



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

PROPAGACIÓN DE ONDAS ACÚSTICAS EN MEDIOS CON DEFECTOS LINEALES

TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTORA EN CIENCIAS MENCIÓN FÍSICA

CAROLINA ANDREA ESPINOZA OÑATE

PROFESOR GUÍA:
NICOLÁS MUJICA FERNÁNDEZ

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
GONZALO GUTIÉRREZ GALLARDO
FERNANDO LUND PLANTAT
SIMÓN POBLETE FUENTES
VICENTE SALINAS BARRERA

SANTIAGO DE CHILE

2019

PROPAGACIÓN DE ONDAS ACÚSTICAS EN MEDIOS CON DEFECTOS LINEALES

De manera general, el principal objetivo de esta tesis es investigar el efecto de defectos lineales en las propiedades mecánicas de los materiales. Para ello, se estudia la sensibilidad del método acústico Generación del segundo armónico (SHG, por sus siglas en inglés) ante cambios en la densidad de dislocaciones en metales sometidos tanto a tratamientos térmicos y mecánicos, como a ensayos mecánicos estándar de tensión y flexión. Se busca además explorar la utilidad del método para ser aplicado en materiales en funcionamiento a partir de mediciones *in-situ*.

En primer lugar, se estudian tres métodos acústicos de caracterización de materiales: Espectroscopía de resonancia ultrasónica lineal y no lineal (RUS y NRUS, respectivamente y por sus siglas en inglés) y SHG. Los parámetros acústicos obtenidos se relacionan con la densidad de dislocaciones (Λ) de los materiales en que son aplicados, y los resultados son comparados con la densidad de dislocaciones medida a partir de análisis de patrones de Difracción de rayos-x (XRD). Se muestra que los métodos acústicos no destructivos estudiados son considerablemente más precisos en la determinación de cambios en Λ que métodos convencionales y destructivos, como XRD. Luego, se concluye que los métodos acústicos no lineales (NRUS y SHG) son más sensibles a cambios en la densidad de dislocaciones que el método lineal RUS y que, en particular, el método SHG tiene un buen compromiso entre simplicidad de aplicación del método y sensibilidad.

En segundo lugar, se estudia el parámetro acústico no lineal obtenido a partir del método SHG en barras de aluminio que han sido previamente sometidas a ensayos de flexión de tres puntas. Se estudia la distribución de dislocaciones en distintos puntos de las barras, concluyendo que efectivamente SHG permite identificar zonas con mayor o menor contenido de dislocaciones en una misma muestra de material, que ha recibido esfuerzos de compresión y tensión en diferentes zonas. Esto puede ser especialmente útil si pensamos en materiales deformados de manera no evidente, al contrario de aquellos deformados por ensayos mecánicos, en que un sondeo utilizando SHG podría dar información sobre el nivel de deformación en distintas zonas del material.

Por último, el método SHG es aplicado *in-situ* durante ensayos de endurecimiento por deformación a partir de reiteradas tracciones. El objetivo es explorar el comportamiento del parámetro acústico entregado por SHG en los regímenes elásticos y plásticos del material. Se observa que el parámetro acústico permanece constante mientras las cargas aplicadas en las tracciones se mantienen en el régimen de respuesta elástica. Al pasar al régimen plástico, su valor cambia de manera permanente, corroborando su fuerte dependencia con la densidad de dislocaciones, o de forma más precisa, con la creación de dislocaciones al producirse cambios permanentes en el material.

Agradecimientos

En este momento me enfrento a la tarea más difícil de este trabajo, obviamente después de la compleja decisión sobre dónde es mejor poner tablas y figuras en el .tex. Ahora debo enumerar con justicia a cada ser vivo y no-vivo que ayudó a que esta tesis (y yo misma) saliera de mi pieza. El primer agradecimiento es a la confianza del técnico, Nicolás Mujica. Nos conocemos hace muchos (ocho) años. Entré a trabajar con él en un experimento que fracasó, y así partiría una serie de fracasos-éxitos que decantarían en dos tesis de postgrado. Gran parte de mi formación ha sido con Nico como modelo, y si algún día llego a dedicarme a la docencia, espero parecerme un poco a él. Y también espero tener la oportunidad de mandar alumnos a repetir muchas veces las medidas, para estar seguros. El segundo agradecimiento es a Vicente Salinas ¡que me enseñó de precariedades! No, broma. Don Vicentes, desde que llegó con una maleta llena de sueños como postdoc supo ayudarme a encausar y darle forma a esta tesis. Sin duda, se transformó poco a poco en un segundo guía (simbólico y espiritual). Gracias por todo el tiempo y la paciencia. El tercer agradecimiento (aquí me pongo seria) es a Fernando Lund, de quien aprendí excelentes prácticas al momento de escribir artículos, y quien financió con proyectos propios gran parte de mi estadía en el postgrado. Fue también quien, en un punto un poco (MUY) complicado de mi existencia, me preguntó si realmente esto era lo que quería hacer, y si realmente creía que podía hacerlo. No recuerdo qué le respondí, pero me llevé la reflexión a la casa y hoy, un par de años después, puedo decir que sí. Gracias por esa pregunta, que afortunadamente llegó a despertarme en el momento indicado. Agradezco también a todo el equipo que participa o ha participado en el grupo de acústica que hemos formado: Rodrigo, Vero, Maka, Javi, Claudio. Espero que sigamos colaborando en el tiempo. Gracias Belén, por leer toda esta tesis y hacerme tantas correcciones. Gracias Vero por esa sinceridad contagiosa y por siempre apañar las chelas. Gracias a mi gran amigo Juan Carlos a.k.a. JC. Todo lo bacán que eres y has sido conmigo, no cabe en esta tesis. Te adoro, amigo.

En una segunda tanda de agradecimientos, esta vez más personales, quiero agradecer a mis viejos. No sé qué sería de mí sin ellos, sin su cariño, sin su preocupación. Todo lo que hago se los dedico, y deben saber que si hoy soy una mujer feliz, es gracias a todo el apoyo y amor incondicional que me han dado. Agradezco a mis hermanos, que además de haberme dado cuatro sobrinas geniales, han sido siempre un ejemplo de perseverancia, creatividad y bondad. Gracias Scarlett por todo este apañe y cariño de último minuto, que llegó tan de sorpresa que aún no me creo lo bacán que está siendo. Gracias Puerto Varas, todo el rato (y Nico, otra vez). Agradezco a mis más grandes amigos Pablito y Juanjo (al Juanca lo puse aparte, pero también está en esta categoría), que me ayudaron a salir muchas veces del estrés, la frustración, y encontrar la alegría en la música y también en el carrete. A amigos y colegas de la música, Fakuta, Felicia y Walter, que me dieron un espacio en sus proyectos y sus sofás, y con quienes he compartido con felicidad subirme a escenarios que antes miraba desde el público. Gracias a la Cami, que me acompañó en gran parte de la escritura de esta tesis. Lo siguiente es una manda: ¡Gracias San Expe!

Por último, un agradecimiento especial. Agradezco a todas las mujeres de ciencia que he conocido y tenido cerca durante estos años: Pancha, Joselyn, Maite, Tania, Suomi, Andrea, Karen, Tefa, Anto, Cami y Cami, Scarlett, Belén y Belén, Vero, María Luisa. Gracias por la inspiración que significan para el mundo, para niñas y jóvenes que aún viven en ambientes de prejuicio, lugares comunes que poco a poco debemos ir destruyendo. Gracias por representar tan bien el pequeño porcentaje que somos dentro de esta facultad, dentro de esta disciplina. Gracias a todas las mujeres valientes y fuertes que levantan el movimiento feminista y que salen a la calle a luchar por todas nosotras. Gracias a todas nuestras representantes, en la política, el deporte, el arte, pero sobre todo en la ciencia, que trabajan para que en algún momento llenemos la mitad de las salas de ingeniería y ciencias de las generaciones futuras.

(Esta tesis fue financiada gracias al proyecto Fondecyt 1160823)

Tabla de contenido

Resumen	I
Agradecimientos	II
Tabla de contenido	III
1 Introducción	1
1.1. Motivación y antecedentes	3
1.1.1. Dislocaciones y su importancia en la materia	3
1.1.2. Ensayos mecánicos y su relación con las dislocaciones	5
1.1.3. Investigaciones previas	9
1.2. Métodos de caracterización de materiales	15
1.2.1. Ensayos no destructivos (NDT)	15
1.2.2. Métodos acústicos de caracterización de materiales	15
1.2.3. Caracterización por Difracción de rayos-x (XRD)	21
1.3. Organización y objetivos	25
2 Fundamentos teóricos	26
2.1. Ecuaciones fundamentales de la teoría de la elasticidad	27
2.1.1. Tensor de deformación	27
2.1.2. Tensor de esfuerzos	28
2.1.3. Termodinámica de las deformaciones	30
2.1.3.1. Pequeñas deformaciones	30
2.1.3.2. Deformaciones no tan pequeñas	31
2.1.4. Relación entre esfuerzo y deformación en cuerpos isótropos	31
2.1.4.1. Régimen de elasticidad lineal	33
2.1.4.2. Régimen de elasticidad no lineal	34
2.1.5. Propiedades elásticas de los cristales	34
2.1.6. Matrices de constantes elásticas para sistemas isótropos, hexagonales y cúbicos en aproximación lineal	35

2.2.	Fundamentos de acústica	36
2.2.1.	El oscilador lineal	37
2.2.1.1.	Oscilador armónico simple y amortiguado	37
2.2.1.2.	Oscilaciones forzadas	39
2.2.2.	El límite continuo y la ecuación de onda	41
2.2.2.1.	Ecuaciones de movimiento para una cadena lineal de osciladores acoplados	41
2.2.2.2.	Límite continuo y ecuación de onda en una dimensión	42
2.2.3.	Propagación de ondas acústicas en sólidos isótropos en el régimen lineal	43
2.2.4.	Fundamentos de acústica no lineal	44
2.2.5.	Ecuación de onda no lineal en presencia de una fuente externa	45
3	Comparación entre parámetros acústicos lineales y no lineales en la caracterización de densidad de dislocaciones	49
3.1.	Muestras a estudiar	50
3.2.	Análisis de datos y resultados de RUS y NRUS	51
3.2.1.	Resultados RUS y NRUS	52
3.3.	Metodología experimental para la generación del segundo armónico	54
3.4.	Adquisición, análisis de datos y resultados de SHG	56
3.4.1.	Resultados SHG	58
3.5.	Análisis de datos y resultados de XRD	58
3.5.1.	Resultados XRD	59
3.6.	Comparación entre los distintos métodos	61
3.7.	Análisis teórico sobre la sensibilidad de los parámetros lineales y no lineales	64
3.8.	Conclusiones	65
4	Sondeo <i>ex-situ</i> de deformaciones plásticas usando SHG	66
4.1.	Muestras a estudiar	67
4.2.	Metodología experimental y adquisición de datos	68
4.3.	Análisis de datos y resultados	69
4.3.1.	Probeta AlFlex01	70
4.3.2.	Probeta AlFlex02 y comparación con AlFlex01	73
4.4.	Conclusiones	74
5	Sondeo <i>in-situ</i> de deformaciones plásticas usando SHG	76
5.1.	Muestras a estudiar y montaje experimental para ensayos de tracción	77
5.2.	Metodología experimental, resultados y análisis: endurecimiento por deformación y parámetro no lineal	80
5.2.1.	Resultados y análisis de β'	80

5.2.1.1. Régimen elástico	81
5.2.1.2. Régimen plástico	82
5.3. Conclusiones	88
6 Conclusiones generales y futuras investigaciones	90
Bibliografía	93
A Calibración de transductores	103
A.1. Método de calibración y resultados	103
A.2. Aplicación de la calibración	105
B Artículo publicado	107

Capítulo 1

Introducción

Warpaint - Heads Up (2016)
Juana Molina - Halo (2017)

Los sentidos y su evolución le han permitido al ser humano catalogar la materia, logrando diferenciar sus potenciales usos según sus propiedades físicas y mecánicas. Importantes características, que sin duda han facilitado grandes avances en la creación de herramientas y estructuras necesarias para la supervivencia (como la resistencia, fragilidad y ductilidad), han sido descubiertas a lo largo del desarrollo de distintas civilizaciones hasta nuestro presente. De igual modo, a medida que la ciencia moderna avanza, preguntas trascendentales son formuladas al respecto: ¿De qué dependen estas características? ¿Es posible medirlas? La primera pregunta ha sido ampliamente discutida, y su respuesta se basa en los tipos de enlaces que mantienen unidos a los átomos que conforman la materia, permitiendo por ejemplo distinguir los mecanismos que le otorgan ductilidad a polímeros y metales. La segunda pregunta es la que pretende contestar esta investigación, por medio de una nueva alternativa de caracterización acústica de materiales, que permita obtener información sobre cuán dúctil o frágil es un material, y además acercarse a la predicción de la generación de fracturas cuando un cuerpo está siendo sometido a esfuerzos.

Como se dijo anteriormente, hoy es posible distinguir los mecanismos que le otorgan ductilidad a los metales, una especie interesante de material cuya fuente de plasticidad ha sido denominada "dislocaciones". Las dislocaciones son defectos lineales que existen en la estructura atómica de los metales, y cuya generación y posible desplazamiento les otorga sus extraordinarias cualidades mecánicas. El conocimiento y manipulación de estos defectos permiten crear por ejemplo estructuras dúctiles, capaces de deformarse enormemente antes de fracturarse, o herramientas frágiles, pero con la capacidad de soportar grandes esfuerzos antes de romperse.

Cambios en propiedades macroscópicas de un material, producidos por tratamientos térmicos o mecánicos que pueden hacer variar la existencia y desplazamiento de defectos en su interior,

se ven reflejados en variaciones en sus constantes elásticas. Por lo tanto, ondas elásticas que se propagan a través de él también se ven afectadas por dichos tratamientos. Es por esto que los métodos acústicos resultan tan útiles en esta área. La base de esta tesis es la aplicación de la técnica acústica “Generación del segundo armónico” (o SHG, por sus siglas en inglés) con el objetivo de caracterizar la presencia de dislocaciones en metales. El parámetro acústico no lineal entregado por SHG es denominado β . Éste da información sobre la relación existente entre la amplitud del primer armónico, recibido luego de que una onda monocromática viaja a través del material estudiado, y la amplitud del segundo armónico, generado en parte por la interacción de dichas ondas con las imperfecciones presentes en el material.

En este trabajo, en primer lugar se compara la sensibilidad de la técnica SHG con la de otros métodos acústicos lineales y no lineales. La comparación se realiza sondeando acústicamente muestras de aluminio y cobre que han sido sometidas a tratamientos de laminado y recocido para diferenciar sus densidades de dislocaciones. Los resultados obtenidos son además contrastados con análisis de Difracción de rayos-x (XRD, por sus siglas en inglés). En segundo lugar, se estudia la capacidad de SHG para detectar cambios en la densidad de dislocaciones presentes a lo largo de una misma muestra. Se estudian probetas de aluminio que han sido sometidas previamente a ensayos de flexión. El interés en estas muestras yace en la distribución que toman los esfuerzos al ser sometidas a ensayos de tres puntas y por lo tanto, a la forma en que se espera que se distribuyan las dislocaciones en su interior. Finalmente, probetas de aluminio son caracterizadas acústicamente durante ensayos de tracción, con el objetivo de observar cómo cambia el parámetro entregado por SHG a medida que proliferan dislocaciones al ser alcanzado el régimen de deformación plástica. Este último punto, de carácter exploratorio, es el más relevante de la investigación en términos de aplicaciones directas en la industria, ya que una caracterización que permita determinar el estado de un material durante su funcionamiento, es decir al mismo tiempo en que es sometido a esfuerzos, posibilita la evaluación a tiempo real de sus condiciones mecánicas, permitiendo hacer mantenimientos más eficientes de equipos o estructuras metálicas, ayudando a la prevención de la generación de daños e incluso dando pie al establecimiento de protocolos de control de calidad.

Otras técnicas acústicas utilizadas en esta investigación, que otorgan parámetros de control para determinar la utilidad y límites del método SHG, corresponden a las Espectroscopías de resonancia ultrasónica lineal y no lineal (RUS y NRUS, por sus siglas en inglés, respectivamente). RUS permite obtener la velocidad de propagación de onda (parámetro lineal). A partir de esta velocidad se puede determinar la densidad de dislocaciones relativa entre diferentes muestras [1, 2]. NRUS permite obtener un parámetro acústico no lineal, que se ha demostrado relacionado con la densidad de dislocaciones [3]. Finalmente, como ya se ha mencionado, se utiliza el método XRD, de uso habitual en la cuantificación de la densidad de dislocaciones [4, 5, 6, 7].

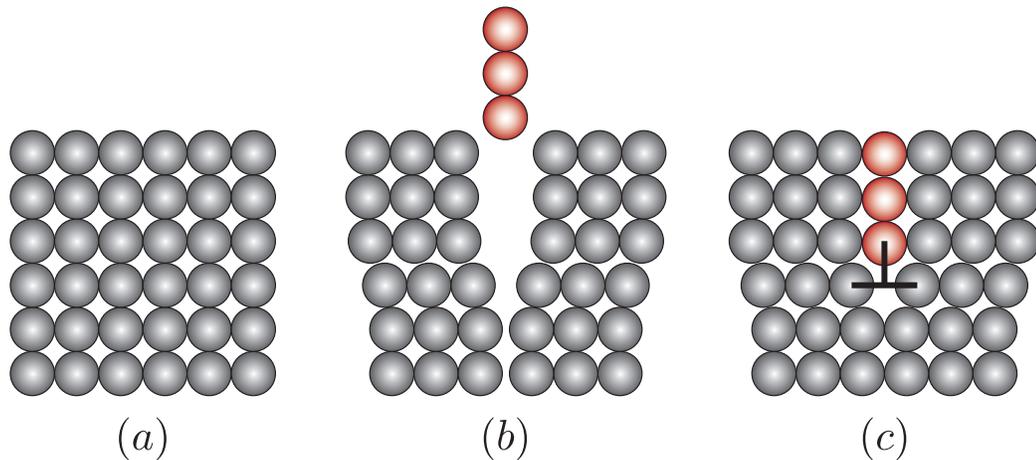


Figura 1.1: Ejemplo de dislocación de borde. El cristal perfecto (a) se corta y se intercala un plano adicional de átomos (b). El borde inferior del plano adicional es una dislocación de borde (c). (Figura adaptada de [8])

1.1. Motivación y antecedentes

A continuación se resumen los aspectos básicos de las dislocaciones y la importancia de su estudio. Luego se desarrolla una pequeña introducción a los ensayos mecánicos utilizados en esta investigación. Ambos temas son abordados principalmente en base al libro “Ciencia e ingeniería de los materiales” [8]. Se concluye con una exposición de las investigaciones desarrolladas previamente y que motivan el presente trabajo.

