, se dieron como resultados que el módulo de Young inicial $E_{ini} = 75[MPa]$ a temperatura ambiente y muestra un fuerte descenso a los 473 K.

Se han reportado algunos estudios respecto al estudio de propiedades mecánicas relacionadas con sus microestructuras. Algunos de realizados abarcaron diferentes propiedades, tales como la densidad relativa, tamaño de grano y el módulo de Young.

1.4. Test de impresión

Desde que se usó un punzón cilíndrico para realizar ensayos de indentación locales para medir la velocidad de penetración en estado estable en función del tiempo, hoy en día se considera un ensayo de impresión que sirve para reemplazar los ensayos de creep, los cuales eran considerablemente más largos y costosos [13].

Los ensayos de impresión poseen dos características que los diferencian de los ensayos de indentación

- La carga que se realiza es de forma cilíndrica con una superficie final plana en vez de

esférica, cónica o piramidal

- Con una carga constante, la tensión media de contacto es constante, y la zona plástica bajo la carga se desarrollará a tamaño constante para que la deformación plástica se asocie con la propagación de la zona plástica.

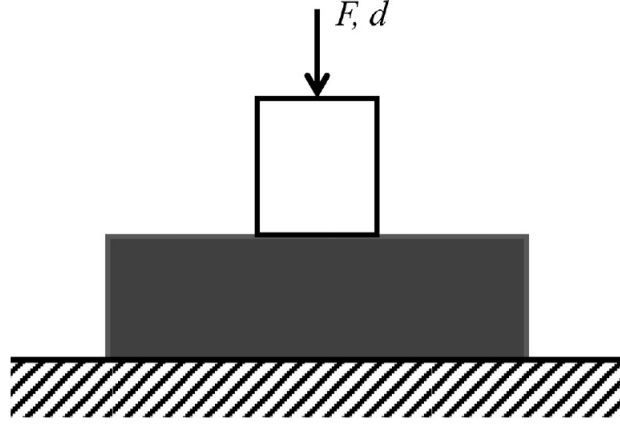


Figura 1.6: Esquema del test de impresión [13]

La figura 1.6 muestra de manera esquemática el contacto que se produce entre un puño rígido cilíndrico y un material que posee un espesor h conocido sobre un sustrato rígido. Existen dos condiciones de contacto limitantes entre el puño y la interfaz de contacto del material. Uno es que no haya fricción y otro es que no exista deslizamiento por el contacto con un espacio elástico.

Similarmente, existen dos condiciones de contactos limitantes en la interfaz entre el material y el sustrato rígido, uno es la no-fricción y el otro es la unión perfecta. La fuerza aplicada por el puño se puede calcular como la integral de la tensión normal sobre la zona de contacto.

1.5. Creep Ferroelástico en LSCF

Otro fenómeno estudiado en el LSCF ha sido el comportamiento del Creep Ferroelástico que este posee. De la figura expuesta, se puede apreciar que las deformación de 293 [K] y de 1073 K a una presión constante de 100 [MPa] y también con una precarga de 0.3 [MPa]. Se aprecia que la muestra con carga de 100 [MPa] a 293 [K] sufre una gran deformación durante 1 hora. Ese efecto se conoce como creep ferroelástico debido al cambio de dominio que se produce, los cuales se empiezan a saturar a lo largo del tiempo debido a que dichos dominios son limitados. Las curvas que aquí se muestran se pueden modelar a través de series de Prony con relajación en el tiempo.

La muestra comprimida a 1073 [K] con esfuerzo constante de 100 [MPa] también revela un incremento de la deformación con el tiempo, aunque el valor absoluto es menor que en los 293 [K], sin embargo, a diferencia de la deformación que la muestra sufre a los 293 [K], la deformación de esta muestra aumenta pasada 1 hora sin que hayan signos de saturación y esto se puede atribuir a la región primaria del creep a alta temperatura reportado. Completada

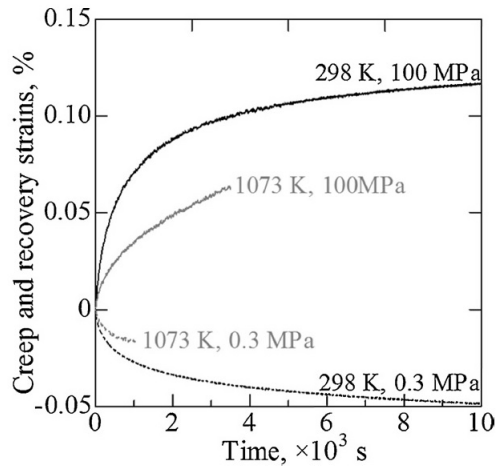


Figura 1.7: Creep ferroelástico a temperatura ambiente [12]

la descarga también se observó una disminución en el esfuerzo, que se puede atribuir a la recuperación de creep. Este comportamiento en el LSCF se puede apreciar pasado los 973 [K], mientras que en los rangos de 473 a 873 [K] no se observó esto.

1.6. Resultados en otros materiales ferroelásticos

Estudios acerca de la ferroelasticidad ya se han realizado previamente en otros materiales que provienen del Lantano, uno de ellos es el LCO ($LaCoO_3$), el cual también posee una estructura de perovskita. En base a esto, se caracterizó el comportamiento ferroelástico de manera experimental a través de indentación y compresión de probetas de ese material.

Para el estudio de la ferroelasticidad, se realizó un ensayo de impresión sobre un disco de 200 [N] como carga máxima, además de un tiempo de espera con carga máxima de 5 [N], obteniendo así su curva de carga vs deformación, representada en la figura 1.8.

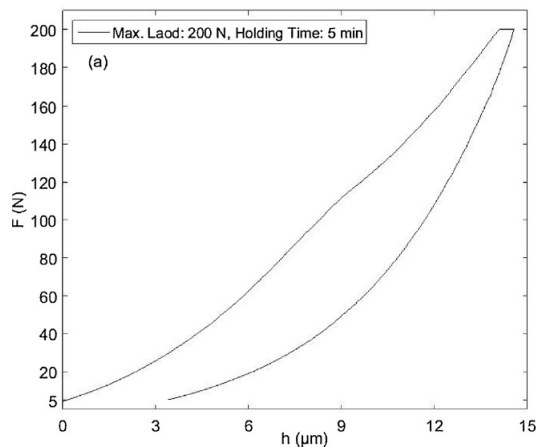


Figura 1.8: Curva esfuerzo-deformación en LCO con carga máxima de 200 N [14]

De ella se puede apreciar que la curva posee un comportamiento normal hasta los 105 [N], donde estaa sufre una deflexión, tras la cual la curva sigue cargandose progresivamente hasta los 200 [N]. En la carga máxima sigue aumentando peses a que dicha carga es constante, y finalmente se puede observar que existe una deformación remanente en la curva de descarga.

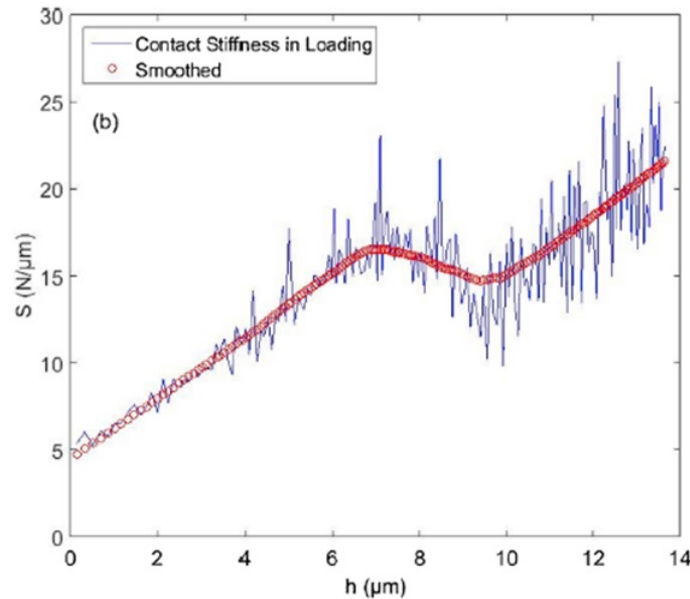


Figura 1.9: Evolución de resistencia de contacto como función de la profundidad de la impresión [14]

Debido a dicha deformación es que es necesario ver la resistencia de contacto (S), la cual corresponde a la primera derivada de la curva de carga respecto a la deformación. En este gráfico, se puede ver que que la curva aumenta hasta obtener un máximo, luego desciende hasta obtener un mínimo local y vuelve a ascender hasta la carga máxima. Con esto se puede concluir que la carga posee un comportamiento no lineal.

La resistencia al contacto se traslapa en el gráfico con la segunda derivada de la carga versus la deformación ($\frac{dS}{dh}$) (figura 1.10), donde se aprecia que el punto de inflexión que se veía en la primera derivada corresponde al mínimo de la curva $\frac{dS}{dh}$, donde se encuentra el esfuerzo coersitivo $\sigma_c = 33,4[MPa]$.