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”, Λ , para representar y trabajar con dicha magnitud. La densidad Λ está definida como la longitud total de dislocaciones por unidad de volumen o, como se obtiene experimentalmente de manera más común, número de dislocaciones por unidad de superficie. La razón por la que es interesante estudiar y caracterizar medios con distintas densidades de dislocaciones, es que éstas 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 [8].

Tipos de dislocaciones

Es posible identificar tres clases de dislocaciones: de tornillo, de borde y mixta. La dislocación de tornillo se puede ilustrar haciendo un corte parcial a través de un cristal perfecto, torciéndolo y desplazando un lado del corte sobre el otro, la distancia de un átomo. Por otro lado, las dislocaciones de borde se pueden ejemplificar haciendo un corte parcial en un cristal perfecto, abriéndolo y llenando en parte el corte con un plano adicional de átomos (figura 1.1). La orilla inferior de este plano insertado representa la dislocación de borde. Si se describe un circuito en torno a dicha dislocación como el expuesto en la figura 1.2, 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, que en este caso es perpendicular a la dislocación. Por último, existen las dislocaciones mixtas, que tienen componentes tanto de borde como de tornillo, con una región de transición entre ambas.

Dinámica y generación de dislocaciones

Como se ha dicho, la ductilidad en los metales es una característica concedida por la generación de dislocaciones y su capacidad de desplazarse. Si se define el “plano de deslizamiento” como aquel que contiene al vector de Burgers y a la línea de dislocación, y se aplica un esfuerzo cortante en la dirección del vector de Burgers, se puede observar el fenómeno de deslizamiento o movimiento conservativo. En este movimiento la dislocación se desplaza a través del plano de deslizamiento y sólo requiere de una recombinación de los vecinos, por lo que se conserva el número de átomos a su alrededor [9]. Por otro lado, la dirección en la que se desliza una dislocación es denominada “dirección de desplazamiento” y, para el caso ejemplificado de dislocaciones de borde, tal dirección es la del vector de Burgers. La combinación entre la dirección y el plano conforma el “sistema de deslizamiento”. Bajo las condiciones de temperatura en que se desarrolla esta investigación, el deslizamiento domina la dinámica de las dislocaciones.

Al ser aplicado un esfuerzo, el movimiento de las dislocaciones existentes en el material puede dar origen a la aparición de fuentes de dislocaciones denominadas “Fuentes de Frank-Read”, que se activan para bajos niveles de tensión aplicada o bajas velocidades de deformación. Estas fuentes se basan en la curvatura de las dislocaciones en el plano de deslizamiento, dinámica que finaliza cuando las dislocaciones pre existentes se doblan tanto que terminan por cerrarse en torno a los puntos de anclaje, y entre ellos se produce una nueva dislocación. Dado que no es el objetivo de esta tesis profundizar en la teoría subyacente a la dinámica y generación de dislocaciones, sino más bien a estudiar su influencia en la propagación de

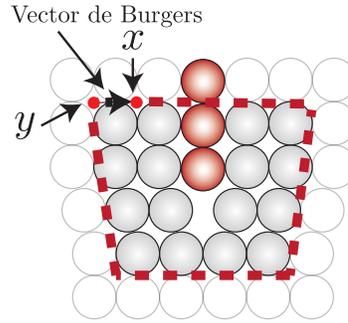


Figura 1.2: Para dislocaciones de borde, si se describe un circuito en sentido horario en torno a ellas, comenzando por el punto x y recorriendo una cantidad igual de distancias atómicas en cada dirección, se terminará en el punto y . El vector necesario para cerrar el circuito es el vector de Burgers. (Figura adaptada de [8])

ondas acústicas, no se ahondará en estos mecanismos, pero se recomienda el artículo de B. Gurrutxaga-Lerma [10].

1.1.2. Ensayos mecánicos y su relación con las dislocaciones

A continuación se desarrolla una introducción a los ensayos mecánicos de tracción y flexión, con información sobre sus formas de implementación y las propiedades de los materiales obtenidas a través de ellos. Se finaliza con la explicación del fenómeno de endurecimiento por deformación.

Ensayo de tracción

El ensayo de tracción mide la resistencia de un material a una fuerza estática o gradualmente aplicada. En la figura 1.3 se muestra un esquema de una máquina de tracción estándar. La geometría de las probetas utilizadas en este ensayo cumple con lo normado por la ASTM [11]. Las muestras son caracterizadas por una longitud calibrada que permite seguir su alargamiento durante el ensayo.

A grandes rasgos, el procedimiento para un ensayo de tracción es el siguiente: la probeta es ubicada en la máquina de prueba y se le aplica una fuerza F , denominada *carga*. Para medir el alargamiento del material causado por la aplicación de la fuerza en la longitud calibrada, se utiliza un extensómetro. Desde el punto de vista ingenieril, el esfuerzo y deformación toman la forma

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad \epsilon = \frac{l - l_0}{l_0}, \quad (1.1)$$

donde A_0 es el área original de la sección transversal de la probeta antes de iniciarse el ensayo, l_0 es la distancia original entre las marcas calibradas y l es la distancia entre las mismas, después de haberse aplicado la fuerza.

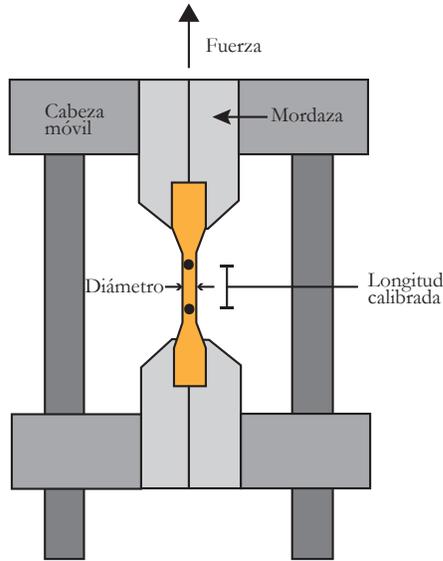


Figura 1.3: Esquema de una máquina de tracción estándar. Una cabeza móvil aplica una fuerza unidireccional en la probeta.

Existe una serie de propiedades que pueden ser obtenidas a partir de los ensayos de tracción. En la figura 1.4 se ejemplifica una curva esfuerzo-deformación, indicándose los puntos importantes que proveen información sobre el material. El primer punto indicado es el *esfuerzo de fluencia*, que corresponde al esfuerzo al cual comienza la deformación plástica del material. En los metales es, por lo general, el esfuerzo requerido para que las dislocaciones se deslicen. Este punto del diagrama divide entonces los comportamientos elástico y plástico del material. Para metales como el aluminio o el cobre, el comportamiento es como el mostrado en la figura 1.4, existiendo sólo un esfuerzo límite entre los dos regímenes de deformación, digamos σ_1 . En cambio, para ciertos aceros de bajo carbono, se presenta un límite elástico doble. Se espera que el material se deforme plásticamente al esfuerzo σ_1 , sin embargo, los pequeños átomos intersticiales de carbono agrupados alrededor de las dislocaciones interfieren con el deslizamiento, elevando el punto de fluencia hasta un segundo límite σ_2 . Sólo después de haber aplicado un esfuerzo mayor a σ_2 comienza el deslizamiento de dislocaciones y éstas se alejan de los agrupamientos de átomos de carbono y continúan moviéndose muy aprisa bajo el esfuerzo σ_1 menor. En este estudio, se calcula el esfuerzo de fluencia de la forma propuesta por Christensen [12]. Este método utiliza los datos de la curva esfuerzo-deformación, imponiendo

$$\left. \frac{d^3\sigma}{d\epsilon^3} \right|_{\epsilon_y} = 0 \quad y \quad \sigma_y = \sigma_y(\epsilon_y). \quad (1.2)$$

Esta definición considera el punto (ϵ_y, σ_y) para el cual el módulo de la tangente cambia a mayor razón para un incremento de la deformación.

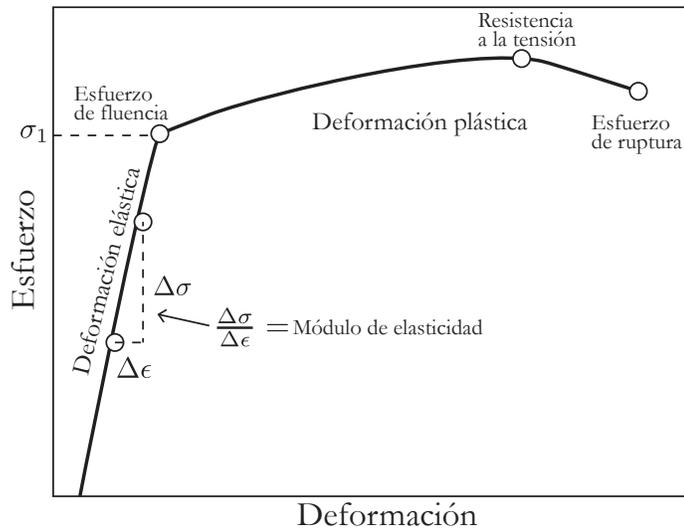


Figura 1.4: Ejemplificación de curva esfuerzo-deformación.

Otra propiedad es la denominada *resistencia a la tensión*, que corresponde al esfuerzo obtenido de la fuerza más alta aplicada, que es el esfuerzo máximo sobre la curva esfuerzo-deformación ingenieril. En muchos materiales dúctiles, la deformación no se mantiene uniforme. En cierto momento una región se deforma más que otras y ocurre una reducción local de considerablemente mayor en la sección recta. Esta sección localmente deformada se conoce como zona de estricción o de encuellamiento.

Por último, es posible obtener el módulo de elasticidad o módulo de Young, que corresponde a la pendiente de la curva esfuerzo-deformación en su región elástica. Esta relación corresponde a la extensión tridimensional de la ley de Hooke $E = \sigma/\epsilon$. El módulo E está íntimamente relacionado con la energía de enlace de los átomos, teniéndose que una pendiente muy acentuada o abrupta indica que se requieren de grandes fuerzas para separar los átomos y hacer que el material se deforme elásticamente.

Ensayo de flexión

En general los ensayos de flexión son aplicados a materiales frágiles, en que la falla o fractura ocurre a la carga máxima, donde la resistencia a la tensión y la resistencia a la ruptura son las mismas. Un ejemplo del montaje para el ensayo de flexión de tres puntas es el mostrado en la figura 1.5. Se tiene un pivote central que baja aplicando la fuerza o carga, y dos pivotes laterales que sostienen la probeta.

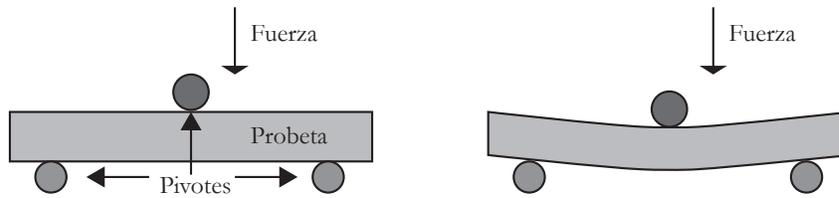


Figura 1.5: Esquema de un ensayo de flexión de tres puntos. El pivote superior aplica una fuerza o carga sobre la probeta.

Algo interesante de la aplicación de los ensayos de flexión en metales es la distribución de los esfuerzos en las probetas estudiadas y por lo tanto, cómo proliferan y evolucionan las dislocaciones en distintas partes de la misma, no solamente en las zonas de mayor esfuerzo. Lo anterior puede verse en la figura 1.6 en que los esfuerzos de Von Mises (magnitud física proporcional a la energía de distorsión y que puede calcularse a partir de las tensiones principales del tensor de esfuerzos [13]) son calculados para una probeta sometida a flexión, en una cara paralela a la carga. Esta simulación fue desarrollada por Vicente Salinas mediante el método de elementos finitos aplicado utilizando el software COMSOL. Se puede observar que en el borde inferior (verde) la influencia de los pivotes laterales es evidente, mientras que en el superior (rojo) las mayores tensiones se producen al centro de la probeta, donde es aplicada la carga. Por otra parte, la tensión central (azul) demarca una zona de no deformación.

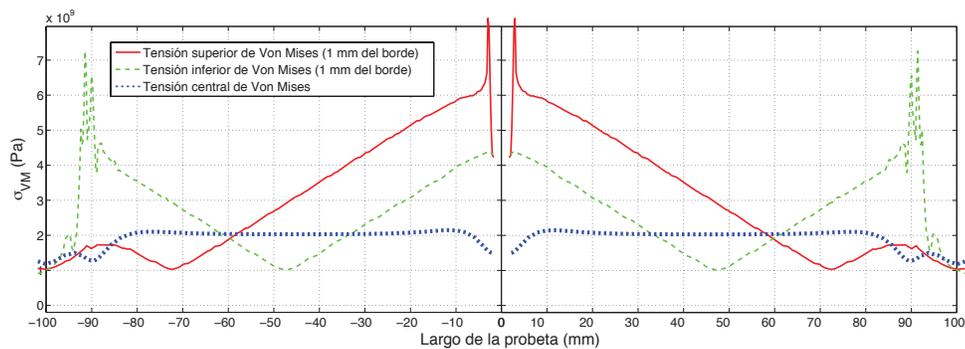


Figura 1.6: Esfuerzos de Von Mises calculados en la cara paralela a la carga, en una barra de aluminio de 20 cm de largo bajo esfuerzo de flexión en tres zonas de la probeta: al centro y a 1 mm de los bordes superior e inferior. Los pivotes laterales están ubicados a 10 mm de las paredes laterales. Se observa que en las tres zonas los esfuerzos tienen diferentes comportamientos. Simulación obtenida utilizando COMSOL por V. Salinas.

Endurecimiento por deformación

En un cristal perfecto, el arreglo fijo y repetido de los átomos tiene el nivel más bajo de energía posible dentro del cristal. Cualquier imperfección en la red eleva la energía interna en el lugar donde se localiza el defecto, dado que los átomos alrededor de éste se encuentran

en compresión o tensión. Una dislocación en una red puede moverse fácilmente a través del cristal si el esfuerzo cortante en el sistema de deslizamiento es igual al esfuerzo cortante resultante crítico (el requerido para romper suficientes enlaces metálicos). Sin embargo, si la dislocación encuentra a su paso una región donde los átomos están desplazados de sus posiciones de equilibrio, se requerirá un esfuerzo más alto para obligar a que la dislocación se traslade más allá de la región local de alta energía, por lo tanto el material es más resistente. De aquí se desprende que una forma de endurecer el metal sea deformándolo.

Si se aplican reiteradas cargas con ensayos de tracción o flexión en una misma probeta, alcanzando el régimen de deformación plástica en cada una de ellas, las dislocaciones proliferan, bloqueándose el paso entre ellas. Esto hace que el límite elástico aumente, incrementando el esfuerzo de fluencia y por lo tanto, endureciendo el material. Este proceso es llamado “endurecimiento por deformación”.

1.1.3. Investigaciones previas

La técnica experimental dominante en el estudio de dislocaciones en la materia durante los últimos cincuenta años fue la Microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) [14] (ver figura 1.7). Las medidas entregadas por TEM para densidad de dislocaciones corresponden a medidas locales en pequeñas secciones del material estudiado, las que pueden o no ser representativas de la densidad real de la muestra. Posteriormente XRD se instauró como un método alternativo, arrojando mediciones más globales que aquellas adquiridas utilizando TEM, al ser capaz de estudiar regiones mayores, proporcionando una caracterización más representativa del material. Si bien ambas metodologías son útiles para obtener una caracterización de la densidad de dislocaciones en la materia, resultan costosas monetaria y humanamente hablando, además de corresponder a ensayos destructivos. Desde esa perspectiva es que se vuelve atractivo el desarrollo de técnicas acústicas de caracterización, debido a su naturaleza no invasiva, bajo costo de implementación comparado con las técnicas mencionadas anteriormente, y cuyos procesos de obtención y análisis relativamente más simple. Por otra parte, la instalación de sistemas acústicos de medición en materiales en funcionamiento o bajo ensayos mecánicos, permite el estudio *in situ* de la evolución de las características de dichos materiales, dando paso a la posibilidad de tener información en tiempo real del estado de probetas en ensayos de laboratorio, o de estructuras más complejas en ambientes menos controlados.

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 acústicamente 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. A continuación se presentan los estudios que preceden el presente trabajo y que constituyen la base de esta investigación.

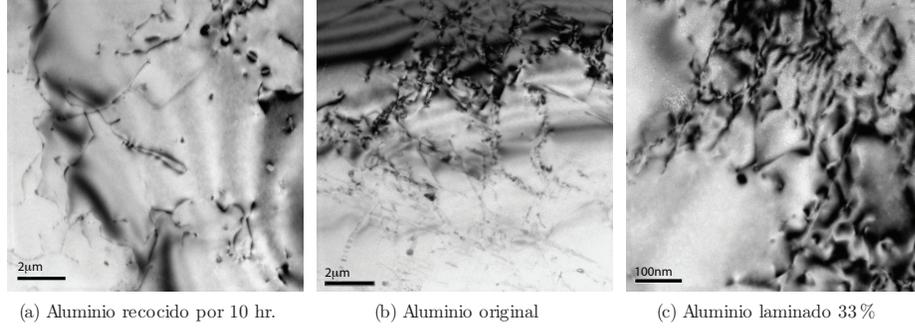


Figura 1.7: Imágenes captadas por TEM para tres muestras de aluminio policristalino de pureza comercial, las que han sido obtenidas de una misma barra de material y han sido sometidas a distintos tratamientos termomecánicos para diferenciar sus densidades de dislocaciones. (a) Muestra recocida por 10 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 100nm . Mientras se espera que el recocido remueva dislocaciones, el laminado debería generar dislocaciones en el material. Imagen extraída de [1], gentileza de R. Espinoza.

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 viaja 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 [15, 16, 17].

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

$$v_l \approx c_L \left(1 + \frac{16}{15\pi^2} \frac{1}{\gamma^4} \frac{\rho b^2}{m} c_L^2 \Lambda \frac{\omega^2 - \omega_1^2}{(\omega^2 - \omega_1^2)^2 + \omega^2 B^2/m^2} \right), \quad (1.3)$$

$$v_t \approx c_T \left(1 + \frac{4}{5\pi^2} \frac{\rho b^2}{m} c_T^2 \Lambda \frac{\omega^2 - \omega_1^2}{(\omega^2 - \omega_1^2)^2 + \omega^2 B^2/m^2} \right). \quad (1.4)$$

En las ecuaciones (1.3) y (1.4), c_L y c_T corresponden a la velocidad longitudinal y transversal del sonido para un medio isótropo 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), $\Lambda = nL$ 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 y m es la masa efectiva de la dislocación, ambos parámetros provenientes de la ecuación de movimiento de la dislocación, desarrollada a partir de la suposición de que las dislocaciones se comportan como cuerdas vibrantes ancladas en sus extremos.

En el límite $\omega \ll \omega_1$ Felipe Barra *et al.* [2] añaden a las relaciones (1.3) y (1.4) 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

$$v_t \approx c_T \left(1 - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b^2}{\Gamma} n L^3 \right), \quad (1.5)$$

$$v_l \approx c_L \left(1 - \frac{16}{15\pi^4} \frac{1}{\gamma^2} \frac{\mu b^2}{\Gamma} n L^3 \right). \quad (1.6)$$

En las expresiones anteriores Γ representa la tensión de la cuerda de dislocación, siendo μ el módulo transversal del material de referencia.

Los resultados teóricos mostrados con anterioridad llevan a la derivación de la siguiente expresión:

$$\frac{\Delta v_t}{v_t} = -\frac{8}{5\pi^4} \frac{\mu b_s^2}{\Gamma_s} \Delta(n_s L_s^3) - \frac{4}{5\pi^4} \frac{\mu b_e^2}{\Gamma_e} \Delta(n_e L_e^3). \quad (1.7)$$

La ecuación (1.7) 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 o entre dos estados de un mismo material que está siendo deformado. El índice e hace referencia a dislocaciones de borde y s , a las de tornillo.

La ecuación (1.7) 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 dispersión múltiple, aproximación que cuantifica lo que puede ser intuitivo; 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.

Considerando las igualdades

$$\Gamma_e = \mu b_e^2 \left(1 - \frac{v_t}{v_l} \right) \quad y \quad \Gamma_s = \mu b_s^2, \quad (1.8)$$

donde v_l es la velocidad de ondas longitudinales, se tiene

$$\frac{\Delta v_t}{v_t} \approx -\frac{8}{5\pi^4} (\Delta(n_s L_s^3) + \Delta(n_e L_e^3)) \equiv -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(n L^3). \quad (1.9)$$

Resultados experimentales

Gracias a los desarrollos teóricos previamente mencionados, se obtuvieron importantes resultados experimentales utilizando dos técnicas acústicas en el régimen de frecuencia ultrasónica (o simplemente llamadas *técnicas ultrasónicas*). La primera técnica aplicada fue la denominada Espectroscopía de resonancia ultrasónica (RUS) por M. Cerda en su tesis de magíster [1]. Esta técnica permite obtener las constantes elásticas de una muestra de material a partir de una sola medida de su espectro de resonancia (y por lo tanto sus velocidades de propagación de onda pueden ser determinadas) y fue aplicada sobre un conjunto de cinco piezas de aluminio policristalino de pureza comercial. Tales muestras fueron diferenciadas previamente, siendo sometidas a distintos tratamientos termo-mecánicos con el fin de aumentar o disminuir la densidad de dislocaciones de cada una con respecto a un ejemplar sin tratar (original). El resultado fue el esperado según lo planteado teóricamente: muestras con menor densidad de dislocaciones medida utilizando XRD, presentaron a su vez mayor velocidad de propagación de onda transversal. En la figura 1.8 se observan las velocidades de propagación de onda transversal obtenidas mediante RUS para las cinco muestras [2].

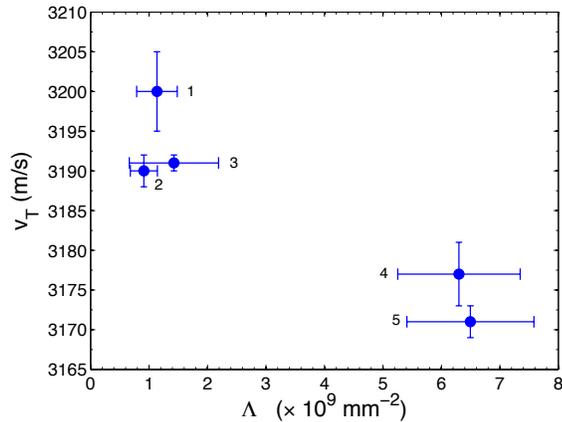


Figura 1.8: Velocidad transversal para cinco muestras de aluminio policristalino con respecto a su densidad de dislocación Λ_{XRD} . La numeración de los puntos graficados corresponde a la siguiente, en orden creciente de densidad de dislocaciones esperada: 1.- Aluminio Recocido 10 hrs, 2.- Recocido 5 hrs, 3.- Original, 4.- Laminado al 33 %, 5.- Laminado al 43 %. Los resultados son obtenidos en base al promedio de diez repeticiones del experimento para cada muestra. Gráfico adaptado de [2].

La segunda técnica en aplicarse fue la de Tiempo de vuelo (TOF, por sus siglas en inglés) en probetas endurecidas en ciclos de tracción, por V. Salinas [18]. Se obtuvieron los valores de mediciones locales de la velocidad de onda transversal en probetas de aluminio, en condiciones de ensayos de tracción estándar y en forma continua en función de la carga aplicada. El resultado es, como se esperaba, independiente de la carga en el régimen elástico. Por otro lado, hay un cambio claro y consistente con la proliferación de dislocaciones tan pronto como se alcanza el límite plástico. En la figura 1.9 se observan los resultados obtenidos.

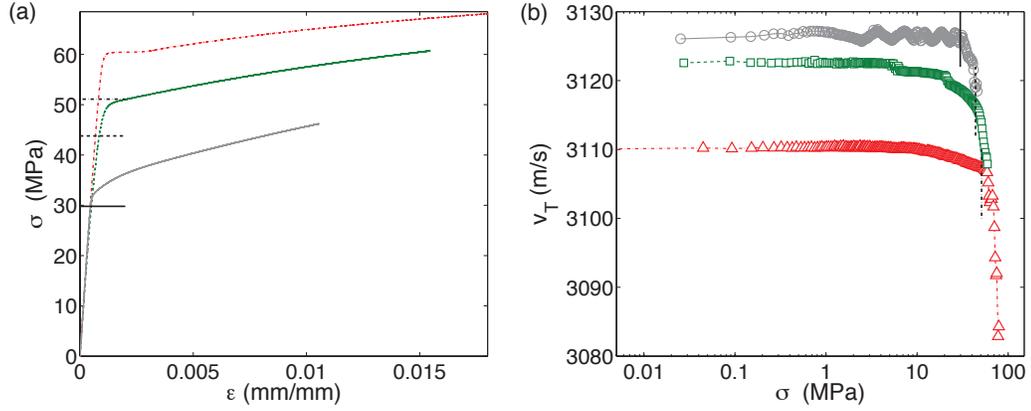


Figura 1.9: (a) Curvas de esfuerzo-deformación para tres ensayos de tracción consecutivos. El esfuerzo de fluencia aumenta para cada ensayo. (b) v_T con respecto a σ en escala semi logarítmica para los mismos ensayos. Cada nuevo ensayo parte con una velocidad de onda que es muy cerca a la velocidad final del ensayo anterior. La velocidad decrece abruptamente en $\sigma \approx \sigma_y$ (donde σ_y corresponde al esfuerzo de fluencia) y todas las curvas colapsan en el régimen plástico. Las líneas horizontales y verticales en (a) y (b) corresponden al esfuerzo de fluencia medido siguiendo lo expuesto en la sección 1.1.2, [18].

Los resultados experimentales anteriores muestran la relación entre los cambios de la velocidad de propagación de onda, parámetro que acompaña a los términos lineales de la ecuación de onda, y cambios en la densidad de dislocaciones. En la tesis que antecede el actual trabajo [3], se presentan los resultados de un parámetro no lineal denominado α' , relacionado con el corrimiento de la frecuencia de resonancia en el régimen acústico no lineal, el que resulta ser más sensible que la velocidad de propagación de onda a los cambios en densidad de dislocaciones relativas entre muestras. La técnica utilizada corresponde a Espectroscopía de resonancia ultrasónica no lineal (NRUS, por sus siglas en inglés), y se aplica sobre diferentes grupos de muestras policristalinas. Dos de ellas corresponden a las mismas que son estudiadas en la presente investigación: aluminio policristalino al 99.999 % de pureza y cobre policristalino un 99.95 % puro. Al igual que lo realizado por M. Cerda *et al.*, las muestras de cada grupo recibieron tratamientos térmicos y mecánicos con el fin de diferenciar sus densidades de dislocaciones relativas. En las tablas 1.1 y 1.2 se exponen las características de cada conjunto de muestras.

El método NRUS se basa en el estudio de una resonancia en particular de la muestra, a diferencia de RUS que estudia el espectro completo en cierto rango de frecuencias. A medida que tal muestra es excitada con amplitudes que sobrepasan su límite de respuesta lineal, la resonancia comienza a cambiar su frecuencia fundamental, existiendo un corrimiento que tiene una relación lineal con la amplitud de excitación a través del parámetro α' . Los resultados obtenidos muestran un mayor valor del parámetro no lineal para las muestras puramente laminadas (en que se espera una mayor densidad de dislocaciones), mientras se observa un ordenamiento contraintuitivo para las recocidas, como se observa en la figura 1.10. La diferencia del factor de no linealidad entre muestras de cada grupo tiene valores entre un 39 % y 125 %

para el grupo de aluminio, y entre un 320 % y 510 % para el grupo de cobre (porcentajes con respecto a la medida en la muestra sin recocer). Lo anterior se contraponen para diferencias entre el 1.7 % y 4.4 % encontradas en el parámetro lineal (velocidad de propagación de onda con respecto a la medida en la muestra original) para diferencias de la densidad de dislocaciones similares. En conclusión, la investigación mostró que efectivamente parámetros no lineales resultaban más sensibles a la proliferación de dislocaciones que aquellos lineales.

Muestra	Tratamiento
Al Lam	Laminado 82.8 %
Al Lam-R15	Laminado 82.8 %, recocido 450°C×15 min
Al Lam-R30	Laminado 82.8 %, recocido 450°C×30 min
Al Lam-R60	Laminado 82.8 %, recocido 450°C×60 min

Tabla 1.1: Tratamiento de las diferentes muestras del grupo de aluminio.

Muestra	Tratamiento
Cu Lam	Laminado 88.3 %
Cu Lam-R15	Laminado 88.3 %, recocido 850°C ×15 min
Cu Lam-R30	Laminado 88.3 %, recocido 850°C ×30 min
Cu Lam-R60	Laminado 88.3 %, recocido 850°C ×60 min

Tabla 1.2: Tratamiento de las diferentes muestras del grupo de cobre.

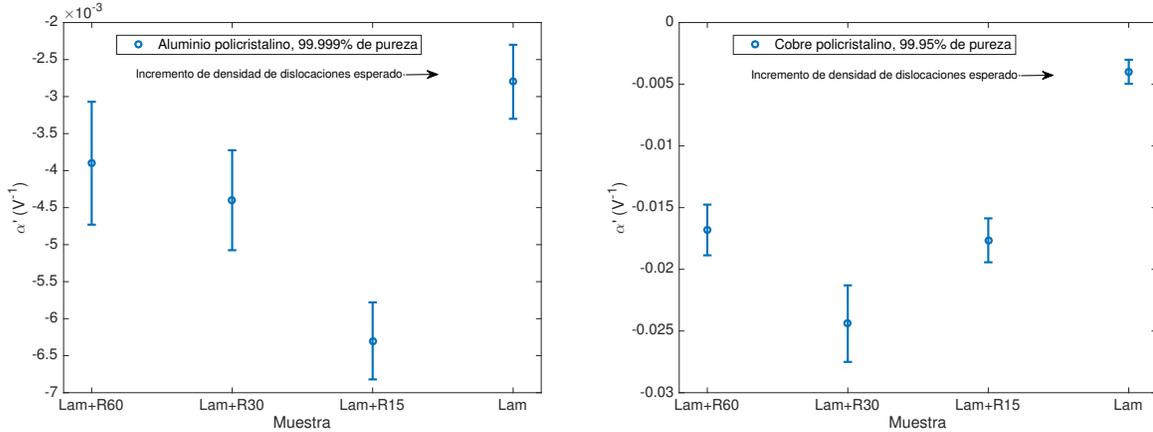


Figura 1.10: Parámetro no lineal α' obtenido mediante la técnica NRUS, medido para grupos de muestras de aluminio y cobre. En el eje x, las muestras son exhibidas de izquierda a derecha, en orden creciente de densidad de dislocaciones esperada [3]. Se observa un mayor valor de α' para las muestras puramente laminadas, mientras que se obtienen resultados contraintuitivos con respecto a las muestras recocidas.

1.2. Métodos de caracterización de materiales

Como se ha comentado, este trabajo está enmarcado en una serie de investigaciones basadas en la implementación de ensayos acústicos no destructivos (TOF, RUS, NRUS, SHG) y su comparación con lo arrojado por técnicas como XRD, que además de ser intrusivas, requieren costoso equipamiento y personal especializado para su aplicación y posterior análisis de datos, pero que sirven como control para los resultados acústicos obtenidos. A continuación se detallan los métodos no destructivos en general, enfatizando en aquellos que se utilizan en esta investigación. Además se exponen los aspectos más relevantes de la técnica de Difracción de Rayos-X y la forma en que es implementada en este trabajo.

1.2.1. Ensayos no destructivos (NDT)

En general se pueden definir los ensayos no destructivos (NDT, por sus siglas en inglés) como 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. 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 ser estudiadas 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 vibracionales 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 [19].

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 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, como se puede observar en diversas revisiones bibliográficas y libros [20, 21, 22, 23, 24]. 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.

Técnica de tiempo de vuelo (TOF)

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), 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, dando buenos resultados a partir de un montaje simple, pero que sin embargo se vuelve complejo de aplicar si se quiere usar en medios anisotrópicos [25]. En la figura 1.11 se muestra un ejemplo del montaje experimental utilizado en [3].

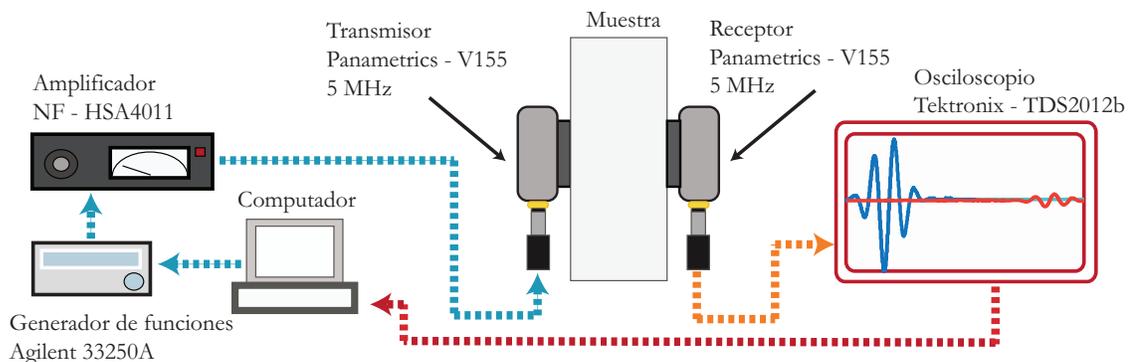


Figura 1.11: Montaje experimental para la técnica TOF utilizado en [3]

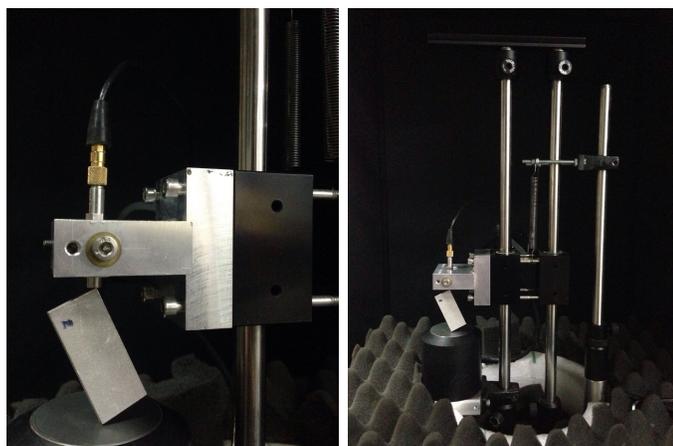


Figura 1.12: Fotografías del montaje experimental modificado de [1, 3].