Otro de los aspectos estudiados en este estudio correspondió al creep ferroelástico que posee el LCO, bajo 3 cargas diferentes, en este caso, 200 [N], 300 [N] y 400 [N], las cuales corresponden a un ciclo de carga durante 3 horas en carga máxima para así obtener sus curvas de deformación en el tiempo, las cuales se aprecian en la figura 1.11

De este gráfico se puede apreciar que a mayor carga, mayor será la deformación por creep ferroelástico, y además se concluye que cada curva llega a una deformación de saturación, puesto que a cada carga máxima ya no se pueden alterar más a los dominios ferroelásticos. Para poder ver más claramente esto a través del computador, se aproximaron las curvas con el programa MATLAB, donde se ajustaron utilizando series de Prony de tercer orden con una relajación en el tiempo.

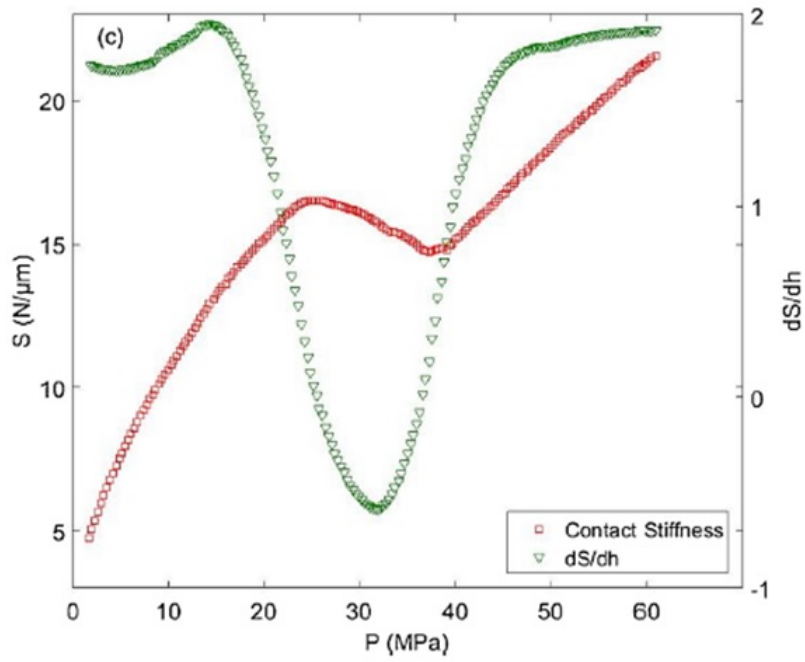


Figura 1.10: Evolución de resistencia de contacto y su derivada como función del esfuerzo durante la carga de la impresión [14]

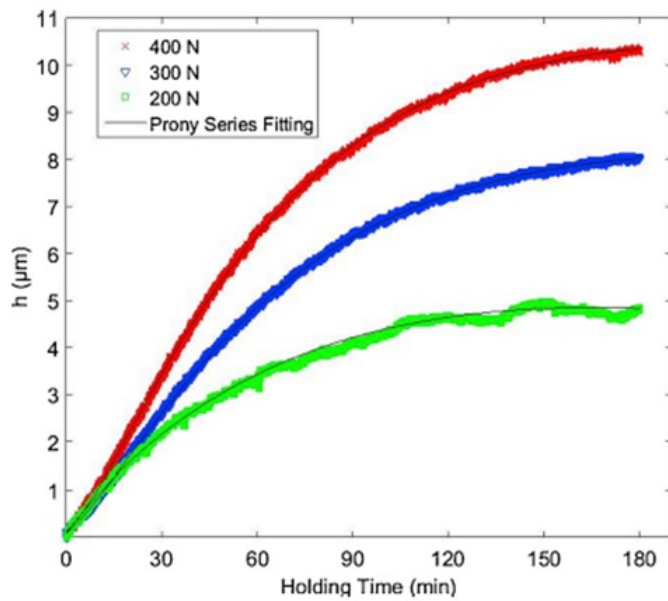


Figura 1.11: Creep Ferroelástico en 3 cargas en LCO [14]

Capítulo 2

Objetivos

2.1. Objetivo general

El objetivo de esta memoria consiste en caracterizar el comportamiento ferroelástico del $(La_{0,6}Sr_{0,4})_{0,95}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{(3-x)}$ de impresión y comparar resultado con método de compresión.

2.2. Objetivos específicos

- Caracterizar comportamiento ferroelástico del LSCF con el método de compresión
- Caracterizar comportamiento ferroelástico del LSCF con método de impresión
- Comparar resultados de ambos métodos

Capítulo 3

Metodología

El estudio correspondiente a esta memoria corresponderá a ensayos de impresión en discos de LSCF y de ensayos de compresión en barras del mismo material. En ellos se medirá la deformación en el tiempo a una carga constante en un tiempo pre-determinado. Esto se realiza para poder analizar el comportamiento ferroelástico que este posee, así como también el creep ferroelástico del mismo.

Para lograr esto, la metodología a realizar propone los siguientes pasos para realizar el estudio.

3.1. Fabricación de discos y barras

Para la fabricación de los discos, se tiene previamente $(La_{0,6}Sr_{0,4})_{0,95}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{(3-x)}$ en forma de polvo que venía listo para ser utilizado, el cual es compactado en un molde para darle forma a las muestras, en el caso de los discos, estos será de diámetro de $12[mm]$ y altura de $3[mm]$, mientras que las barras tendrán dimensiones de $12 \times 5 \times 3$ mm. La masa utilizada para cada uno de los casos se calculó previamente.

Las probetas se crearon en la máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100, donde se sometió a una compresión uniaxial de 90 [MPa] durante 1 minuto, como se puede ver en la figura 3.3, luego las muestras son sometidas a un proceso de sinterización a $1200^{\circ}C$ por 3 horas, con un ascenso de $300 \frac{^{\circ}C}{min}$ y un descenso de $30 \frac{^{\circ}C}{min}$, lo cual le da una mayor densificación. De este modo se procede a pulir las superficies de las probetas con lijas de 1000 , 1200 , 1500 y 2000 hasta obtener una superficie especular y tomando en cuenta que ambas caras donde se realizarán los ensayos deben quedar lo más paralelas posibles para que no hayan problemas al momento de realizar los ensayos. Se caracteriza el material en cuanto a las propiedades que este posee, las cuales serán su peso, su densidad real, la cual se calcula a través de la fórmula



Figura 3.1: Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 donde se crean discos y barras a utilizar

$$P_R = 1 - \frac{\rho_R}{\rho_T} \quad (3.1)$$

Con una densidad real de

$$\rho_T = 6,3 \frac{gr}{cm^3} \quad (3.2)$$

Siendo el cálculo de la densidad real dado por

$$\rho_R = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

Finalmente se procede a realizar un recocido sobre las probetas, a $1000^{\circ}C$ por 1 hora con un ascenso de $60^{\circ}C$ y un descenso de $30^{\circ}C$. Esto se realiza con el fin de liberar todas las tensiones superficiales que posea el material después de realizar los pulidos correspondientes.

En el caso de las barras, se procedió de manera similar, sin embargo, el trabajo fue distinto debido a que el ensayo de compresión se realiza en las caras que tienen áreas de menor superficie. Estas caras fueron pulidas con una lija de grano 1200, mientras que las demás superficies fueron pulidas con lijas de 1000, 1200, 1500 y 2000. También se lijo de manera especial las puntas de la probeta en el área de menor superficie para que no hubiese problema al momento de realizar el ensayo. Para realizar este pulido, en el caso de las barras, se procedió a utilizar una máquina que facilitó este proceso y así asegurar el correcto paralelismo que deben poseer estas barras. Posterior a esto, se toman los datos de las barras de manera equivalente que los discos, y se someten a un recocido equivalente al de los discos (es decir,



Figura 3.2: Molde utilizado para crear discos

a $1000^{\circ}C$ por 1 hora con un ascenso de $60^{\circ}C$ y un descenso de $30^{\circ}C$). Posterior a esto, las barras están listas para ser sometidas a los ensayos necesarios.

3.2. Ensayos

Después de realizar el recocido en las muestras se procede a realizar los correspondientes ensayos tanto en los discos como en las barras. Dado a los tamaños que estos poseen, los discos serán sometidos a ensayos de impresión y las barras serán sometidas a ensayos de compresión. Realizados estos ensayos, se procederá a ver las diferencias y similitudes de resultados que se producen entre ellos. Como los procesos son diferentes entre si, se procede a explicar como se realizó cada uno de estos ensayos.