Espectroscopía de resonancia ultrasónica (RUS)

La técnica RUS, patentada en el año 1991 por A. Migliori [26], ofrece un enfoque que difiere fundamentalmente de métodos como TOF. En primer lugar, RUS no se basa en la aproximación de ondas planas, sino en la medición de los modos propios de vibración de muestras bien definidas, generalmente paralelepípedos o esferas [27, 28]. En segundo lugar, esta técnica permite la obtención de las constantes elásticas tanto en sólidos isótropos como anisótropos. En la figura 1.12 se observan dos fotografías del montaje experimental utilizado en el Laboratorio de Materia Fuera del Equilibrio (LMFE) de la Universidad de Chile. Éste corresponde a una modificación de los montajes utilizados en [1, 3], pero que cumple básicamente la misma función: soportar los transductores emisor y receptor, que mantienen suspendida entre sí la muestra a estudiar, minimizando el acoplamiento mecánico montaje-espécimen y disminuyendo los efectos de perturbaciones externas que pudieran alterar los espectros de resonancia. El transductor emisor envía una onda continua en un barrido de frecuencia, cuyo rango depende exclusivamente del tipo de transductor y el instrumento de adquisición. La muestra responde a dicha excitación y el receptor adquiere su espectro de resonancia. Mediante el programa desarrollado por Migliori para RUS [29] es posible determinar todas las constantes elásticas del medio, independiente de si se tiene un material isótropo o con cierta simetría, a partir del espectro adquirido. Una vez desarrollado, el método fue inmediatamente utilizado para realizar ensayos no destructivos en monocristales y muestras homogéneas [30], multiplicándose sus aplicaciones a lo largo del tiempo. El método es utilizado en geomateriales [31], que corresponden a muestras macroscópicas de materiales mesoscópicos e inhomogéneos, obteniendo su tensor elástico y estudiando su dependencia de la temperatura [32, 33], y el uso de ondas de cizalle es explorado [34]. La extensión del método a su uso en pequeñas muestras [35] y la contribución de Ogi complementando la técnica con la identificación de modos utilizando interferometría láser-Doppler [36] abrió nuevos horizontes. Aplicaciones en tejido humano y

animal se han desarrollado [37, 38, 39], ampliando los avances al examen de prótesis médicas [40]. La caracterización de láminas delgadas, cuyos usos se han popularizado enormemente en los últimos años, es abordada extensamente por Nakamura [41, 42, 43, 44, 45]. Finalmente, ha existido un avance en disminuir las restricciones en la forma de las muestras de material a estudiar, gracias a la utilización métodos de elementos finitos, discutido por Liu y Maynard [46]. En la figura 1.13 se ejemplifica el montaje utilizado para la aplicación de RUS en [1], que es el mismo que se utiliza para la aplicación de su versión no lineal NRUS en [3]. Como se ha dicho, a diferencia de TOF, esta técnica permite la obtención de las constantes elásticas independiente de la isotropía del material, pero a cambio de un montaje más complejo.

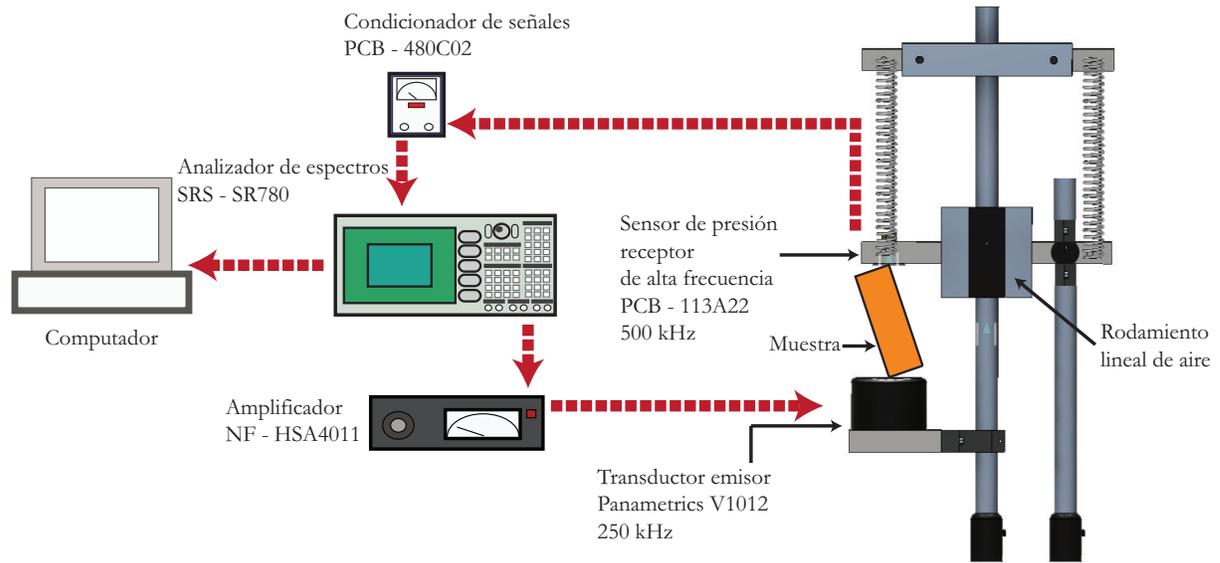


Figura 1.13: Montaje experimental para las técnicas RUS y NRUS utilizados en [1, 3].

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 1.14). 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. El montaje para NRUS es el mismo que el utilizado en RUS (figuras 1.12 y 1.13).

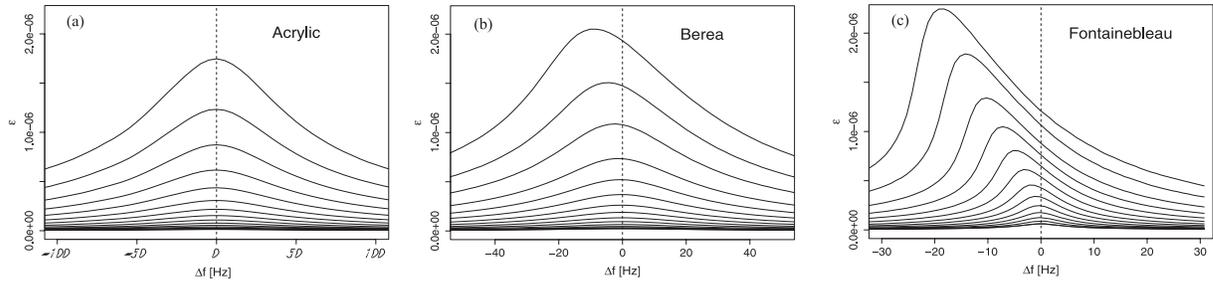


Figura 1.14: Curvas de resonancia para (a) acrílico, arenisca (b) Berea, y (c) Fontainebleau a diferentes niveles de excitación. El acrílico es un material lineal utilizado como control del experimento. La no linealidad en las areniscas es evidenciada por los corrimientos y pérdida de simetría de las curvas de resonancia. Imágenes obtenidas de [47]

En general los métodos acústicos no lineales hacen contribuciones significativas al área de NDT. 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, 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 [48]. Las aplicaciones de NRUS son variadas, al igual que en su versión lineal. Las principales son desarrolladas en geomateriales por Johnson, Ostrovsky y Payan, quienes en primer lugar clasifican una serie de materiales (rocas, areniscas, cerámicas, concreto) como materiales elásticos mesoscópicos no lineales mediante NRUS, y sientan un protocolo de aplicación del método [49, 50, 51, 52, 53, 54, 55], agregando además una importante corrección de temperatura al observar la dependencia de la dinámica de la resonancia con respecto a ella [56]. El estudio en tejidos humanos también se ha desarrollado en las investigaciones de daño acumulado y grietas en huesos, principalmente por Muller [57, 58, 59, 60]. Recientemente dos tesis de magíster han probado la utilidad del método aplicado a metales [3, 61], concluyendo que el parámetro de no linealidad α aumenta cuando la densidad de dislocaciones crece. Esta técnica ofrece mayor sensibilidad a los cambios en densidad de dislocaciones en materiales que aquellas lineales (TOF, RUS), utilizando el mismo montaje que RUS. Sin embargo, si bien de ella se pueden hacer inferencias sobre los cambios de densidad de dislocaciones entre diferentes muestras, hasta ahora no es posible obtener un valor que cuantifique estos cambios.

Técnica de Generación del segundo armónico (SHG)

La generación del segundo armónico es un tipo de método ultrasónico no lineal que se ha mostrado capaz de detectar y monitorear cambios microestructurales en metales. El mecanismo físico que opera es el siguiente: una onda sinusoidal, ultrasónica y en emisión continua se propaga a través del material que desea caracterizarse. La amplitud de dicha señal es suficientemente alta para que la respuesta acústica del material sea no lineal. Su interacción con los defectos presentes en la red cristalina del sólido genera la aparición de un segundo armónico. Este efecto es cuantificado con la medida del parámetro no lineal denominado β , que relaciona las amplitudes de ambos armónicos. Los detalles experimentales de este método son expuestos en el capítulo 3. Una excelente revisión bibliográfica sobre SHG aplicado a metales es la presentada por Matlack, donde son explicados tanto los aspectos teóricos básicos, como el protocolo experimental [62]. De forma particular, la teoría subyacente al método SHG y que relaciona las dislocaciones con el parámetro no lineal β , es abordada por difentes autores [63, 64]. La utilización del método se extiende principalmente a la caracterización de metales utilizando ondas longitudinales y altas amplitudes de excitación. Destacan los trabajos en aleaciones de níquel bajo ensayos de alta y baja fatiga [65], donde además se propone una calibración de las medidas basada en la caracterización de un material de baja no linealidad, con el fin de restar la contribución experimental al valor de β . Otros trabajos en aleaciones de níquel bajo tratamientos térmicos y mecánicos corresponden a los expuestos en [66]. Se han explorado probetas de aluminio, cobre, acero y otras aleaciones metálicas que han sido sometidas a ensayos mecánicos [67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74] y se han estudiado las fases presentes en un material y los cambios de las mismas [75, 76, 77]. Se ha complementado, al igual que en el caso de RUS, el estudio de SHG utilizando interferometría [78, 79]. El uso de ondas de Lamb y Rayleigh también ha sido explorado [80, 81]. Existen artículos en que se exponen resultados de caracterización a bajas amplitudes a lo largo de probetas metálicas que han sido sometidas a ensayos de tracción [82, 83, 84, 85]. Otras aplicaciones interesantes que se han desarrollado están en el campo de sistemas granulares [86], evaluación de reactores dañados por radiación [87] y caracterización de especímenes biológicos [22]. Finalmente, Chakrapani ha desarrollado la relación existente entre el parámetro no lineal obtenido utilizando SHG (parámetro no lineal β) y NRUS (parámetro no lineal α) bajo ciertas condiciones [88]. Esta técnica ofrece un buen compromiso entre la simplicidad del montaje experimental necesario para su aplicación, y la sensibilidad propia de los métodos no lineales ante los cambios en la densidad de dislocaciones en la materia. Sin embargo, y de igual forma que NRUS, no otorga un valor que permita cuantificar dichas densidades.

1.2.3. Caracterización por Difracción de rayos-x (XRD)

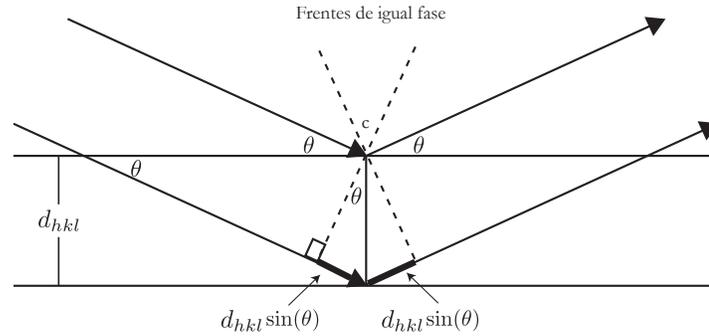


Figura 1.15: Geometría de la interferencia de una onda dispersada por dos planos separados por un espaciamiento d_{hkl} . La diferencia de longitud de camino es la suma de los dos segmentos de largo $d_{hkl} \sin(\theta)$.

Se puede obtener información sobre la estructura cristalina de un material utilizando Difracción de rayos-x [8]. Cuando un haz monocromático, con longitud de onda del mismo orden que el espaciamiento atómico del material, incide sobre éste, los rayos-x se dispersan en todas las direcciones e interfieren entre sí, y aquellos que inciden sobre ciertos planos cristalográficos en ángulos específicos se ven reforzados. Este fenómeno se conoce como difracción y existe cuando se cumple la ley de Bragg

$$\sin(\theta) = \frac{\lambda}{2d_{hkl}}, \quad (1.10)$$

donde θ corresponde al ángulo incidente en los planos de dispersión, λ es la longitud de onda de los rayos-x y d_{hkl} , la distancia interplanar (ver figura 1.15). Siendo $d_{hkl} = a_0/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ para materiales cúbicos, con a_0 el parámetro de red, se obtiene la relación

$$\sin^2(\theta) = \frac{\lambda^2}{4a_0^2}(h^2 + k^2 + l^2). \quad (1.11)$$

Las expresiones anteriores evidencian la existencia de una profunda relación geométrica entre las direcciones de las ondas que interfieren constructivamente, que comprenden el patrón de difracción, y la estructura cristalina del material: periodicidades atómicas con largas distancias de repetición causan difracción en ángulos pequeños. Distancias cortas de repetición, a partir de espaciamientos interplanares pequeños, causan difracción en ángulos grandes. Mucha información sobre un material está contenida en su patrón de difracción. Los cristales con una periodicidad sobre largas distancias tienen picos de difracción agudos y claros, mientras que los cristales con defectos (como las dislocaciones en los metales) son menos periódicos en sus arreglos atómicos, pero aún mantienen picos de difracción característicos. Sin embargo, estos picos son ensanchados, distorsionados y debilitados. El análisis de la forma de línea de difracción se transforma entonces en un método que permite estudiar defectos de un material

en base al espectro de difracción. Se utilizan también experimentos de difracción para estudiar la estructura de materiales amorfos, aunque sus patrones de difracción carecen de picos de difracción agudos [89].

Un patrón de difracción de un material tiene típicamente varios picos diferentes, cada uno correspondiente a diferentes espaciamientos interplanares d . A partir de la ley de Bragg se puede encontrar que el pico de difracción (hkl) ocurre en el ángulo medido $2\theta_{hkl}$

$$2\theta_{hkl} = 2 \arcsin\left(\frac{\lambda\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a_0}\right). \quad (1.12)$$

A menudo hay muchos cristales individuales de orientación aleatoria en la muestra, por lo que se pueden observar todas las difracciones de Bragg posibles en un patrón de polvo (patrón obtenido a partir de polvo del material a estudiar). En la figura 1.16 se muestra un patrón de difracción obtenido para una muestra de cobre y analizada utilizando el programa de identificación de fases Match! que permite la identificación de los picos de difracción y posterior asociación con un elemento o aleación.

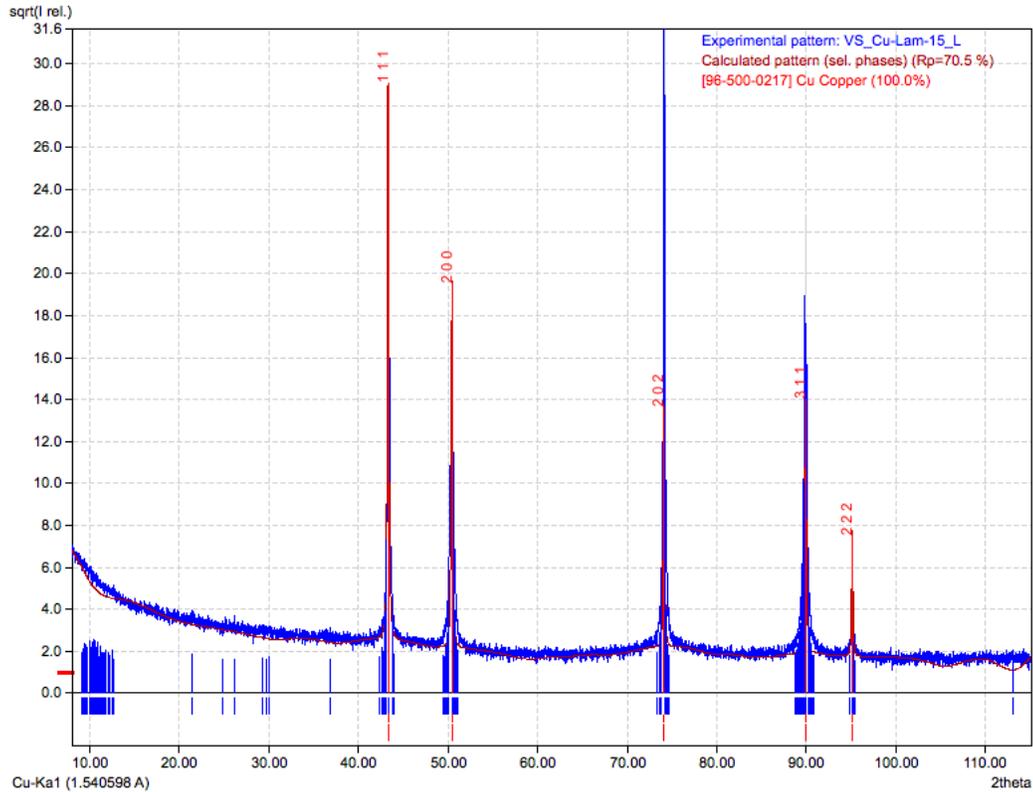


Figura 1.16: Patrón de difracción de rayos-X adquirido por Claudio Aguilar de una muestra de cobre y analizado utilizando el programa Match! de identificación de fases.

Efectos de las deformaciones internas de un material y tamaño de cristalito

Deformaciones internas en un material pueden cambiar las posiciones y formas de los picos de difracción. El tipo más simple de deformación es la dilatación uniforme: si todas las partes de una muestra son tensadas igualmente en todas las direcciones (isotrópicamente), el efecto es un pequeño cambio en el parámetro de red. Los picos de difracción cambian de posición, pero permanecen agudos. El desplazamiento de cada pico, $\Delta\theta_B$ (con θ_B el ángulo de Bragg), causado por una deformación $\epsilon = \Delta d/d$ puede ser calculado diferenciando la ley de Bragg, obteniendo $\Delta\theta_B = -\epsilon \tan(\theta_B)$. Cuando θ_B es pequeño, $\tan(\theta_B) \approx \theta_B$, por lo que la deformación es aproximadamente igual al desplazamiento fraccionario del pico de difracción, aunque de signo opuesto $\Delta\theta_B = -\epsilon\theta_B$. Para una dilatación uniforme, el cambio absoluto de un pico de difracción en θ aumenta fuertemente con el ángulo de Bragg θ_B .

Los picos de difracción permanecen agudos cuando la deformación es la misma en todos los cristales, pero en general existe una distribución de deformaciones en una muestra cristalina. Por ejemplo, algunos cristales pueden estar bajo tensión y otros bajo compresión. Los cristallitos tienen entonces unos parámetros de red ligeramente diferentes, de modo que cada uno de ellos tendría sus picos de difracción desplazados ligeramente en ángulo. Por lo tanto, una distribución de deformaciones en una muestra policristalina provoca un ensanchamiento del ángulo de los picos de difracción y los picos en los ángulos de Bragg más elevados se ensancharán más.

Por otra parte, la anchura de un pico de difracción se ve afectada por el número de planos cristalográficos que contribuyen a la difracción. Los picos de difracción se vuelven más agudos en θ a medida que los cristallitos se hacen más grandes.

Método experimental para XRD

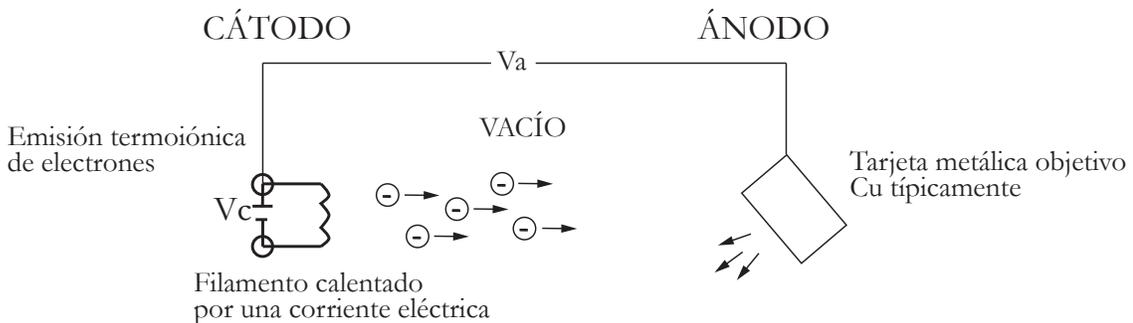


Figura 1.17: Emisión de rayos-X.

El método más apropiado para el estudio de muestras policristalinas es el de Debye-Scherrer, que utiliza rayos-X monocromáticos y equipos para controlar el ángulo 2θ . La forma en que los rayos son generados es la esquematizada en la figura 1.17. Los rayos-X son creados cuando electrones energéticos pierden energía. El proceso en que esto ocurre es el siguiente: dentro de un tubo al vacío se calienta un filamento utilizando una corriente producida por un voltaje V_c . Tal filamento actúa como cátodo, emitiendo electrones vía emisión termiónica. El cátodo es conectado a una tarjeta metálica u objetivo (típicamente de cobre) y entre ambos se hace pasar una corriente, dada por un voltaje V_a , que acelera los electrones emitidos. Dependiendo de las transiciones electrónicas generadas por el choque de los electrones acelerados y los átomos del objetivo, un espectro discreto de rayos-X con diferente energía será emitido ($k\alpha_1$, $k\alpha_2$, $k\beta$...). Una vez que los distintos rayos-X llegan a la muestra a estudiar, interactúan con la materia, produciendo picos de difracción posicionados en los diferentes ángulos 2θ al ser mirados en un patrón de difracción.

Determinación de estructuras cristalinas y obtención de densidad de dislocaciones

Las técnicas más poderosas de análisis microestructural se basan en la investigación de monocristales. Los métodos policristalinos poseen la desventaja del traslape de picos asociados a planos cristalográficos con orientaciones distintas, pero distancias interplanares parecidas o iguales. La técnica policristalina que mejor permite enfrentar este problema es el método de Rietveld.

La difracción policristalina utilizando el método de Rietveld conduce en la actualidad a un nivel muy elevado de detalle en la interpretación cuantitativa de los patrones de difracción que se obtienen en un difractómetro de polvos. Esta interpretación incluye la identificación cualitativa y el análisis cuantitativo de fases, la medición precisa de parámetros reticulares, la evaluación de textura, la caracterización de imperfecciones tales como microdeformaciones y/o tamaño pequeño de cristalito y el refinamiento de las posiciones y ocupaciones de los lugares asociados a los átomos de las estructuras cristalográficas estudiadas [90].

Existen diversos programas que realizan refinamiento de Rietveld a patrones de difracción. El utilizado en esta investigación es el llamado *Materials analysis using diffraction* (MAUD) [91]. En general son muchos los parámetros que pueden ser refinados para lograr un ajuste al patrón de difracción (factor de estructura, constante de instalación experimental, factor de absorción, de temperatura, volumen de celda elemental, por nombrar algunos) y es importante, a medida que el programa escogido sea utilizado, encontrar una estrategia de refinamiento. En [90] se propone una selección de secuencia de refinamiento que es en esencia la utilizada en este trabajo.

La relación entre los parámetros ajustados por MAUD y la densidad de dislocaciones es utilizada por Salinas [18] y la expresión matemática corresponde a

$$\Lambda = \frac{24\pi E \langle \epsilon^2 \rangle}{GF a_0^2}, \quad (1.13)$$

donde E es el módulo de Young, G es el de cizalle y F corresponde al factor de energía de deformación (se ha reportado $F \approx 5$ para materiales FCC). Tanto $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ como a_0 son parámetros microestructurales entregados por el refinamiento (microdeformación y parámetro de red, respectivamente).

1.3. Organización y objetivos

Este tesis parte con la exposición de los fundamentos que dan sustento teórico a lo estudiado experimentalmente en este trabajo. Es así como en el capítulo 2 se revisan las ecuaciones fundamentales de la teoría de la elasticidad lineal y no lineal, para luego analizar los aspectos más relevantes de osciladores, hasta llegar a la obtención la ecuación lineal y no lineal de ondas que se propagan en un medio isótropo.

En el capítulo 3 se estudian tres métodos acústicos de caracterización de materiales, RUS, NRUS y SHG, comparando sus resultados relativos a la densidad de dislocaciones en aluminio y cobre, con análisis XRD. Este constituye el capítulo en que se definen los métodos acústicos experimentales que serán utilizados en los dos capítulos siguientes. Aquí se determina la sensibilidad de los distintos métodos, contrastándola con la dificultad de su aplicación.

En el capítulo 4 se estudia el parámetro acústico no lineal β , obtenido a partir del método SHG, en probetas de aluminio que han sido previamente sometidas a ensayos de flexión o *ex-situ*. El objetivo es estudiar espacialmente la proliferación de dislocaciones tras deformaciones plásticas y determinar la utilidad del método en la identificación de zonas con diferentes densidades de dislocaciones en una misma probeta.

En el capítulo 5, el parámetro β es estudiado *in-situ* durante ensayos de endurecimiento por deformación, producido por reiteradas tracciones. El objetivo es explorar el comportamiento del parámetro en los regímenes elásticos y plásticos.

Por último, en el capítulo 6 se presentan las conclusiones más importantes, y líneas generales para futuras investigaciones.

Se incluye al final del texto el Anexo A, en que se explica la calibración de transductores ultrasónicos y el Anexo A.2 en que se adjunta el artículo publicado a partir de esta investigación.

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

Marina and the Diamonds - Electra Heart (2012)
Niña Tormenta - Loza (2017)
Lorde - Melodrama (2017)

Si el objetivo principal de la presente investigación es la obtención de información sobre las propiedades físicas de diversos materiales, dadas sus respuestas a la propagación de ondas acústicas, entonces es imprescindible tener claridad sobre el comportamiento elástico de éstos. En este capítulo se presentan las bases teóricas que dan sustento a la investigación experimental realizada en esta tesis. En primer lugar se revisan las ecuaciones fundamentales de la teoría de la elasticidad lineal para cuerpos isótropos desarrolladas por Landau y Lifshitz [92], complementando principalmente con los trabajos de Nazarov y Zarembo en elasticidad no lineal [93, 94] y finalizando con una pequeña revisión sobre las propiedades elásticas de cristales. Luego se analizan los aspectos más relevantes de osciladores, como una primera aproximación a la respuesta elástica de medios continuos sometidos a esfuerzos [19], desarrollando posteriormente el paso entre un medio discreto compuesto por ellos, donde se propaga una perturbación, hasta obtener la ecuación de onda viajando en un medio continuo [95], para continuar con la propagación lineal y no lineal de ondas acústicas en medios isótropos, clasificando los términos de las no linealidades presentes en la ecuación de onda, denominados como geométricos y físicos según su naturaleza [96, 97, 98]. Se concluye con la solución de la ecuación de onda no lineal dada una fuente externa de ondas monocromáticas propagándose en un medio finito con condiciones de borde libre, problema que esquematiza de mejor manera las condiciones experimentales en que se lleva a cabo la presente investigación, y que fue desarrollada por F. Lund en el marco de la misma.

2.1. Ecuaciones fundamentales de la teoría de la elasticidad

El título de esta sección cita directamente el primer capítulo del libro “*Theory of elasticity*” de Landau y Lifshitz [92], lectura esencial para entender las bases de la mecánica de cuerpos sólidos considerados como medios continuos. A continuación se presenta un breve desarrollo, basado en dicha lectura, de las ecuaciones más importantes que gobiernan el comportamiento de sólidos sometidos a esfuerzos en el régimen de elasticidad lineal, complementado con los trabajos de Nazarov y Zarembo [93, 94] para el desarrollo en el régimen no lineal.

2.1.1. Tensor de deformación

Los sólidos se deforman (cambian de volumen y forma) cuando una fuerza es aplicada sobre ellos. La deformación de un cuerpo se describe analíticamente siguiendo el esquema gráfico de la figura 2.1. Sea P un punto del sólido, su posición queda definida mediante su radio vector \mathbf{r} , con las componentes $x_1 = x$, $x_2 = y$, $x_3 = z$ en el sistema coordenado propuesto. Si el sólido es deformado por la aplicación de una fuerza, cada punto de él se desplaza. En particular P también lo hace, siendo denominado en su nueva posición como P' , con radio vector \mathbf{r}' . El desplazamiento de este punto debido a la deformación está determinado por el *vector de desplazamiento* $\mathbf{u} = \mathbf{r}' - \mathbf{r}$, que en notación por coordenadas toma la forma

$$u_i = x'_i - x_i. \quad (2.1)$$

Las coordenadas x'_i del punto desplazado son funciones de las coordenadas x_i previo desplazamiento. Así mismo, las componentes u_i del vector de desplazamiento también lo son. Esto quiere decir que si se conoce $\mathbf{u}(x_i)$ la deformación del cuerpo queda totalmente determinada.

Cuando un cuerpo se deforma, varían las distancias entre sus puntos. Si se consideran dos puntos muy próximos entre sí, siendo dx_i el radio vector que los une antes de la deformación, el radio vector que une los mismos puntos en el cuerpo deformado será $dx'_i = dx_i + du_i$. La distancia entre los puntos antes de la deformación se puede expresar como $dl^2 = dx_i^2$ y después, $dl'^2 = dx_i'^2 = (dx_i + du_i)^2$. Utilizando la igualdad $du_i = (\partial u_i / \partial x_k) dx_k$, es posible llegar a la expresión

$$dl'^2 = dl^2 + 2u_{ik} dx_i dx_k,$$

donde el tensor u_{ik} se define como

$$u_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} + \frac{\partial u_l}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right). \quad (2.2)$$

El tensor simétrico u_{ik} (2.2) da la variación de una longitud infinitesimal cuando el sólido se deforma y recibe el nombre de *tensor de deformaciones*.

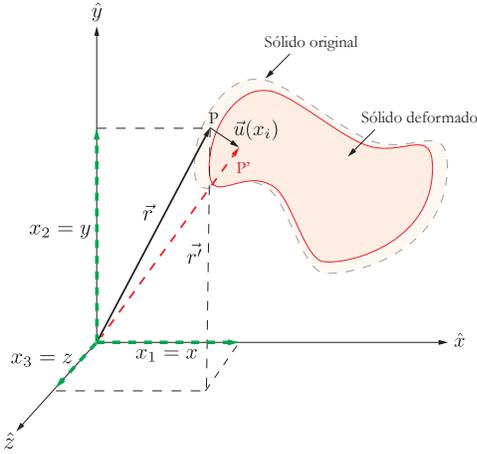


Figura 2.1: Línea discontinua: sólido original al que pertenece el punto P , cuya posición es definida por el vector \mathbf{r} . Línea continua: sólido deformado. El punto P se ha movido a una nueva posición y se denota como P' definida por el radio vector \mathbf{r}' . El vector desplazamiento corresponde a $\mathbf{u} = \mathbf{r}' - \mathbf{r}$. Si se tiene $\mathbf{u}(x_i)$ la deformación del cuerpo queda totalmente determinada.

En general la variación de una longitud, comparada con la longitud misma, es pequeña. Siendo eso cierto, u_i también lo será y el último término en la expresión (2.2) puede ser despreciado, resultado el tensor de deformaciones simplificado

$$u_{ik} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \right). \quad (2.3)$$

Durante la presente investigación las deformaciones no son pequeñas, por lo que el tensor de deformaciones se utiliza en su forma completa (2.2), asunto que es abordado más adelante.

2.1.2. Tensor de esfuerzos

Al ocurrir deformaciones, cambia la distribución molecular del sólido y el cuerpo deja de encontrarse en su estado original de equilibrio. Aparecen entonces fuerzas internas, denominadas *tensiones internas*, que tienden a llevarlo nuevamente al equilibrio. En la figura 2.2 se observa una deformación unidireccional donde se ejemplifican las componentes del tensor de tensiones en un punto de un sólido deformable.

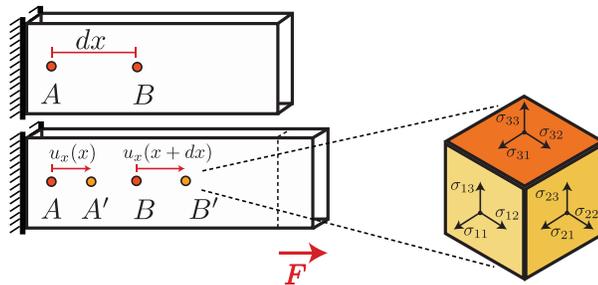


Figura 2.2: Deformación unidireccional de un sólido y ampliación de un elemento de éste, mostrando las componentes del tensor de esfuerzos σ_{ij} .

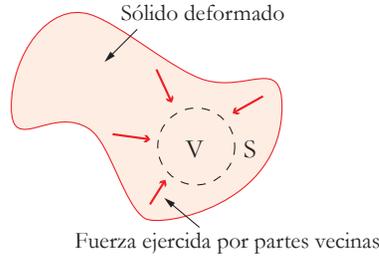


Figura 2.3: Fuerzas ejercidas sobre una parte del sólido (volumen V) por sus partes vecinas. Debido a que las tensiones internas son de corto alcance, las fuerzas actúan sólo sobre la superficie S de dicho volumen.

Las tensiones internas se deben a fuerzas moleculares. El denominado *radio de acción* de dichas fuerzas debe tomarse igual a cero en la teoría de elasticidad y se puede decir entonces que las fuerzas que producen tensiones internas son de corto alcance. Por consiguiente, las fuerzas que ejercen sobre cualquier parte de un sólido las partes vecinas, sólo se actúan sobre la superficie de dicha parte del sólido (ver figura 2.3). Lo anterior es fundamental para encontrar una definición del tensor de esfuerzos.

Considérese la fuerza total que se ejerce sobre un volumen del cuerpo. Esta fuerza total es la suma de todas las fuerzas que actúan sobre cada uno de los elementos de volumen de la parte considerada $\int \mathbf{F} dV$, donde \mathbf{F} es la fuerza por unidad de volumen y $\mathbf{F} dV$ es la fuerza que se ejerce sobre el elemento de volumen dV . Por otra parte, las fuerzas que los distintos elementos de la porción considerada ejercen unos sobre otros, se anulan mutuamente en virtud de la igualdad de la acción y reacción. La fuerza total puede entonces considerarse como la suma de las fuerzas que ejercen sobre el volumen en cuestión las porciones de sólido que lo rodean. Tomando en cuenta entonces lo dicho en el párrafo anterior, estas fuerzas actúan sobre la superficie de la región considerada, por lo que la fuerza resultante puede representarse como la suma de las fuerzas que se ejercen sobre todos los elementos de superficie, o sea, mediante una integral de superficie.

Se tiene entonces que para cualquier porción del sólido, cada una de las tres componentes $F_i dV$ de la resultante de todas las tensiones internas puede ser transformada en una integral de superficie. Del análisis vectorial es sabido que la integral de un escalar en un volumen arbitrario puede transformarse en una integral sobre la superficie si el escalar es la divergencia de algún vector. En este caso, como se tiene la integral de volumen de un vector, y no de un escalar, este vector debe ser la divergencia de un tensor de segundo rango. De lo anterior se desprende que F_i tiene la forma

$$F_i = \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k}. \quad (2.4)$$

El tensor σ_{ik} recibe el nombre de *tensor de esfuerzos* y puede demostrarse simétrico.