3.2.1. Ensayo de impresión de discos a temperatura ambiente

El ensayo de impresión fue realizado en la máquina ZWICK/ROEL Z100 con una celda de carga XforceP de capacidad de 5 [kN] a temperatura ambiente en distintas cargas, las cuales fueron entre los 200 y 350 [N] en los distintos discos estudiados. Las dimensiones de los discos cambiaron después de realizados el sinterizado y el recocido del material en el hornos, y estas fueron de un diámetro de 10 [mm] y un grosor de 2 [mm]. Para que esto estuviera correctamente posicionado, se corroboró con un papel calco la correcta posición que poseía el indentador y que las superficies a trabajar estuviesen paralelas. Para las mediciones de carga y profundidad se trabajó con el programa Xforce P, el cual midió los datos obtenidos a través de una celda de carga de 1[kN] y a través de un extensómetro acoplable DSM Proline 2 que poseía una resolución de $0,005 \mu m$ a las barras de alúmina, la cual se puede apreciar en las figuras.

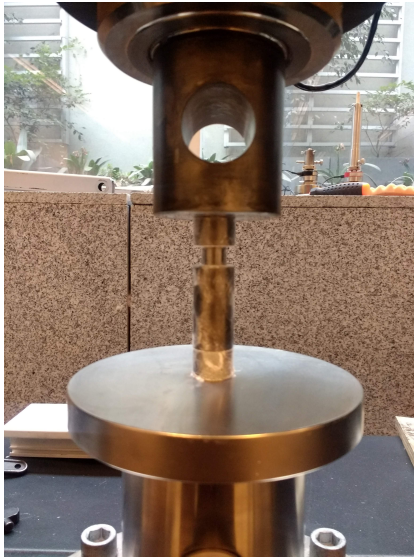


Figura 3.3: Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 creando discos a 90 [MPa]

Las características que posee este ensayo, con sus correspondientes parámetros son los siguientes:

- Velocidad de carga y de descarga de 120 [N/min], equivalente en todos los ensayos.
- Precarga de 5 [N] durante 1 minuto.
- Carga máxima que variará en cada disco contemplado. Estas serán de 200, 250, 300 y 350 [N]
- Tiempo de 3 horas para analizar el creep ferroelástico que poseen las distintas muestras a realizar.

3.2.2. Ensayo de compresión de barra a temperatura ambiente

El ensayo de compresión, al igual que el realizado con los discos, se realizó en la máquina ZWICK/ROEL Z100 con una celda de carga de 5 [kN]. La probeta utilizada fue ubicada entre dos barras de alúmina de 10 [mm]

En este caso, se realizó el experimento hasta alcanzar una presión previamente determinada.

Para el análisis de la compresión de la barra, se utilizó la técnica de correlación de imágenes digitales, conocida como DIC (Digital Image Correlation). Esta se utilizó con el fin de poder medir los desplazamientos que ocurren a lo largo de la barra sin necesidad de estar en contacto con el montaje. Para poder realizar esto, se debió pintar las barras con una pintura, la cual se puso en la probeta a través de un spray, primero con color blanco, y finalmente de manera muy suave con color negro, esto con el fin de crear un patrón que fuera reconocible a través del computador para su posterior análisis.

Para el correcto procedimiento de este ensayo, se debió montar el sistema de cámaras,



Figura 3.4: Horno Nabertherm ocupado para realizar tratamientos térmicos de sinterizado y recocido

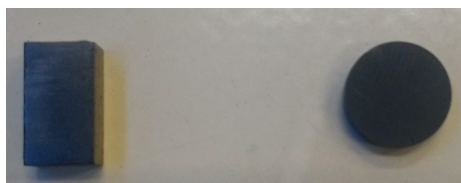


Figura 3.5: Muestra de discos y barras creados para el experimento

las cuales grabarán todo el ensayo de comienzo a fin. Una vez terminado el experimento, el sistema dividirá el campo visual en una serie de áreas únicas que poseerá una cierta cantidad de pixeles que está determinada, estas secuencias toman el nombre de facets (o facetas). A medida que el experimento se va realizando, las facetas van cambiando y el programa identifica dichos cambios, logrando así la medida de deformación de superficie a través del tiempo.

Para el correcto procedimiento de este ensayo, se debió montar el sistema de cámaras, las cuales grabarán todo el ensayo de comienzo a fin. Una vez terminado el experimento, el sistema dividirá el campo visual en una serie de áreas únicas que poseerá una cierta cantidad de pixeles que está determinada, estas secuencias toman el nombre de facets (o facetas). A medida que el experimento se va realizando, las facetas van cambiando y el programa identifica dichos cambios, logrando así la medida de deformación de superficie a través del tiempo.

Las características que posee este ensayo, con sus correspondientes parámetros son los siguientes:

[h]Velocidad de carga y de descarga de 120 [N/min] Precarga de 30 [N] durante 1 minuto. Carga máxima de 80, 95 y 111 [MPa] Tiempo de 3 horas para analizar el creep ferroelástico que poseen las distintas muestras a realizar. Carga minima de 5 [N] por 10 minutos.

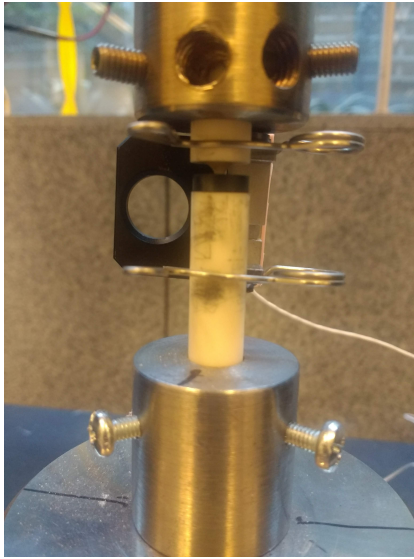


Figura 3.6: Montaje ensayo de impresión a realizar en discos de LSCF

3.3. Caracterización del comportamiento ferroelástico

En el ensayo de impresión, después de obtener los datos del experimento para cada una de las cargas obtenidas (200 N, 250 N, 300 N y 350 N), se procede a analizar estos con ayuda de MATLAB, y a través de un código determinar su curva de Fuerza vs Desplazamiento, para así obtener de este su resistencia al contacto (S) para ver si es posible determinar el comportamiento ferroelástico que este posee en un ensayo de indentación. Posterior a esto, se procede a calcular la derivada de la resistencia al contacto S, la cual corresponde a la segunda derivada de la fuerza vs desplazamiento), la cual es graficada en función de la presión, esto con el fin de obtener el esfuerzo crítico de activación de dominio (es decir, el esfuerzo coercitivo), el cual será, en este gráfico, el mínimo de la curva dS obtenida. Para el caso del ensayo de impresión esta presión será de $P=F/(\pi \cdot r^2)$, siendo $r = 1[mm]$ y F la fuerza ejercida en [N].

Para el ensayo de compresión, obtenidos los datos del extensómetro para las presiones, se procede a ver la curva de esfuerzo vs deformación para así obtener los módulos de Young que se producen en los distintos tramos de la curva de esfuerzo vs deformación, como se mostró en la sección de antecedentes. Además de esto, se procedió a realizar el estudio del creep ferroelástico que se daba en esta barra a lo largo del experimento (es decir, las 3 horas que se mantuvo la barra con carga máxima). Las curvas, al igual que la determinación del módulo de Young, se determinaron a través de un código en Matlab.

3.4. Caracterización del creep ferroelástico

Una vez obtenidos los datos de las curvas, se procede a analizar también la curva de deformación en el tiempo en carga máxima, el cual se realizará durante 3 horas para poder ver qué curvas se generarán en la muestra a lo largo del experimento. Esto, al igual que en

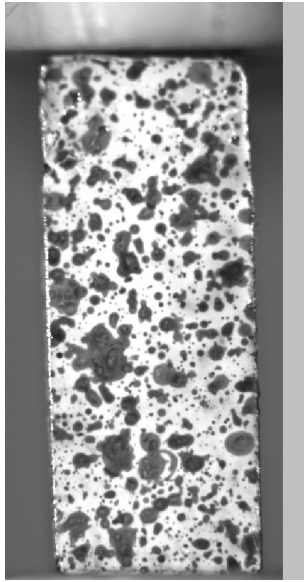


Figura 3.7: Detalle de ensayo de compresión realizado con cámara DIC

el análisis del comportamiento ferroelástico, se estudiará para las 4 fuerzas cargas que se estudiarán (200 N, 250 N, 300 N y 350 N) y se verá como será el crecimiento de cada una de ellas, para finalmente, compararlas y ver cuales serán las diferencias y similitudes que existen entre ellas.

Este análisis también se realizará en las barras, calculando el creep que poseerán en 3 cargas máximas distintas previamente determinadas, en este caso serán de 80, 95 y 111 [MPa]

3.5. Comparación de ensayos

Para realizar la comparación de los ensayos, se procede a comparar un ensayo de impresión versus un ensayo de compresión realizados a la misma presión, con lo cual se procede a ver las diferentes curvas que posee cada uno de ellos, tales como la de fuerza-desplazamiento, así como también los esfuerzos críticos que se obtuvieron de cada una de ellas, y además se verá el comportamiento del creep ferroelástico que se dio en cada una de ellas. Dependiendo del resultado, se concluirá cuál método es más efectivo para mostrar las propiedades del material trabajado.

Capítulo 4

Análisis y resultados

Una vez realizadas las mediciones de peso y volumen tanto de los discos como de la barra, se procede a calcular la densidad real que estos poseen, así como también la porosidad de estos, tomando la densidad teórica del LSCF como $6,3 \text{ [gr/cm}^3\text{]}$, con lo que se obtuvo una densidad promedio de $6,1411 \text{ [gr/cm}^3\text{]}$. Estos resultados se ven reflejados en la tabla 4.1. También se calculó la porosidad que poseían estas muestras, las cuales también están incluidas en la tabla, cuyo promedio en el caso de los discos fue de $2,522 \%$, mientras que en el caso de las barras este promedio será de $4,698 \%$. Se puede apreciar que, en el caso de los discos, la porosidad es menor al de las barras. Esto puede deberse a la fabricación de los discos, debido a que se ejerció una presión de mayor magnitud en el caso de estos, siendo esta de 120 [MPa] mientras que la de las barras fue de 90 [MPa] . Ver tabla 4.1.

Tabla 4.1: Propiedades de discos y barras utilizadas

Probeta	Peso	Volumen	Densidad Real	Porosidad
Disco 1	1,2452	0,201	6,1855	1,818
Disco 2	1,2764	0,206	6,1896	1,752
Disco 3	0,8133	0,133	6,1022	3,140
Disco 4	0,8823	0,144	6,0871	3,379
Barra 1	1,4917	0,244	6,0896	3,340
Barra 2	1,4177	0,236	5,9877	4,956
Barra 3	1,5001	0,252	5,9350	5,800

Para el estudio de la ferroelasticidad en el LSCF, se realizó un ensayo de impresión sobre un disco, donde se analizaron 4 cargas diferentes, 200 [N] , 250 [N] , 300 [N] y 350 [N] , y todos ellos con un tiempo de carga en espera de 5 [N] , donde extrayendo los datos del extensómetro, se logró determinar la curva de esfuerzo vs deformación que estas poseían (Figura 4.1). Los resultados obtenidos de estas curvas son los esperados de una curva de esfuerzo vs deformación de comportamiento ferroelástico (Figura 1.2), teniendo todas ellas un crecimiento similar en un comienzo. Ver figura 4.2

Alrededor de los 50 [N] , se puede apreciar el aumento de la tasa de deformación, debido al cambio de pendiente. En todos los casos las curvas realizan otro cambio de pendiente hacia los 75 [N] aproximadamente, siguiendo después de esta fuerza el aumento progresivo

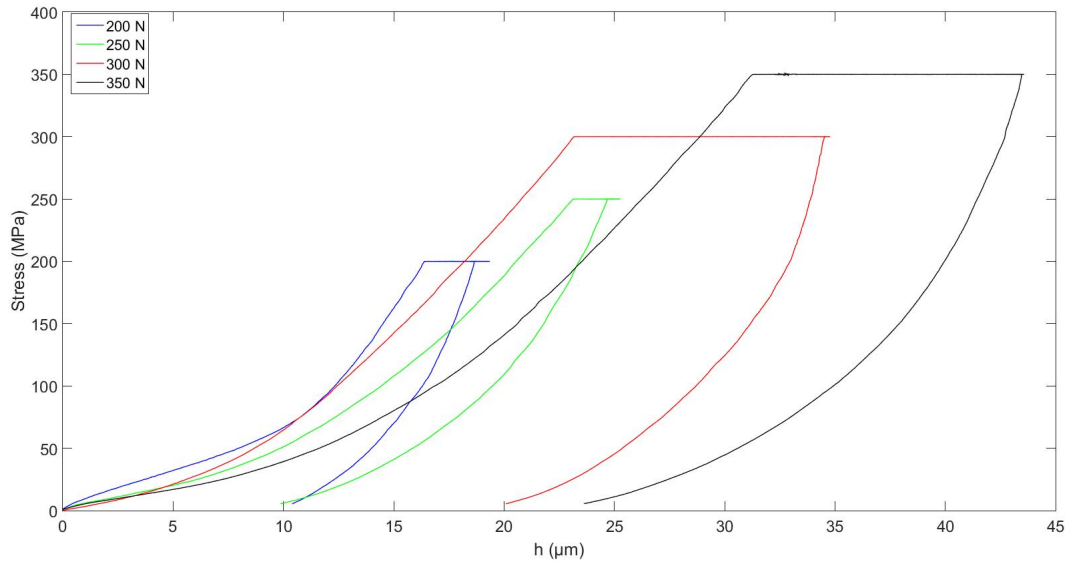


Figura 4.1: Curvas fuerza-deformación discos

esperado. Se puede ver en la curva de 200 [N] hay un incremento de la pendiente al superar la región crítica del material en comparación con las otras cargas máximas. Esto se puede deber a que hay un menor desarrollo después de pasar el esfuerzo crítico (Figura 4.2).

Se logra observar también que durante la carga máxima, la deformación sigue aumentando en el material durante las 3 horas en la que se somete a carga máxima. En el momento de la descarga también se puede ver una deformación remanente en el material después de realizado el proceso de descarga (Figura 4.1). Para el correcto estudio de esto, se procedió a analizar las derivadas de las curvas fuerza-desplazamiento para cada una de las cargas máximas, entre ellos, la resistencia de contacto (S) (Ecuación 1.1). En lo que se pudo apreciar que la resistencia de contacto en todas ellas ascendían hasta llegar a un máximo, luego decrecen levemente y finalmente vuelven a crecer, lo cual indica que hay un comportamiento no lineal. (Figuras 4.3, 4.5, 4.7 y 4.9). Para facilitar el análisis de estas curvas, se utilizó el software MATLAB para realizar una suavización de la curva y así apreciar mejor los cambios que se realizaron.

En el ensayo de compresión realizado, se realizó el análisis mediante dos técnicas diferentes para la obtención de las curvas de fuerza-desplazamiento que poseía la barra, estas correspondieron al uso del extensómetro y mediante el sistema de correlación de imágenes digitales (DIC). Para el primero se utilizó dicha herramienta que se encontraba agarrada a barras de alúmina que comprimen la probeta, logrando así medir su desplazamiento, cuyos datos se mostraban en el programa XForce P. La segunda técnica DIC realizado con cámaras digitales logró obtener las deformaciones verticales que se producían en las zonas derecha, central e izquierda de la probeta. Debido a que el alineamiento que poseían estas barras no era el ideal, se observan pequeñas diferencias.

Comparando los datos obtenidos entre las dos técnicas, en la zona de loading se puede apreciar que los datos del extensómetro son bastante similares a los del lado izquierdo que

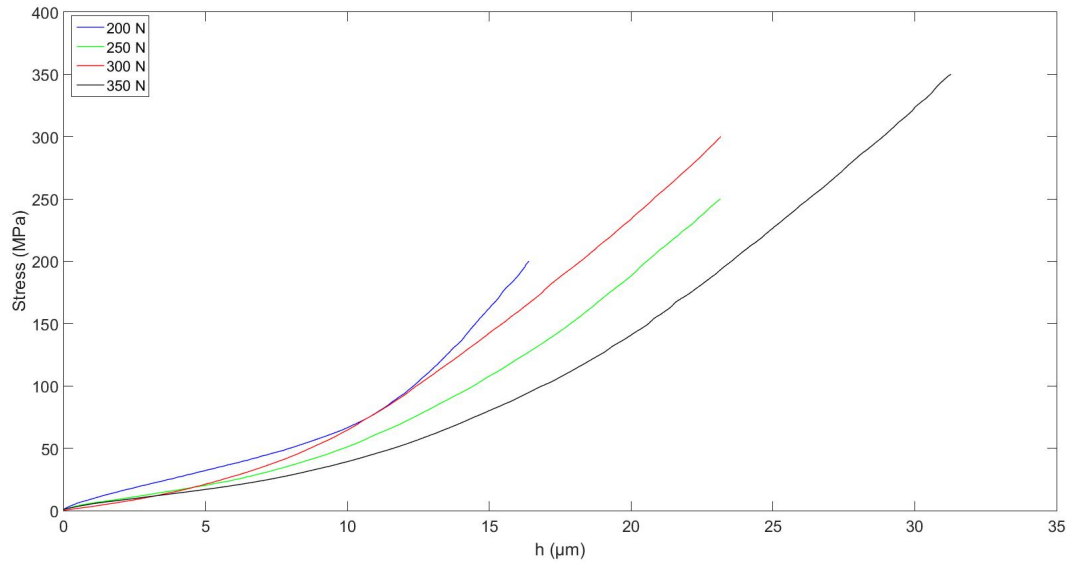


Figura 4.2: Loading producido en los discos

posee la muestra, así como también al promedio de los datos mostrados por el extensómetro, teniendo unas leves variaciones en algunos tramos. Los datos mostrados en ambos casos corresponden después de realizado el acomodamiento con carga inicial realizados en la pieza.