2.1.3. Termodinámica de las deformaciones

De la subsección 2.1.2 se desprende que de no existir deformación, tampoco existen tensiones internas. Dicho de otra forma, la acción de fuerzas sobre un sólido trae como consecuencia tanto el desplazamiento de puntos dentro de él y su tensor de deformaciones asociado, como la aparición de tensiones internas vinculadas a un tensor de esfuerzos. A continuación se dará una breve explicación de cómo termodinámicamente se obtiene una relación entre ambos tensores, dando origen a la conocida ley de Hooke en el régimen de elasticidad lineal y su consecuente generalización para regímenes no lineales.

2.1.3.1. Pequeñas deformaciones

Si al aplicar una fuerza a un cuerpo su deformación es suficientemente pequeña, éste retornará a su estado inicial cuando tal fuerza sea removida. Este tipo de deformación recibe el nombre de *deformación elástica*. Si en cambio lo que se tiene es una deformación grande y al suprimir la fuerza externa queda una deformación residual, lo que se tiene es una *deformación plástica*. En el desarrollo siguiente se supondrá tanto que las deformaciones producidas son en el régimen elástico, como que los procesos ocurren tan lentamente que el cuerpo está en equilibrio termodinámico con el medio exterior en todo instante, es decir, son termodinámicamente reversibles.

Considerando un cuerpo deformado y suponiendo que se varía un poco la deformación, de manera que el vector de desplazamiento u_i cambia en una pequeña cantidad δu_i , se puede determinar el trabajo total de la forma

$$\int \delta R \, dV = \int \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k} \delta u_i \, dV, \quad (2.5)$$

donde δR es el trabajo realizado por las tensiones internas, por unidad de volumen. Integrando por partes se obtiene

$$\int \delta R \, dV = \oint \sigma_{ik} \delta u_i \, df_k - \int \sigma_{ik} \frac{\partial \delta u_i}{\partial x_k} \, dV. \quad (2.6)$$

Considerando un medio ilimitado no deformado en el infinito, se puede hacer tender a infinito la superficie de integración en la primera integral; entonces, sobre ella $\sigma_{ik} = 0$ y la integral se anula. La segunda integral, en virtud de la simetría del tensor σ_{ik} puede escribirse como

$$\begin{aligned} \int \delta R \, dV &= -\frac{1}{2} \int \sigma_{ik} \left(\frac{\partial \delta u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial \delta u_k}{\partial x_i} \right) \, dV \\ &= -\frac{1}{2} \int \sigma_{ik} \delta \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \right) \, dV \\ &= -\int \sigma_{ik} \delta u_{ik} \, dV. \end{aligned} \quad (2.7)$$

De este modo se obtiene la relación

$$\delta R = -\sigma_{ik}\delta u_{ik}. \quad (2.8)$$

Un cambio infinitesimal de energía interna dE es igual a la diferencia entre el calor adquirido por el volumen unitario considerado y el trabajo dR realizado por las tensiones internas. Para un proceso reversible, el calor corresponde a TdS y la energía interna es de la forma $dE = TdS - dR$, donde sustituyendo el último término de la derecha por (2.8) se obtiene

$$dE = TdS + \sigma_{ik}du_{ik}. \quad (2.9)$$

Las componentes del tensor de esfuerzos pueden obtenerse derivando E respecto de las componentes del tensor de deformaciones, a entropía constante:

$$\sigma_{ik} = \left(\frac{\partial E}{\partial u_{ik}} \right)_S. \quad (2.10)$$

2.1.3.2. Deformaciones no tan pequeñas

Para obtener la relación (2.10) se ha partido del supuesto de pequeñas deformaciones (ver ecuación (2.5)). Siendo el caso en que las deformaciones no son pequeñas, es necesario utilizar la expresión completa del tensor de deformaciones (2.2), incluyendo los términos cuadráticos. Es habitual describir la propagación e interacción de ondas acústicas en sólidos en el marco de la teoría clásica de elasticidad de cinco constantes. Esta teoría, escencialmente matemática, determina la ecuación de estado no lineal, es decir la dependencia del tensor de esfuerzos σ_{ik} de la derivada de los componentes del vector desplazamiento u_i con respecto a las coordenadas lagrangianas x_k , en aproximación cuadrática, para medios isotrópicos elásticos ideales bajo deformación adiabática [93, 99, 97]:

$$\sigma_{ik} = \frac{\partial E(u_{ik})}{\partial \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} \right)}. \quad (2.11)$$

2.1.4. Relación entre esfuerzo y deformación en cuerpos isótropos

La energía interna de un cuerpo isotrópico deformado no debe depender de la elección del sistema de coordenadas. Ésta es invariante ante rotaciones y desplazamientos del cuerpo deformado como una unidad. Esto sólo es posible cuando la energía es una función de invariantes del tensor de deformaciones $E = E(S, I_1, I_2, I_3)$ [100]. Los invariantes del tensor de deformaciones son

$$\begin{aligned} I_1 &= tr(u_{ik}), \\ I_2 &= \frac{1}{2} \left((tr(u_{ik}))^2 - tr(u_{ik}^2) \right), \\ I_3 &= det(u_{ik}). \end{aligned} \quad (2.12)$$

que pueden reescribirse de la forma

$$\begin{aligned}
I_1 &= u_{ll}, \\
I_2 &= \frac{1}{2}(u_{ll}^2 - u_{ik}^2), \\
I_3 &= \frac{1}{3}(u_{ik}u_{il}u_{kl} - \frac{3}{2}u_{ik}^2u_{ll} + \frac{1}{2}u_{ll}^3).
\end{aligned} \tag{2.13}$$

Siendo las deformaciones pequeñas y consecuentemente también los invariantes, E puede expandirse en serie con respecto al estado no deformado. La expansión en serie de Taylor en torno a cero de una función de varias variables $f(x, y, z)$ tiene la forma

$$f(x, y, z) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{n!} \sum_{n_x+n_y+n_z=n} \binom{n}{n_x \ n_y \ n_z} \frac{\partial^n f(0)}{\partial x^{n_x} \partial y^{n_y} \partial z^{n_z}} x^{n_x} y^{n_y} z^{n_z}. \tag{2.14}$$

Se reemplaza entonces $f(x, y, z) = E(I_1, I_2, I_3)$ en (2.14) aproximada a tercer orden. Asumiendo que se está en el estado de equilibrio (ausencia de fuerzas externas), se puede observar que si $u_{ik} = 0$, entonces $\sigma_{ik} = 0$. Tomando en cuenta (2.10) se ve que en el desarrollo en serie de E no pueden aparecer términos lineales de u_{ik} y por lo tanto $E(0) = 0$ y $\partial E / \partial I_1|_0 = 0$. Usando lo anterior se obtiene la expansión de la energía interna a tercer orden de u_{ik}

$$E(u_{ik}) = \left(\frac{\partial E}{\partial I_2} \Big|_{I_2=0} I_2 + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 E}{\partial I_1^2} \Big|_{I_1=0} I_1^2 + \frac{\partial E}{\partial I_3} \Big|_{I_3=0} I_3 + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 E}{\partial I_1 \partial I_2} \Big|_{I_{1,2}=0} I_1 I_2 + \frac{1}{6} \frac{\partial^3 E}{\partial I_1^3} \Big|_{I_1=0} I_1^3 \right). \tag{2.15}$$

Las constantes elásticas de segundo orden están definidas como los coeficientes que preceden los términos de segundo orden de pequeñez en (2.15):

$$\frac{\partial E}{\partial I_2} \Big|_{I_2=0} = -2\mu, \quad \frac{\partial^2 E}{\partial I_1^2} \Big|_{I_1=0} = K + \frac{4}{3}\mu, \tag{2.16}$$

donde K y μ son los módulos de compresión uniforme y de cizalle, respectivamente. Los coeficientes que preceden las cantidades de tercer orden de pequeñez corresponden a los módulos de tercer orden:

$$\frac{\partial E}{\partial I_3} \Big|_{I_3=0} = A, \quad \frac{\partial^2 E}{\partial I_1 \partial I_2} \Big|_{I_{1,2}=0} = -2A - 4B, \quad \frac{\partial^3 E}{\partial I_1^3} \Big|_{I_1=0} = 2A + 6B + 2C, \tag{2.17}$$

donde A , B y C son los módulos de tercer orden de Landau. En la tabla 2.1 (modificada de [96]) se pueden ver relaciones entre constantes elásticas de tercer orden para sólidos isótropos definidas por diferentes autores.

Landau (1986)	Toupin y Bernstein (1961)	Murnaghan (1951)	Bland (1969)	Eringen y Suhubi (1974)	Standard C_{IJK}	
A	$\nu_1 = 2C$	$l = B + C$	$\alpha = \frac{1}{3}C$	$I_E = \frac{1}{3}A + B + \frac{1}{3}C$	$c_{123} = 2C$	$c_{111} = 2A + 6B + 2C$
B	$\nu_2 = B$	$m = \frac{1}{2}A + B$	$\beta = B$	$m_E = -A - 2B$	$c_{144} = B$	$c_{112} = 2B + 2C$
C	$\nu_3 = \frac{1}{4}A$	$n = A$	$\gamma = \frac{1}{3}A$	$n_E = A$	$c_{456} = \frac{1}{4}A$	$c_{166} = \frac{1}{2}A + B$

Tabla 2.1: Relación entre constantes elásticas de tercer orden para sólidos isótropos. Las referencias correspondientes son: Landau [92], Toupin y Benstein [101], Murnaghan [100, 102], Bland [103], Eringen y Suhubi [104].

Reemplazando (2.16) y (2.17) en (2.15) se obtiene

$$E(u_{ik}) = -2\mu I_2 + \frac{1}{2} \left(K + \frac{4}{3}\mu \right) I_1^2 + AI_3 + \frac{1}{2}(-2A - 4B)I_1I_2 + \frac{1}{6}(2A + 6B + 2C)I_1^3, \quad (2.18)$$

y usando (2.13) la energía interna adquiere la forma

$$E(u_{ik}) = \mu u_{ik}^2 + \left(\frac{K}{2} - \frac{\mu}{3} \right) u_{ll}^2 + \frac{A}{3} u_{ik} u_{il} u_{kl} + B u_{ik}^2 u_{ll} + \frac{C}{3} u_{ll}^3. \quad (2.19)$$

2.1.4.1. Régimen de elasticidad lineal

Al conservar sólo los términos de menor orden en (2.19), la energía interna adquiere la forma

$$E(u_{ik}) = \mu u_{ik}^2 + \left(\frac{K}{2} - \frac{\mu}{3} \right) u_{ll}^2 \quad (2.20)$$

$$= \frac{1}{2} K u_{ll}^2 + \mu \left(u_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} u_{ll} \right)^2.$$

Ahora se utiliza la ecuación termodinámica (2.10) para determinar el tensor de tensiones. Para calcular las derivadas $\frac{\partial E}{\partial u_{ik}}$ se escribe la diferencial total dE (a temperatura constante)

$$dE = [K u_{ll} \delta_{ik} + 2\mu(u_{ik} - \frac{1}{3} u_{ll} \delta_{ik})] du_{ik}. \quad (2.21)$$

Luego, el tensor de esfuerzos resulta ser

$$\sigma_{ik} = K u_{ll} \delta_{ik} + 2\mu(u_{ik} - \frac{1}{3} u_{ll} \delta_{ik}). \quad (2.22)$$

Es posible obtener de manera simple la expresión inversa en que u_{ik} es función de σ_{ik} . Tal expresión corresponde a

$$u_{ik} = \frac{1}{9K} \delta_{ik} \sigma_{ll} + \frac{1}{2\mu} \left(\sigma_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \sigma_{ll} \right). \quad (2.23)$$

De la expresión anterior resulta que el tensor de deformaciones u_{ik} es una función lineal del tensor de tensiones σ_{ik} . Es decir, la deformación es proporcional a las fuerzas aplicadas al cuerpo. Esta ley, válida para pequeñas deformaciones, se conoce como Ley de Hooke.

2.1.4.2. Régimen de elasticidad no lineal

Para un análisis de lo que ocurre en el régimen no lineal, es necesario usar todos los términos expansión (2.19) y la expresión para el tensor de esfuerzos (2.11), obteniéndose la ecuación de estado para sólidos homogéneos perfectamente elásticos

$$\begin{aligned} \sigma_{ik} = & \mu \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \right) + \left(K - \frac{2\mu}{3} \right) \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \delta_{ik} + \left(\mu + \frac{A}{4} \right) \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \frac{\partial u_i}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \frac{\partial u_i}{\partial x_l} \right) \\ & + \frac{K - \frac{2\mu}{3} + B}{2} \left[\left(\frac{\partial u_l}{\partial x_m} \right)^2 \delta_{ik} + 2 \frac{\partial u_i}{\partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \right] + \frac{A}{4} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} + \frac{B}{2} \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_m} \frac{\partial u_m}{\partial x_l} \delta_{ik} + 2 \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \right) \\ & + C \left(\frac{\partial u_l}{\partial x_l} \right)^2 \delta_{ik}. \end{aligned} \quad (2.24)$$

El tensor (2.24) corresponde a un tensor no simétrico, también conocido como $\sigma_{ik} = P_{ik}$ (del tipo Lagrange o Piola-Kirchhoff).

2.1.5. Propiedades elásticas de los cristales

La variación de la energía libre en compresión isotérmica de un cristal es, como en los medios isótropos, una función cuadrática del tensor de deformación. Sin embargo, a diferencia de lo que ocurre en los cuerpos isótropos, esta función no contiene solamente dos coeficientes independientes en régimen lineal (cinco en el no lineal), sino un número mayor (más de doscientos en el caso de grandes deformaciones). La forma general de la energía libre de un cristal deformado es

$$E(u_{ik}) = \frac{1}{2} \lambda_{iklm} u_{ik} u_{lm}, \quad (2.25)$$

donde índices repetidos indican suma. El término λ_{iklm} es un tensor de cuarto rango, llamado tensor de los módulos de elasticidad. Como el tensor de deformación es simétrico, un simple cálculo puede mostrar que el número de componentes diferentes de un tensor de cuarto rango

que tiene estas propiedades de simetría es en general 21. De acuerdo con (2.25), el tensor de esfuerzos será, en términos del tensor de deformaciones

$$\sigma_{ik} = \frac{\partial F}{\partial u_{ik}} = \lambda_{iklm} u_{lm}. \quad (2.26)$$

Si el cristal posee alguna simetría, existen relaciones entre las componentes del tensor λ_{iklm} , de tal forma que el número total de componentes independientes es menor que 21. En el caso de un sistema hexagonal (con una dirección preferencial en el denominado *eje senario*), se tienen cinco módulos de elasticidad, mientras que las deformaciones en el plano perpendicular al eje senario quedan determinadas por dos módulos de elasticidad, como en el caso de cuerpos isótropos. En los sistemas cúbicos existen solamente tres módulos de elasticidad distintos.

Todo lo expuesto anteriormente se refiere a monocristales. Los cuerpos policristalinos, cuyos componentes cristalinos son suficientemente pequeños, pueden considerarse como isótropos (pues son de interés las deformaciones en regiones grandes comparadas con las dimensiones de los microcristales). Como todo material isótropo, los policristales se caracterizan por dos módulos de elasticidad en el régimen lineal y cinco en el no lineal. A primera vista cabe pensar que estos módulos se pueden obtener a partir de los módulos de elasticidad de los microcristales aislados, mediante un simple promedio, lo que en realidad no es posible. Si se considera la deformación del policristal como el resultado de la deformación de sus microcristales componentes, en principio habría que resolver las ecuaciones de equilibrio para todos estos cristalitos, teniendo en cuenta las condiciones de contorno adecuadas en sus superficies de separación. Se ve así que la relación entre las constantes elásticas de un cristal, considerado en conjunto, y las de sus microcristales componentes, depende de la forma concreta de los cristalitos y de las correlaciones entre sus orientaciones mutuas. Por eso no existe una dependencia general entre los módulos de elasticidad de los policristales y de los monocristales de la misma sustancia.

2.1.6. Matrices de constantes elásticas para sistemas isótropos, hexagonales y cúbicos en aproximación lineal

A modo de resumen de las propiedades de sólidos en la aproximación de elasticidad lineal, se exponen a continuación las matrices para los sistemas isótropos, hexagonales y cúbicos [105].

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

$$C_{ij} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{11} - 2C_{44} & C_{11} - 2C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{11} - 2C_{44} & C_{11} & C_{11} - 2C_{44} & 0 & 0 & 0 \\ C_{11} - 2C_{44} & C_{11} - 2C_{44} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix}. \quad (2.27)$$

Las dos constantes independientes se relacionan con los coeficientes de Lamé λ y μ , de la forma $C_{11} = \lambda + 2\mu$ y $C_{44} = \mu$.

En el caso de simetría cúbica la matriz de constantes elásticas corresponde a

$$C_{ij} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix}. \quad (2.28)$$

Por último, en el caso de un material transversalmente isótropo o hexagonal, se cuenta con cinco constantes elásticas independientes: $[C_{11} \ C_{33} \ C_{23} \ C_{12} \ C_{44}]$. El tensor de elasticidad puede escribirse en este caso como

$$C_{ij} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{23} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix}. \quad (2.29)$$

2.2. Fundamentos de acústica

Como bien se explica en la sección anterior, la elasticidad de un sólido corresponde a la manera en que éste responde 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 [19]. A

continuación se revisan los aspectos más importantes de osciladores lineales, realizando luego el paso entre sistemas de osciladores acoplados y medios continuos [95]. Se finaliza con el estudio de la propagación de ondas en medios isótropos, tanto en el régimen de acústica lineal como no lineal [96, 97], concluyendo con la clasificación de los términos de no linealidad presentes en la ecuación de onda y cómo éstos se relacionan con la presencia de dislocaciones en la materia.