La diferencia con los datos del extensómetro si es significativa, por lo cual se realiza una calibración de los datos obtenidos en el extensómetro para poder encontrar una correcta correlación entre ambas curvas, con lo cual se encuentra una relación lineal entre ambos datos.

Tabla 4.2: Coeficientes series de Prony en discos

Constantes Series de Prony	Carga Máxima [N]			
	200	250	300	350
Constantes de deformación [μ m]				
C_1	2,443	9,457	11,74	12,62
C_2	-1,796	-57,6	-11,41	-12,1
C_3	-0,5864	49	-0,3324	-0,4979
τ_1	$7,37 \cdot 10^6$	$2,623 \cdot 10^6$	$2,623 \cdot 10^6$	$2,623 \cdot 10^6$
τ_2	45,25	30,22	48,32	51,57
τ_3	1.818	27,26	0,2207	0,3278

Para el análisis del creep ferroelástico, siguiendo las sugerencias de Akari, se ocuparán series de Prony de tercer orden, donde se tendrá que t es el tiempo de espera en carga máxima y los coeficientes C_i y τ_i son constantes. Debido a que se usó orden 3 para esta curva, se obtienen tres valores de C y tres valores de τ , los cuales se encuentran en la tabla 4.13.

Del gráfico obtenido del creep ferroelástico en los discos (Figura 4.13) se puede ver que la deformación es mayor a medida que la carga es mayor, y en todos los casos se logra observar que las curvas se logran estabilizar hasta encontrar un equilibrio, el cual corresponde a una

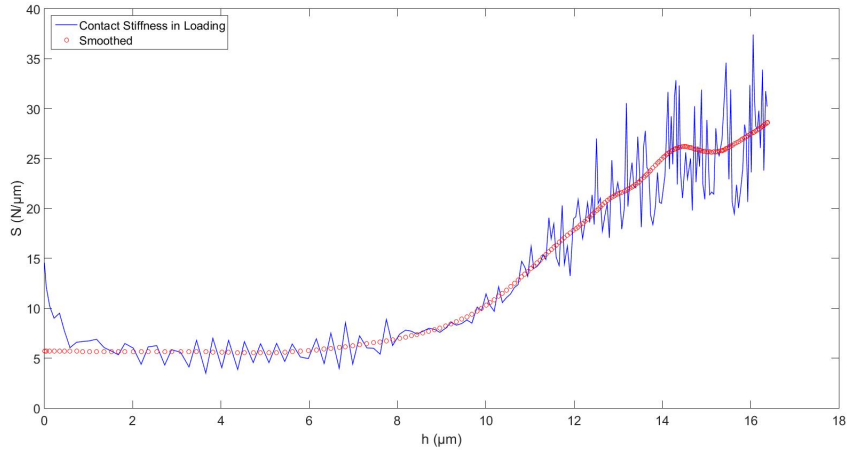


Figura 4.3: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 200 [N]

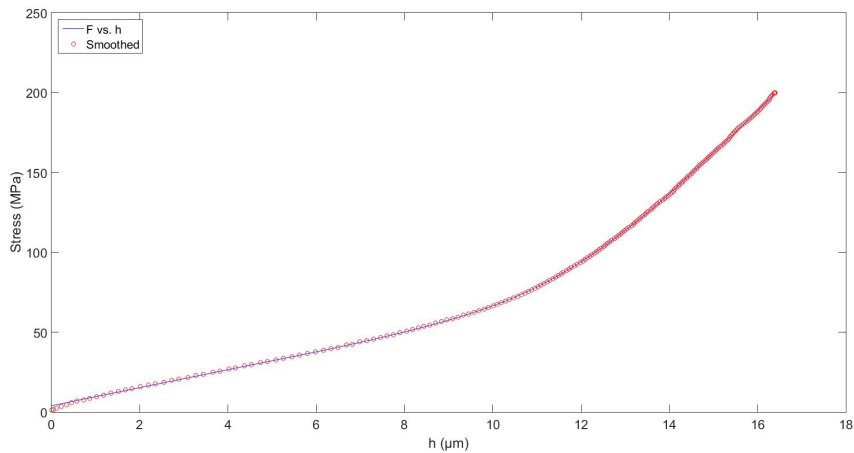


Figura 4.4: Loading producido en la deformación-carga 200 [N]

curva de saturación, y también se puede apreciar que el mayor cambio en la deformación se produce en la primera hora del experimento. Esto se debe a que es en la primera hora del experimento donde se produce la mayor cantidad de activación de dominios que posee el material, y en las horas posteriores, al ser menos los dominios que se activan, la deformación disminuye de manera significativa.

En el caso de las barras se realizaron análisis similares a los discos. Las propiedades que posee esta barra están mencionadas en la tabla 4.1

Se realizó el estudio de la curva de Esfuerzo-deformación para una barra de esfuerzo máximo aplicado de 80 y 95 [MPa]. En el caso de los 80 [MPa], no se ven variaciones significativas en la curva de carga, la cual mantiene un crecimiento relativamente uniforme hasta llegar al esfuerzo máximo (Figura 4.15). En el caso de los 95 [MPa] se tendrá que a los 35 [MPa] aproximadamente se produce un cambio en la curva y después sigue con su crecimiento normal hasta llegar a los 95 [MPa] (Figura 4.17).

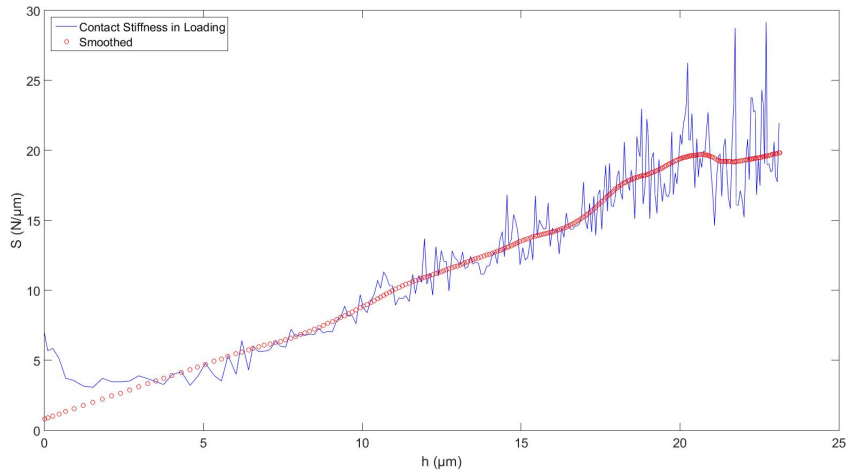


Figura 4.5: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 250 [N]

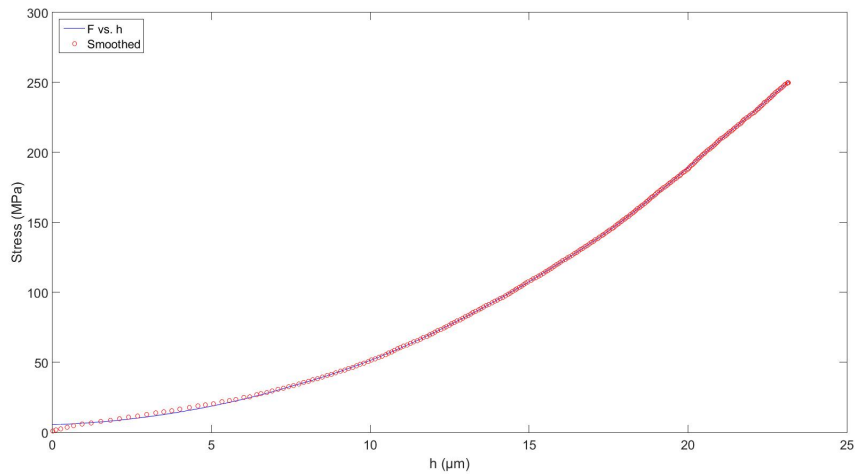


Figura 4.6: Loading producido en la deformación-carga 250 [N]

Posterior a esto, se procedió a determinar la resistencia al contacto que poseía esta figura. En este caso, se ve como la curva no posee un crecimiento lineal, sino que en dos tramos esta desciende un poco, siendo este descenso menor en la segunda parte de la curva, lo que confirma el comportamiento no lineal que posee el material.

En el caso del ensayo de compresión, esta presión será de $P=F/(a \cdot b)$, siendo a y b los lados del área donde se realizará el ensayo en la barra (el cual variará dependiendo la barra en el que sea ejercida la carga) y, al igual que en el ensayo de impresión, F la fuerza ejercida en [N]

En el caso de la barra de 95 [MPa], se tendrá que la primera derivada posee un crecimiento uniforme, luego posee un descenso y finalmente posee un ascenso hasta llegar al final, lo que vuelve a confirmar el comportamiento no lineal del material. Este comportamiento difiere respecto a los 80 [MPa] debido a que los descensos y ascensos en este caso son más evidentes

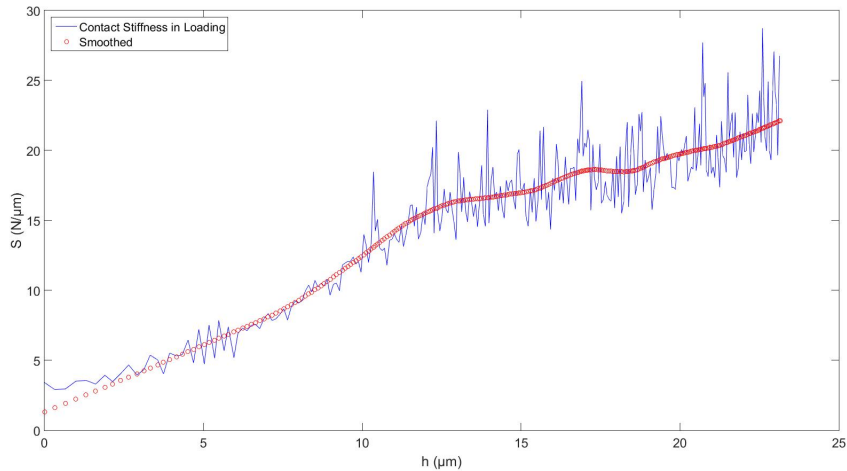


Figura 4.7: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 300 [N]

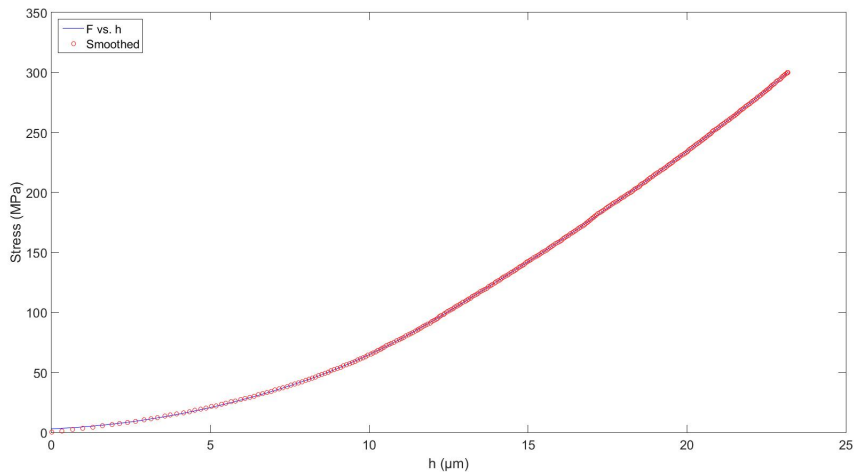


Figura 4.8: Loading producido en la deformación-carga 300 [N]

que en el caso anterior.

Para el estudio del creep ferroelástico en las barras, se procedió con los esfuerzos máximos previamente determinados, los cuales fueron de 80, 95 y 111 [MPa], los cuales también fueron dejados durante 3 horas en carga máxima. En este caso, se presentó la mayor deformación en la barra que tenía una carga máxima de 80 [MPa]. Con respecto a la curva que representa a la carga de 95 [MPa] durante la carga la muestra presentó una fractura en el que solo se pudo evaluar el creep ferroelástico, por lo que existe un menor rango de deformación con respecto al de 80 [MPa]. Ver Figura 4.19

Una vez realizados los estudios de los parámetros y las curvas en cada uno de los ensayos, se procede a comparar los resultados entre los ensayos de impresión y compresión. Los discos, al ser sometidos a fuerzas, estarán, por consecuencia, también sometidos a un esfuerzo, el cuál se puede calcular a través de la ecuación 1.2. Realizando los cálculos, se tendrá que a

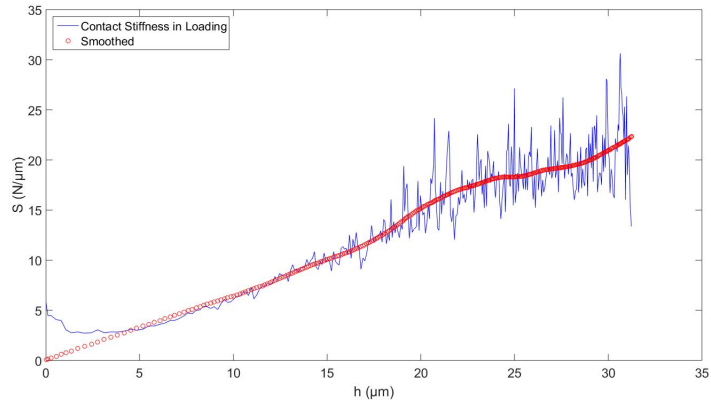


Figura 4.9: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 350 [N]

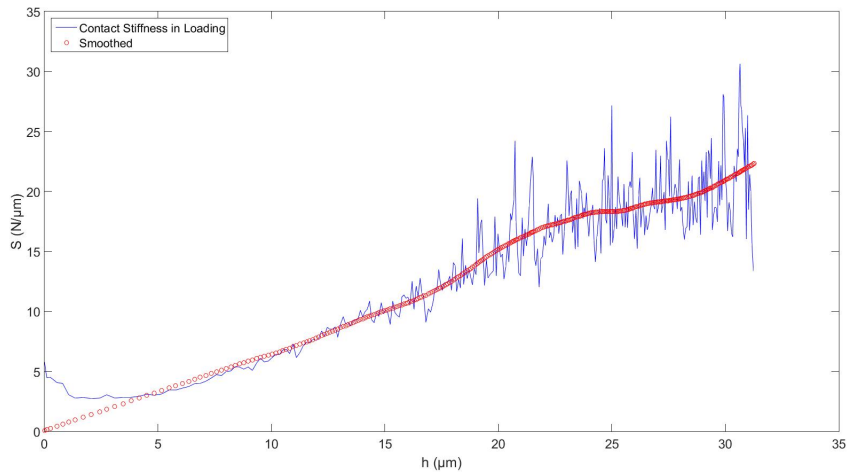


Figura 4.10: Loading producido en la deformación-carga 350 [N]

250 [N] el disco estará a 80 [MPa], que es el esfuerzo que se estudiará en profundidad.

Para esto, se realizó el traslape de las curvas de impresión y compresión de los gráficos del creep ferroelástico (figura 4.20).

En el caso del creep ferroelástico, se observó que se tiene un mayor rango de deformación en el caso del ensayo de impresión que en el ensayo de deformación (figura 4.20). Esto se puede deber a que la mayor de activación de dominios en el caso de compresión se produjo en el loading de la carga, mientras que en el caso del ensayo de impresión estas se generaron en carga máxima. Esto puesto que el valor del esfuerzo crítico en la barra a 80 [MPa] es de 74,41 [MPa], mientras que en el caso de los discos este fue de 67,34 [MPa], lo que indica que la estabilización en el caso de las barras se produciría antes en el ensayo de compresión que en el caso de la impresión.

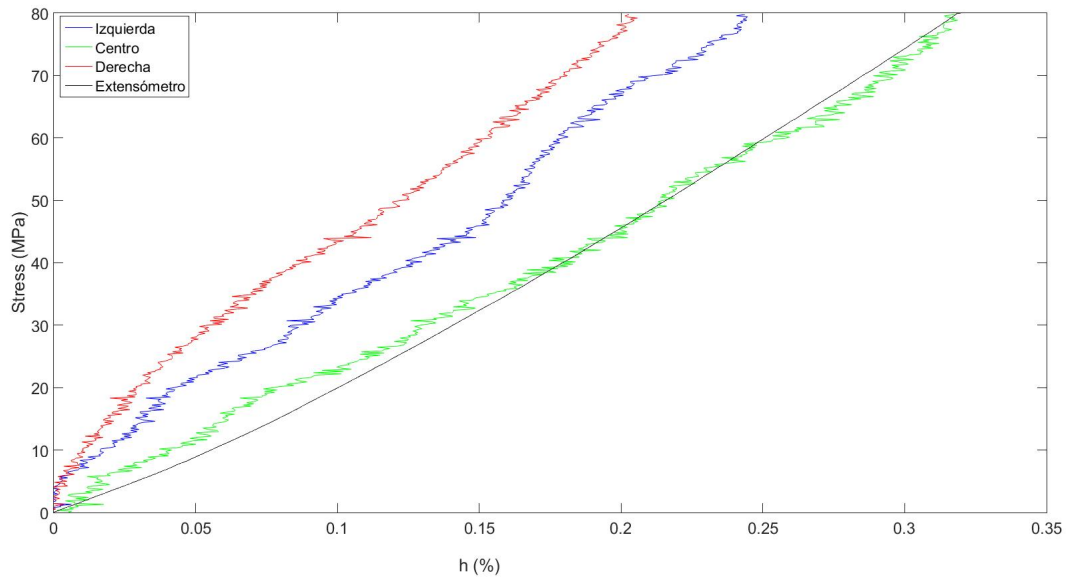


Figura 4.11: Comparación datos de curva esfuerzo-deformación obtenidas en cámaras y extensómetro