2.2.1. El oscilador lineal

Con el fin de introducir el estudio de osciladores para el posterior paso al análisis de medios continuos, se comienza por hacer un breve repaso del oscilador armónico. Se inicia con el 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* [19].

2.2.1.1. 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 2.4 (a), 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 (2.23)), 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

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \omega_0^2 x = 0, \quad (2.30)$$

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

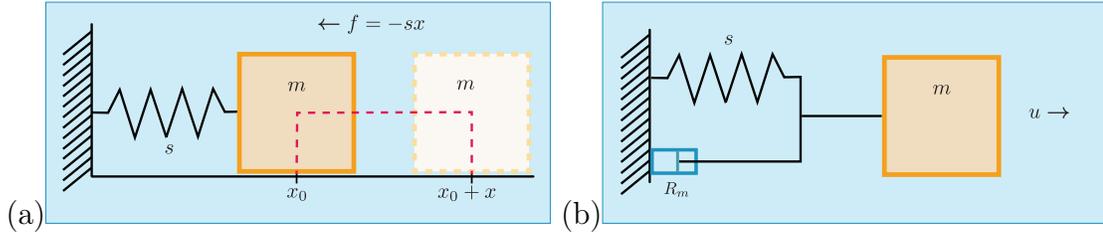


Figura 2.4: Representación esquemática de un oscilador armónico simple (a) y uno amortiguado (b), constituidos por una masa m , un resorte de constante s , y una constante de amortiguación R_m en el segundo caso.

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 2.4 (b). 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

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \frac{R_m}{m} \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = 0. \quad (2.31)$$

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

$$\gamma = -\beta \pm j\omega_d, \quad (2.32)$$

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 (2.30). Reemplazando γ en el \mathbf{x} propuesto, resolviendo (2.31) y conservando la parte real de la solución, se puede escribir

$$x = Ae^{-\beta t} \cos(\omega_d t + \phi), \quad (2.33)$$

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.

2.2.1.2. Oscilaciones forzadas

Ahora es posible tomar el oscilador amortiguado y aplicar al sistema una fuerza externa $f(t)$, como muestra la figura 2.5. La ecuación diferencial para este oscilador forzado es de la forma

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + R_m \frac{dx}{dt} + sx = F \cos \omega t, \quad (2.34)$$

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 (2.33), 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 (2.34) 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

$$\mathbf{x} = \frac{1}{j\omega R_m + j(\omega m - s/\omega)} F e^{j\omega t}. \quad (2.35)$$

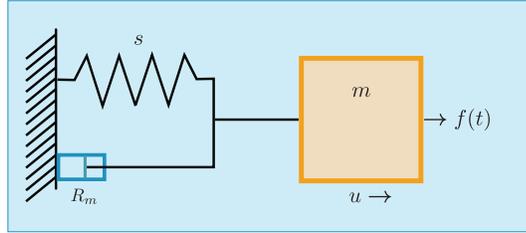


Figura 2.5: Representación esquemática de un oscilador forzado, con una fuerza externa aplicada $f(t)$.

Conservando la parte real de (2.35) se obtiene la solución estacionaria

$$x = \frac{F}{\omega \sqrt{R_m^2 + (\omega m - s/\omega)^2}} \sin(\omega t - \Theta), \quad (2.36)$$

identificando la amplitud

$$A(\omega) = \frac{F}{\omega \sqrt{R_m^2 + (\omega m - s/\omega)^2}} \quad (2.37)$$

y siendo la fase

$$\Theta = \tan^{-1}[(\omega m - s/\omega)/R_m]. \quad (2.38)$$

Minimizando el denominador de (2.37) es posible encontrar la frecuencia de resonancia del oscilador forzado $\omega_r = (\omega_0^2 - 2\beta^2)^{1/2}$. La figura 2.6 muestra la respuesta en amplitud y fase de un oscilador con parámetros dados.

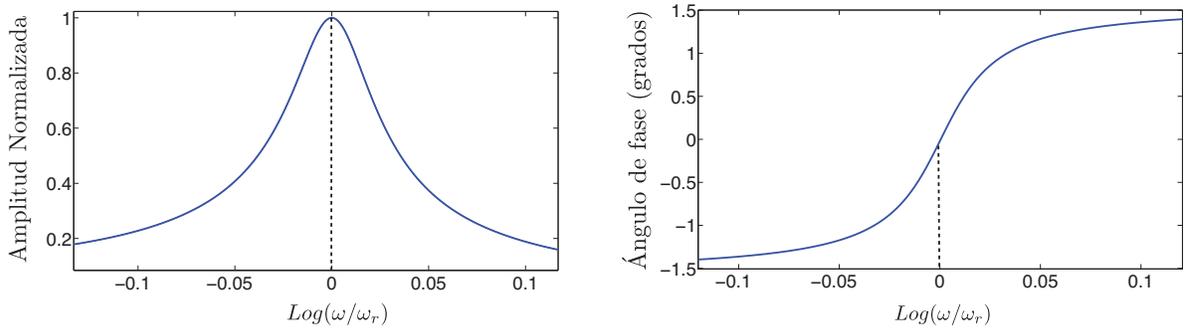


Figura 2.6: Respuesta en amplitud y fase de un oscilador forzado con parámetros $F = 0.9$ N, $s = 0.09$ N/m, $m = 0.5$ kg, $R_m = 0.009$ kg/s

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 (2.34), 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 $Q = \frac{\omega_r}{\omega_2 - \omega_1} = \frac{\omega_r}{\Delta\omega}$, donde ω_1 y ω_2 son dos frecuencias angulares ubicadas antes y después de la resonancia, respectivamente, y cuyas amplitudes correspondientes tienen un valor igual a la mitad de su valor en la resonancia. Se puede observar que mientras más estrecha es la resonancia (menor $\Delta\omega$), más precisa será la medición del máximo.

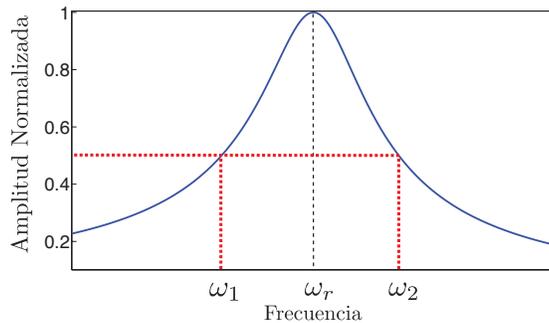


Figura 2.7: Resonancia con factor de calidad $Q = \omega_r / (\omega_2 - \omega_1)$

2.2.2. El límite continuo y la ecuación de onda

Es posible describir las *ondas* como un efecto colectivo resultante de una combinación de muchas oscilaciones armónicas. Los osciladores estudiados anteriormente pueden existir acoplados en diversos tipos de arreglos que son de ayuda para lograr una primera aproximación a los medios continuos [95]. A continuación se realiza un breve análisis del paso entre un sistema discreto conformado por un grupo de osciladores acoplados y un medio continuo, y cómo oscilaciones en el primero pueden ser descritas como una propagación de ondas elásticas en el segundo.

2.2.2.1. Ecuaciones de movimiento para una cadena lineal de osciladores acoplados

Osciladores como los descritos anteriormente pueden eventualmente estar acoplados, como se observa en la figura 2.8, lo que origina que las ecuaciones para sus desplazamientos $q_i(x_i)$ también lo estén. Por ejemplo, para el caso de la figura 2.8 (a), donde hay dos masas m conectadas a paredes fijas mediante resortes de constante elástica $k = m\omega^2$ y además se acoplan entre ellas por un resorte de constante \bar{k} , se tiene que sus ecuaciones de movimiento corresponden, con $\bar{\omega} = \sqrt{\frac{\bar{k}}{m}}$, a

$$\begin{aligned} \frac{d^2 q_1}{dt^2} + \omega^2 q_1 - \bar{\omega}^2 (q_2 - q_1) &= 0 \\ \frac{d^2 q_2}{dt^2} + \omega^2 q_2 - \bar{\omega}^2 (q_2 - q_1) &= 0 \end{aligned} \quad (2.39)$$

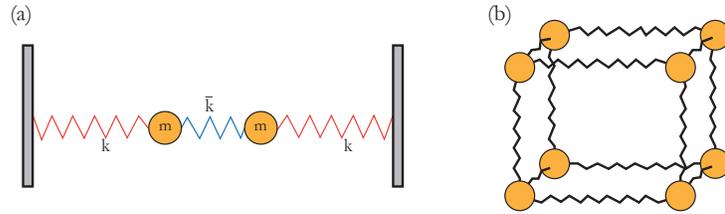


Figura 2.8: Arreglos de osciladores acoplados. (a) Sistema simple de dos masas. (b) Sistema más complejo en tres dimensiones.

Como una importante aplicación y extensión de las ideas anteriores, y para obtener una primera aproximación al fenómeno de las ondas elásticas, se considera el sistema siguiente: sean N partículas idénticas de masa m en una línea, con cada partícula ligada a sus vecinos por resortes de constante k y con una fuerza asociada dada por la ley de Hooke. Supóngase también que las partículas de los extremos se encuentran unidas a paredes rígidas, con $q_0 = 0 = q_{N+1}$. Las ecuaciones de movimiento en este caso toman la forma:

$$\frac{d^2 q_j}{dt^2} + \omega^2 (q_j - q_{j-1}) - \omega^2 (q_{j+1} - q_j) = 0 \quad j = 1, 2, 3 \dots, N. \quad (2.40)$$

2.2.2.2. Límite continuo y ecuación de onda en una dimensión

El ejemplo de la cadena de osciladores es interesante, pues es fácil de visualizar, pero además porque diversos materiales tienen algunos aspectos de su respuesta física a perturbaciones (generalmente pequeñas) que se comportan como si fueran un grupo de osciladores acoplados, al menos en una primera aproximación.

Con el fin de pasar el ejemplo de la cadena de N partículas al continuo, se etiquetan las posiciones en equilibrio de las masas como $x = jd$ (donde j hace referencia al j -ésimo oscilador). Luego la ecuación (2.40) puede reescribirse como

$$\frac{d^2q(x, t)}{dt^2} = -\omega^2 d \left[\frac{1}{d} \{q(x, t) - q(x - d, t)\} \right] + \omega^2 d \left[\frac{1}{d} \{q(x + d, t) - q(x, t)\} \right]. \quad (2.41)$$

Estudiando el lado derecho de la ecuación en el límite en que d es muy pequeño, se tienen las expresiones

$$\begin{aligned} \frac{1}{d} \{q(x, t) - q(x - d, t)\} &\approx \left(\frac{\partial q(\bar{x}, t)}{\partial \bar{x}} \right)_{\bar{x}=jd-d/2}, \\ \frac{1}{d} \{q(x + d, t) - q(x, t)\} &\approx \left(\frac{\partial q(\bar{x}, t)}{\partial \bar{x}} \right)_{\bar{x}=jd+d/2}. \end{aligned} \quad (2.42)$$

De la misma manera, la diferencia de las ecuaciones anteriores puede escribirse en términos de la segunda derivada de q con respecto a x

$$\left(\frac{\partial q(\bar{x}, t)}{\partial \bar{x}} \right)_{\bar{x}=jd+d/2} - \left(\frac{\partial q(\bar{x}, t)}{\partial \bar{x}} \right)_{\bar{x}=jd-d/2} \approx d \left(\frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial x^2} \right)_{x=jd}. \quad (2.43)$$

Se tiene entonces la ecuación de movimiento en esta aproximación:

$$\frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial t^2} = \omega^2 d^2 \frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial x^2} = \frac{kd^2}{m} \frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial x^2}. \quad (2.44)$$

La expresión anterior ya representa una ecuación de onda, pero para obtener su forma final es necesario considerar el límite $d \rightarrow 0$.

En primer lugar debe expresarse la constante de resorte k , que representa información *microscópica*, como $k = \kappa/d$. La interpretación física de la constante macroscópica κ depende de lo que estamos modelando. En general κ representa la manifestación macroscópica de las fuerzas restauradoras microscópicas. Por ejemplo, para vibraciones transversales de una cuerda, representará la tensión de ésta. Para las vibraciones longitudinales de un medio elástico (ondas de sonido en un sólido), representará el módulo de Young, que determina la rigidez del material que compone el medio. La cantidad κ es una de las dos cantidades macroscópicas que se mantienen fijas cuando se toma el límite del continuo y que definen el material. Ahora es necesario escribir la masa en términos de la densidad lineal, segunda propiedad macroscópica del material, de la forma $m = d\rho$. Luego se tiene $\omega^2 d^2 = \kappa/\rho$ y se define $\kappa/\rho = v^2$.

Se ha derivado entonces la ecuación de onda en una dimensión para un medio continuo a partir de un conjunto de osciladores:

$$\frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial t^2} = v^2 \frac{\partial^2 q(x, t)}{\partial x^2}. \quad (2.45)$$

2.2.3. Propagación de ondas acústicas en sólidos isótropos en el régimen lineal

Gracias a los desarrollos previamente expuestos de elasticidad y las nociones adquiridas de osciladores, entender la propagación de ondas acústicas en sólidos isótropos resulta simple.

Las coordenadas lagrangianas x_i , correspondientes a las ubicaciones iniciales de partículas, son típicamente usadas para describir sólidos elásticos. En la aproximación lineal, donde las representaciones Euleriana y Lagrangiana son idénticas, la ecuación de movimiento de un medio idealmente elástico corresponde, según lo visto en (2.4), a

$$\rho_0 \ddot{u}_i = F_i = \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k} \quad (i, k = 1, 2, 3). \quad (2.46)$$

Reemplazando lo obtenido en (2.22) y utilizando la relación entre constantes elásticas $k = \lambda + (2/3)\mu$, se obtiene la ecuación de onda

$$\rho_0 \ddot{u}_i = (\lambda + \mu) \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_k} + \mu \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_k^2}. \quad (2.47)$$

En representación vectorial, la ecuación (2.47) tiene la forma

$$\rho_0 \frac{\partial^2 \mathbf{u}}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \nabla(\nabla \mathbf{u}) + \mu \nabla^2 \mathbf{u}. \quad (2.48)$$

Si el vector desplazamiento es escrito como la suma de dos componentes, uno longitudinal u_l y otro transversal \mathbf{u}_t , la expresión (2.48) se separa en dos relaciones

$$\begin{aligned} \ddot{u}_l - c_l^2 \nabla^2 u_l &= 0, \\ \ddot{\mathbf{u}}_t - c_t^2 \nabla^2 \mathbf{u}_t &= 0, \end{aligned} \quad (2.49)$$

donde

$$c_l = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad c_t = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}, \quad (2.50)$$

corresponden a la velocidad de propagación de onda longitudinal y transversal, respectivamente. Tal y como se desarrolló con anterioridad en el paso del discreto al continuo en (2.45), la velocidad con que la onda se propaga en el medio depende de la razón entre las propiedades macroscópicas del medio o, de forma más específica, de un módulo que da cuenta de las fuerzas restauradoras del medio (constantes elásticas) y su densidad.

2.2.4. Fundamentos de acústica no lineal

Para obtener la ecuación de acústica no lineal para un sólido elástico, debe utilizarse la expresión (2.24) para el tensor de tipo Lagrange $\sigma_{ik} = P_{ik}$. Así, la ecuación de movimiento toma la forma

$$\rho_0 \ddot{u}_i = F_i = \frac{\partial P_{ik}}{\partial x_k} \quad (i, k = 1, 2, 3). \quad (2.51)$$

El resultado corresponde a la ecuación de onda no lineal

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} - \mu \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_k^2} - \left(k + \frac{\mu}{3}\right) \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_l \partial x_i} = F_i, \quad (2.52)$$

donde

$$\begin{aligned} F_i = & \left(\mu + \frac{A}{4}\right) \left(\frac{\partial^2 u_l}{\partial x_k^2} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} + \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_k^2} \frac{\partial u_i}{\partial x_l} + 2 \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_l \partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_k}\right) \\ & + \left(k + \frac{\mu}{3} + \frac{A}{4} + B\right) \left(\frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_l} + \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_l \partial x_k} \frac{\partial u_i}{\partial x_l}\right) \\ & - \left(k + \frac{2\mu}{3} + B\right) \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_k^2} \frac{\partial u_l}{\partial x_l} \\ & + \left(\frac{A}{4} + B\right) \left(\frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_i} + \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_i \partial x_k} \frac{\partial u_i}{\partial x_l}\right) \\ & + (B + 2C) \left(\frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_k} \frac{\partial u_l}{\partial x_l}\right). \end{aligned} \quad (2.53)$$

Los módulos de tercer orden, A , B y C dan origen a la no linealidad de primer tipo. Ésta es denominada *física* debido a que se relaciona con la no linealidad de las fuerzas intermoleculares en un medio condensado y, naturalmente, difiere para diversos medios específicos [98]. Se puede observar que los términos no lineales en F_i no se desvanecen cuando todos los módulos de tercer orden lo hacen. Lo anterior es debido a que la conexión entre el tensor de deformaciones y las componentes del desplazamiento es no lineal. Esta no linealidad de segundo grado es denominada *geométrica* y se debe a las características de deformaciones finitas en sólidos, no a las propiedades físicas del cuerpo deformable. [94]

Para el caso de una onda longitudinal propagándose en un sólido isotrópico, la ecuación de onda (2.52) se reduce a

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_l^2 \left[1 - \beta \frac{\partial u}{\partial x} \right] \frac{\partial^2 u}{\partial x^2}, \quad (2.54)$$

donde se obtiene el parámetro no lineal β para ondas longitudinales

$$\beta = -3 - (2A + 6B + 2C)\rho_0^{-1}c_l^{-2}. \quad (2.55)$$

Se tiene además que $C_{11} = \rho_0 c_l^2$ y, según la tabla 2.1, existe la relación $C_{111} = 2A + 6B + 2C$. Por lo tanto $\beta = -(3 + \frac{C_{111}}{C_{11}})$. Como regla general, el valor de β está en el rango de 3 – 10.