Tabla 4.3: Coeficientes series de Prony en Barras

Constantes Series de Prony	Carga Máxima [N]		
	80	95	111
Constantes de deformación [μ m]			
C_1	7,031	2,125	-9,108
C_2	-1,485	-525,4	15.81
C_3	-5,383	523,6	-6.067
τ_1	$2,408 \cdot 10^6$	$2,682 \cdot 10^6$	$2,623 \cdot 10^6$
τ_2	2,318	13,48	2947
τ_3	44,52	13,45	46,17

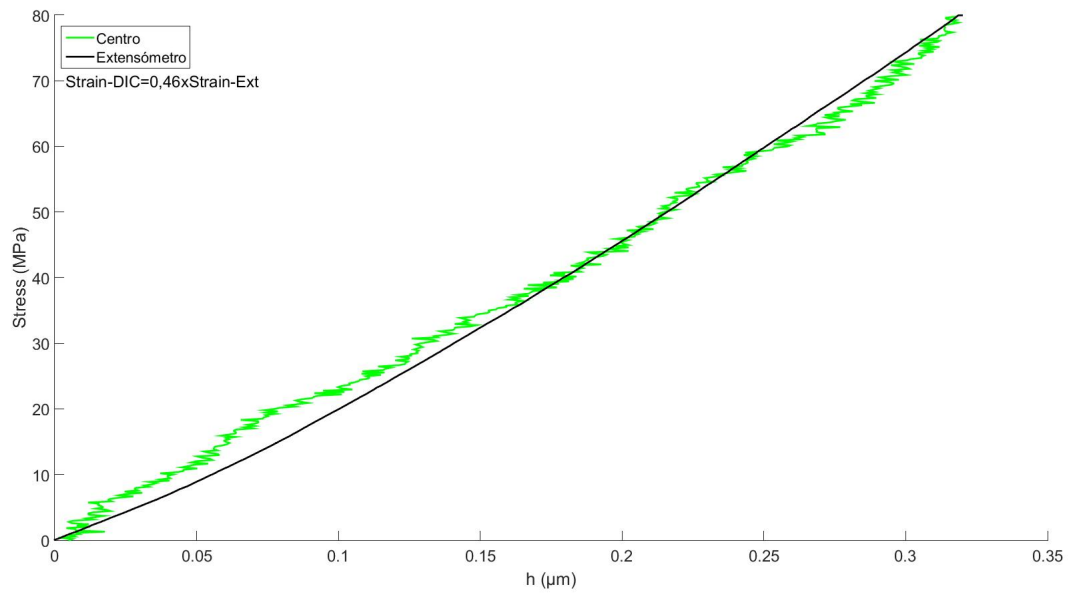


Figura 4.12: Calibración de curva de extensómetro con datos de DIC

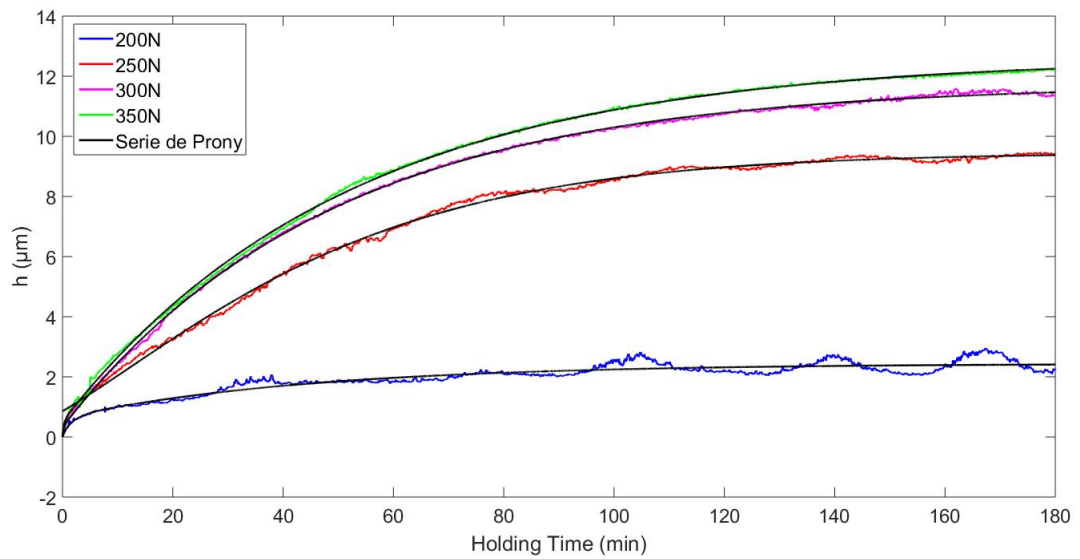


Figura 4.13: Creep ferroelástico en discos

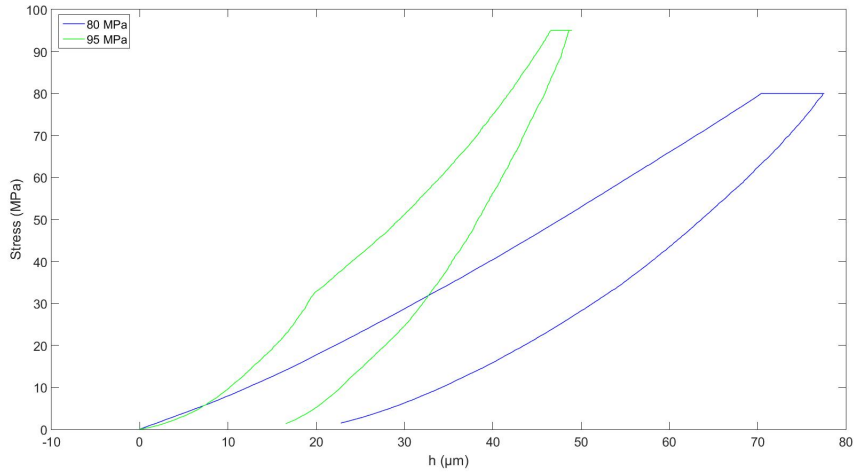


Figura 4.14: Gráfico esfuerzo vs deformación de ambas barras

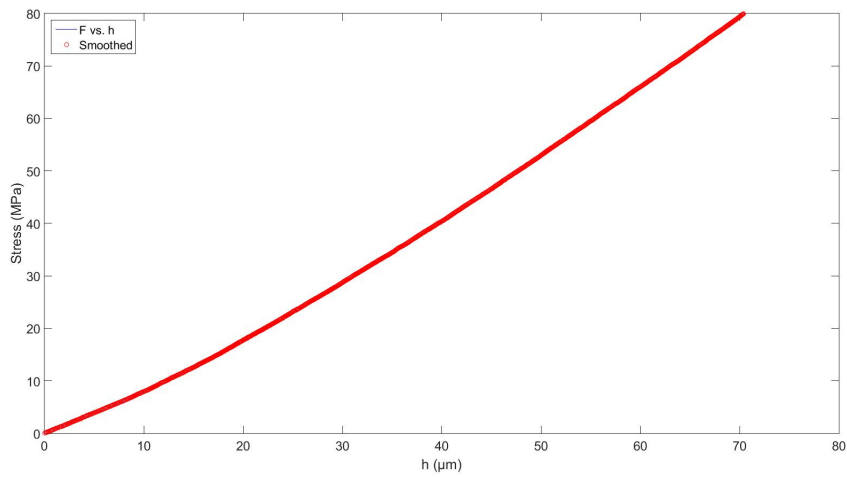


Figura 4.15: Loading producido a 80 [MPa] en barra de LSCF

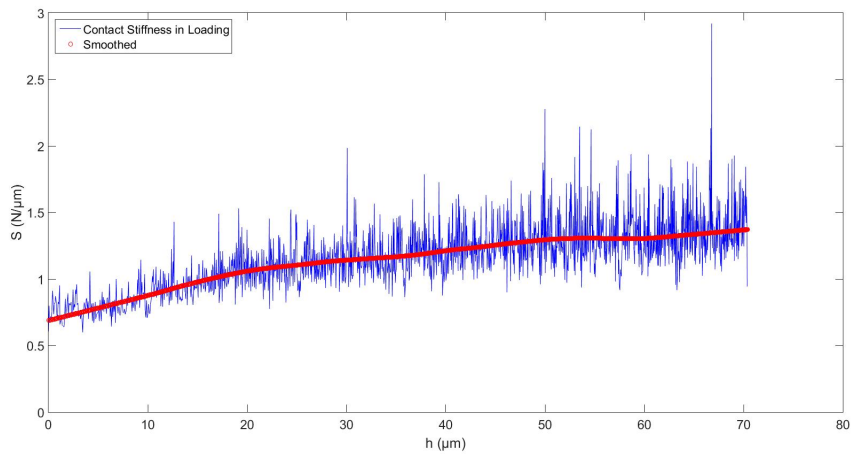


Figura 4.16: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 80 [MPa]

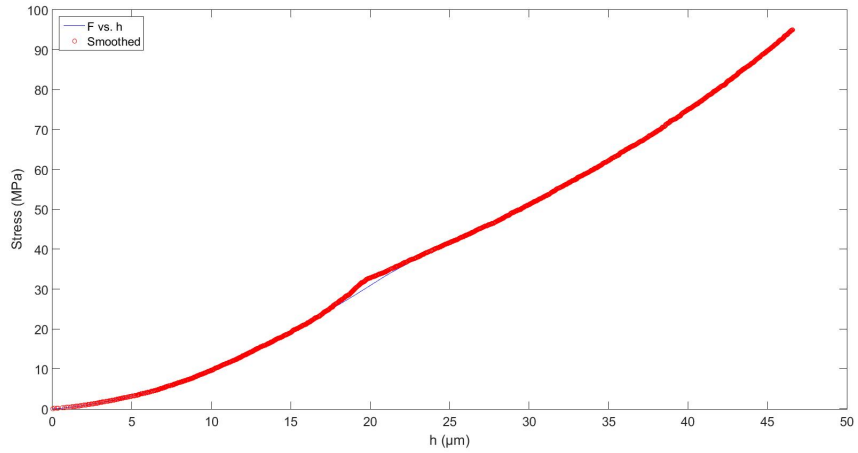


Figura 4.17: Loading producido a 95 [MPa] en barra de LSCF

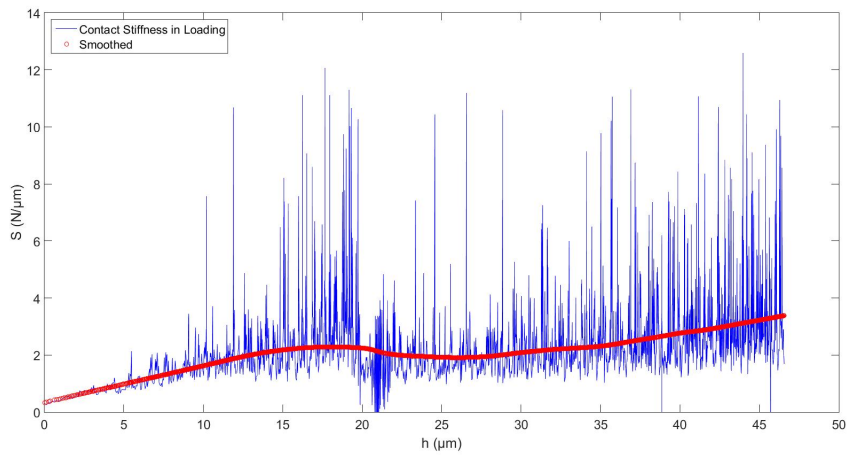


Figura 4.18: Primera derivada de la fuerza respecto a la deformación-carga 95 [MPa]

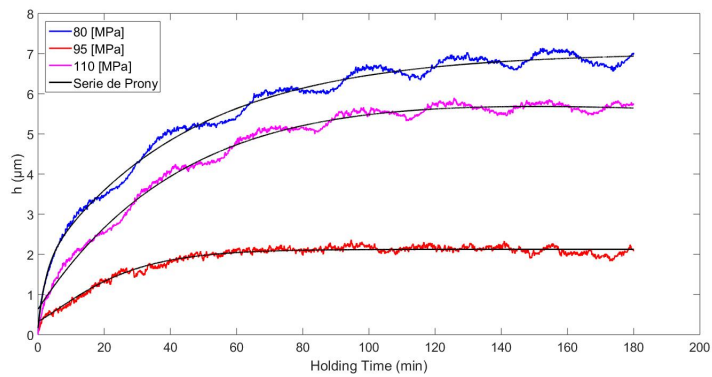


Figura 4.19: Creep ferroelástico en barras de LSCF con diferentes cargas

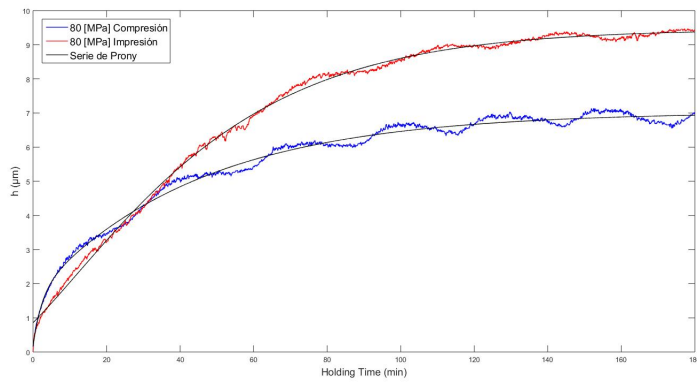


Figura 4.20: Comparación creep 80 [MPa]

Capítulo 5

Conclusión

Para determinar las características ferroelásticas que posee el LSCF se realizaron ensayos de indentación plana. De los gráficos de fuerza-deformación se pudo caracterizar el comportamiento ferroelástico a través del cálculo de la resistencia de contacto (S) y su derivada respecto a la deformación.

Se logró determinar las constantes que se generan en la serie de Prony para los ensayos de indentación en los discos de 200, 250, 300 y 350 [N] y en las barras se calculó para las cargas de 80, 95 y 111 [MPa]. Con esto se logró obtener un ajuste para cada uno de los comportamientos del creep ferroelásticos expuesto tanto por los discos como por las barras de LSCF en las distintas cargas máximas.

Se logró modelar la primera derivada de la fuerza con respecto a la deformación en cada una de las probetas analizadas, y se pudo ver que no era posible realizar análisis más profundos de ellas debido a la gran cantidad de ruido que estas poseían debido a factores externos.

Para profundizar más los efectos que generan los esfuerzos aplicados sobre los materiales ferroelásticos con estructuras de perovskitas, se requiere de contemplar más variables (como puede ser la temperatura a la que está sometido el material, la porosidad que poseen las probetas, entre otros) y estudiar más datos experimentales para poder concluir de manera efectiva los comportamientos de creep ferroelástico.

Bibliografía

- [1] Mark R. Levy. Crystal structure and defect property predictions in ceramic materials. *Imperial College of Science*, 2005.
- [2] Mark R. Levy. Crystal structure and defect property predictions in ceramic materials. 2013.
- [3] Boussinesq. Application des potentiels a l'étude de l'équilibre et du mouvement de solides élastiques-gautier-villar. *Paris*, 1885.
- [4] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci*, 1965.
- [5] G. Herrmann L.F. Mockros W.C. Hayes L. Keer. A mathematical analysis for indentation test of articular cartilage. *J. Biomech*, 1972.
- [6] G. Herrmann L.F. Mockros W.C. Hayes L. Keer. Estimating the effective young's modulus of soft tissues from indentation tests—nonlinear finite element analysis of effects of friction and large deformation test of articular cartilage. *Med. Eng. Phys*, 1997.
- [7] W.C. Oliver G.M. Pharr.n. Ean improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 1992.
- [8] F. Kallel S.B. Garra H. Timothy T.A. Krouskop T.M. Wheeler. Elastic moduli of breast and prostate tissues under compression. *Ultrason. Imaging 20*, 1998.
- [9] S. Kanilo M. Kogit A. Sarvazyan V. Egorov S. Tsyuryupa. Soft tissue elastometer. *Med. Eng. Phys*, 2008.
- [10] R. Hill. The mathematical theory of plasticity. *Oxford University Press*, 1950.
- [11] Nina Orlovskaya Viktor Slyunyayev Thomas Graule Jakob Kuebler Michael J.Reece Yan Chen Dong Ma Mykola Lugovy, Amjad Aman and Ke An. Time and frequency dependent mechanical properties of lacoo3-based perovskites: Neutron diffraction and domain mobility. 2013.
- [12] Wakako Araki et al. Ferroelastic deformation of la0.58sr0.4co0.2fe0.8o3 under uniaxial compressive loading. 2013.

- [13] James C.M. Li Fuqian Yang. Impression test—a review. 2013.
- [14] Ali Akbari-Fakhrabadi. Ferroelastic behavior of LaCoO_3 : a comparison of impression and compression techniques. 2013.