Hay que tener en cuenta que β depende de la estructura cristalina y simetría del material, lo que se puede ver claramente en las medidas de no linealidad acústica proporcionadas por Cantrell para varios materiales cristalinos con simetría cúbica [106].

La solución armónica temporal a (2.54), asumiendo la propagación de una onda plana, tiene la forma [62]

$$u = A_1 \sin(kx - \omega t) + \frac{\beta A_1^2 x k^2}{8} \cos(2kx - 2\omega t) + \dots \quad (2.56)$$

donde ω es la frecuencia angular de onda a frecuencia f , k es el número de onda de la onda que se propaga, A_1 es la amplitud del primer armónico. El coeficiente frente al segundo término es A_2 , la amplitud del segundo armónico. Se ha asumido, además de la propagación de una onda plana como se ha especificado, la ausencia de atenuación, difracción y dispersión. Se tiene entonces que, considerando $x = a$ una distancia constante

$$\beta = \frac{8A_2}{ak^2 A_1^2}. \quad (2.57)$$

El parámetro β se denomina parámetro de no linealidad acústica. Por lo tanto, midiendo la amplitud de onda del segundo armónico, junto con la primera amplitud armónica, se puede determinar el parámetro de no linealidad acústica β . Esta derivación se puede ampliar a tres dimensiones [96], y se ha obtenido también para ondas de Rayleigh [107, 80, 108] y explorado para ondas de Lamb [109, 110, 111].

2.2.5. Ecuación de onda no lineal en presencia de una fuente externa

El desarrollo anterior considera la propagación de una onda en una distancia lo suficientemente larga (o tren de ondas suficientemente pequeño), de manera que no existen rebotes y por lo tanto, fenómenos de resonancia involucrados. En el caso del envío de una señal continua en un medio finito, como en el caso de esta investigación, el problema es diferente. A continuación se expone el problema de la ecuación de onda no lineal, dada una fuente externa

de ondas monocromáticas propagándose en un medio finito de largo a , con condiciones de borde libre, cuya solución fue desarrollada por F. Lund.

Sea la ecuación de onda

$$\rho \ddot{u} - (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = S' + \frac{1}{2} [3(\lambda + 2\mu) + 2(l + 2m)] \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2, \quad (2.58)$$

en el intervalo $0 < x < a$, siendo los coeficientes de Lamé λ y μ , y las constantes elásticas de tercer orden l y m (ver Tabla 2.1), con una fuente monocromática situada en el origen ($x = 0$) y condiciones de tensión de borde libre al otro extremo ($x = a$). La solución es encontrada a través de aproximaciones sucesivas: la fuente externa S' genera ondas lineales, y ellas a su vez son consideradas como fuentes para los términos no-lineales:

$$\begin{aligned} \frac{1}{c_L^2} \ddot{u}^{(1)} - \frac{\partial^2 u^{(1)}}{\partial x^2} &= -S(x, t), \\ \frac{1}{c_L^2} \ddot{u}^{(2)} - \frac{\partial^2 u^{(2)}}{\partial x^2} &= \beta \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial u^{(1)}}{\partial x} \right)^2, \end{aligned} \quad (2.59)$$

donde $S \equiv -S'/(\lambda + 2\mu)$ y $\beta \equiv [3(\lambda + 2\mu) + 2(l + 2m)]/2(\lambda + 2\mu)$. Yendo al dominio de frecuencias, utilizando la definición de la transformada de Fourier

$$f(t) \equiv \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{d\omega}{2\pi} f(\omega) e^{-i\omega t} \quad (2.60)$$

se obtienen las expresiones

$$\begin{aligned} u(x, t) &\equiv \tilde{u}(x, \omega) \equiv \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{d\omega}{2\pi} u(x, \omega) e^{-i\omega t} \\ S'(x, t) &\equiv \tilde{S}(x, \omega) \equiv \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{d\omega}{2\pi} S'(x, \omega) e^{-i\omega t}. \end{aligned} \quad (2.61)$$

Reemplazando (2.61) en (2.59) se obtiene

$$\begin{aligned} \frac{d^2 \tilde{u}^{(1)}(x, \omega)}{dx^2} + k^2 \tilde{u}^{(1)}(x, \omega) &= \tilde{S}(x, \omega) \\ \frac{d^2 \tilde{u}^{(2)}(x, \omega)}{dx^2} + k^2 \tilde{u}^{(2)}(x, \omega) &= -\beta \frac{\partial}{\partial x} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{d\omega'}{2\pi} \frac{\partial \tilde{u}^{(1)}(x, \omega')}{\partial x} \frac{\partial \tilde{u}^{(1)}(x, \omega - \omega')}{\partial x} \end{aligned} \quad (2.62)$$

donde se ha utilizado que $k = \omega/c_L$ y que $f(x, \omega) e^{-i\omega' t} = f(x, \omega - \omega')$. Estas ecuaciones son resueltas usando una función de Green $\tilde{G}(x, x'; \omega)$, que es solución de

$$\frac{d^2 \tilde{G}(x, x'; \omega)}{dx^2} + k^2 \tilde{G}(x, x'; \omega) = \delta(x - x'), \quad (2.63)$$

y que satisface las condiciones de borde libre

$$\left. \frac{d\tilde{G}(x, x'; \omega)}{dx} \right|_{x=0, a} = 0. \quad (2.64)$$

De las expresiones anteriores se desprende que

$$\frac{d^2 \tilde{G}(x, x'; \omega)}{dx^2} + k^2 \tilde{G}(x, x'; \omega) = 0, \quad x \neq x' \quad (2.65)$$

y

$$\left. \frac{\partial \tilde{G}(x, x'; \omega)}{\partial x} \right|_{x=x'+\epsilon} - \left. \frac{\partial \tilde{G}(x, x'; \omega)}{\partial x} \right|_{x=x'-\epsilon} = 1. \quad (2.66)$$

La última ecuación quiere decir que la función de Green es continua, pero tiene una derivada discontinua en $x = x'$. Existen dos soluciones independientes para (2.63): $\cos(kx)$ y $\cos(k(x - a))$ que satisfacen de manera separada las condiciones de borde. A partir de lo anterior se obtiene

$$\tilde{G}(x, x'; \omega) = \begin{cases} \tilde{G}_+ \equiv \frac{\cos(kx') \cos(k(x-a))}{k \sin(ka)} & x > x' \\ \tilde{G}_- \equiv \frac{\cos(kx) \cos(k(x'-a))}{k \sin(ka)} & x < x' \end{cases}. \quad (2.67)$$

La utilidad de la función de Green se basa en que si

$$\frac{d^2 f(x)}{dx^2} + k^2 f(x) = g(x) \quad (2.68)$$

entonces

$$f(x) = \int_0^a dx' G(x, x') g(x'). \quad (2.69)$$

Considérese ahora una fuente de ondas monocromáticas en el origen

$$S(x, t) = S_0 \delta(x) \sin(\omega_0 t), \quad (2.70)$$

que quiere decir que

$$\tilde{S}(x, \omega) = \frac{S_0}{2i} \delta(x) [\delta(\omega + \omega_0) - \delta(\omega - \omega_0)]. \quad (2.71)$$

Reemplazando $\tilde{S}(x, \omega)$ en (2.62), utilizando (2.69) con $G(x, x')$ definida en (2.67) se obtienen $\tilde{u}^{(1)}(x, \omega)$ y $u^{(1)}(x, t)$

$$\begin{aligned} \tilde{u}^{(1)}(x, \omega) &= \frac{\cos(k(x-a))}{k \sin(ka)} \frac{S_0}{2i} [\delta(\omega + \omega_0) + \delta(\omega - \omega_0)] \\ u^{(1)}(x, t) &= \frac{\cos(k_0(x-a))}{2\pi k_0 \sin(k_0 a)} S_0 \sin(\omega_0 t) \end{aligned}. \quad (2.72)$$

Finalmente, la respuesta lineal en el extremo $x = a$ del medio de propagación corresponde a

$$u^{(1)}(a, t) = \frac{S_0}{2\pi k_0 \sin(k_0 a)} \sin(\omega_0 t) \quad (2.73)$$

Se puede observar que (2.73) diverge cuando $k_0a = \omega_0a/c_L = n\pi$ con $n = 1, 2, 3, \dots$. Lo anterior es esperable, pues significa que el material está siendo excitado a sus frecuencias de resonancia. Operando de forma similar con $\tilde{u}^{(2)}(x, \omega)$ y $u^{(2)}(x, t)$ se obtiene

$$\begin{aligned}\tilde{u}^{(2)}(a, \omega) &= \frac{-\beta S_0^2 a}{16\pi \sin^2(k_0a)} [\delta(\omega + 2\omega_0) + \delta(\omega - 2\omega_0)] \\ u^{(2)}(a, t) &= \frac{-\beta S_0^2 a}{16\pi^2 \sin^2(k_0a)} \cos(2\omega_0t)\end{aligned}\quad (2.74)$$

Si se define

$$\begin{aligned}u^{(1)}(a, t) &= A^{(1)} \sin(\omega_0t) \\ u^{(2)}(a, t) &= A^{(2)} \cos(2\omega_0t),\end{aligned}\quad (2.75)$$

y se utilizan los resultados (2.73) y (2.74), se obtiene la expresión

$$\frac{|A^{(2)}|}{|A^{(1)}|^2} = \frac{1}{4\pi} \beta a k_0^2. \quad (2.76)$$

De la expresión anterior se desprende que aunque las amplitudes $A^{(1)}$ y $A^{(2)}$ divergen cuando $k_0a = n\pi$ con $n = 1, 2, 3, \dots$, el cociente (2.76) se mantiene finito. Por último, la expresión para β utilizada en esta investigación corresponde a

$$\beta = \frac{4\pi}{ak_0^2} \frac{|A^{(2)}|}{|A^{(1)}|^2}, \quad (2.77)$$

que difiere ligeramente de 2.57.

Para efectos experimentales, es más común encontrar β en una versión modificada β' correspondiente a

$$\beta' = \frac{4\pi}{ak_0^2} \frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2}, \quad (2.78)$$

con A_ω y $A_{2\omega}$ medidos en unidades de voltaje. Luego, las unidades de β' son m/V [84, 62]. Esto se debe a que la calibración de los transductores, para la consecuente derivación de los desplazamientos de sus caras, es compleja a ciertos niveles de excitación considerados bajos. En general la ecuación (2.78) es la expresión utilizada a lo largo de la tesis, a menos que se especifique lo contrario.

Capítulo 3

Comparación entre parámetros acústicos lineales y no lineales en la caracterización de densidad de dislocaciones

Björk - Post (1995)

Prissa - Ni tú ni yo EP (2003)

Lætitia Sadier - Something Shines (2014)

Como se ha mencionado con anterioridad, diferentes métodos ultrasónicos son ampliamente utilizados con el fin de caracterizar materiales. Particularmente, la determinación de la presencia de dislocaciones en metales es un objetivo interesante, dado el importante rol que cumplen en sus mecanismos de plasticidad. Experimentalmente, es sabido que los parámetros acústicos no lineales resultan más sensibles a la presencia de defectos que aquellos lineales. En este capítulo, el objetivo es comparar la sensibilidad de tres técnicas acústicas a los cambios en densidad de dislocaciones en grupos de muestras de aluminio y cobre policristalinos puros, que han sufrido previamente tratamientos termomecánicos con el fin de diferenciar sus densidades de dislocaciones. Un método lineal y dos métodos no lineales son aplicados. Además, los resultados arrojados por métodos acústicos son comparados con aquellos obtenidos a partir de la técnica de Difracción de rayos-x.

En el desarrollo de este capítulo se detallan en primer lugar las características físicas de las muestras a estudiar y los tratamientos a los que son sometidas, para luego pasar a los métodos de caracterización utilizados y sus resultados. Dos de los métodos acústicos aplicados corresponden a RUS y NRUS (ver 1.2.2). Los datos estudiados fueron adquiridos con anterioridad a esta investigación [3], mientras que los análisis corresponden a trabajo actual. No se entra en mayores detalles sobre los métodos experimentales o técnicas de análisis realizadas, ya que éstos son abordados en trabajos anteriores [3, 1]. La primera técnica, tal y como se ha señalado en el capítulo 1, permite la obtención de la velocidad de propagación de onda

de un material (parámetro lineal) a través de una determinación completa de su matriz de constantes elásticas. La segunda da cuenta de un parámetro acústico no lineal, denominado α' , relacionado con el corrimiento de una frecuencia de resonancia particular al excitarse el material con esfuerzos que sobrepasan su límite de respuesta acústica lineal. Luego se exponen los métodos experimentales (en los casos de SHG y XRD) para la obtención de datos, procedimiento de análisis propuesto y resultados de la aplicación de cada método. Finalmente se comparan los resultados obtenidos mediante las diferentes técnicas y se plantean las conclusiones más importantes.

3.1. Muestras a estudiar

Se analizan muestras de cobre y aluminio policristalinos (99.95 at % y 99.999 at % de pureza, respectivamente) [3]. La elección se lleva a cabo principalmente por tratarse de materiales poco disipativos acústicamente y mecánicamente manejables. Además, poseen características idóneas para su estudio con técnicas no destructivas como RUS, NRUS, y para la preparación de muestras para ser analizadas bajo XRD. En ambos materiales se procede de igual manera para el corte y preparación de muestras: se toman cuatro piezas de la misma barra original. Todas son laminadas en frío a igual porcentaje (al 82.8 % las de aluminio y 88.3 % las de cobre) y luego tres de ellas son recocidas a temperaturas aproximadas al 70 % de sus puntos de fusión por 15, 30 y 60 minutos. La aplicación de estos tratamientos se basa en el conocimiento de que los procesos de recocido ayudan a disminuir la densidad de dislocaciones, mientras que los laminados la aumentan [2]. Finalmente, de cada una de las cuatro piezas se extraen tres muestras para ser analizadas con los diferentes métodos, como se ejemplifica en la figura 3.1, una para los ensayos acústicos y dos para XRD.

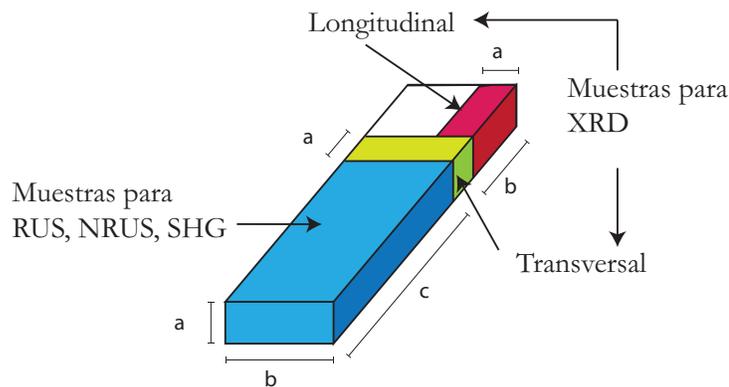


Figura 3.1: Ejemplo de cortes de muestras de la misma barra original para la aplicación de métodos acústicos y XRD.

Para los métodos acústicos, la geometría de las piezas (paralelepípedos con sus tres dimensiones a , b y c diferentes) se escoge en función de la aplicación de RUS [1]. En el caso de las

muestras para XRD, las dimensiones están condicionadas por los portamuestras del equipo utilizado. En las tablas 3.1 y 3.2 se exponen las características físicas de cada muestra y los tratamientos aplicados sobre ellas para los grupos de aluminio y cobre, respectivamente.

Características físicas				
Parámetro	Al Lam	Al Lam-R15	Al Lam-R30	Al Lam-R60
Dimensión a (cm)	0.501 ± 0.001	0.503 ± 0.001	0.499 ± 0.001	0.497 ± 0.001
Dimensión b (cm)	1.702 ± 0.001	1.704 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.709 ± 0.001
Dimensión c (cm)	5.002 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.008 ± 0.001
Masa (gr)	11.3885 ± 10^{-4}	11.4130 ± 10^{-4}	11.3545 ± 10^{-4}	11.3364 ± 10^{-4}
ρ (gr/cm ³)	2.670 ± 0.006	2.661 ± 0.006	2.672 ± 0.006	2.665 ± 0.006
Tratamientos				
Laminado	82.8 %	82.8 %	82.8 %	82.8 %
Recocido	Sin	450°C×15 min	450°C×30 min	450°C×60 min

Tabla 3.1: Características de las muestras del grupo de aluminio: dimensiones, masa, densidad y tratamientos para las cuatro muestras. Las columnas son ordenadas para una disminución de la densidad de dislocaciones esperada.

Características físicas				
Parámetro	Cu Lam	Cu Lam-R15	Cu Lam-R30	Cu Lam-R60
Dimensión a (cm)	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.392 ± 0.001
Dimensión b (cm)	1.700 ± 0.001	1.700 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.701 ± 0.001
Dimensión c (cm)	5.006 ± 0.001	4.999 ± 0.001	5.000 ± 0.001	4.999 ± 0.001
Masa (gr)	30.3117 ± 10^{-4}	30.2705 ± 10^{-4}	30.3756 ± 10^{-4}	29.6580 ± 10^{-4}
ρ (gr/cm ³)	8.882 ± 0.023	8.883 ± 0.023	8.901 ± 0.023	8.898 ± 0.023
Tratamientos				
Laminado	88.3 %	88.3 %	88.3 %	88.3 %
Recocido	Sin	850°C×15 min	850°C×30 min	850°C×60 min

Tabla 3.2: Características de las muestras del grupo de cobre: dimensiones, masa, densidad y tratamientos para las cuatro piezas. Las columnas son ordenadas para una disminución de la densidad de dislocaciones esperada.

3.2. Análisis de datos y resultados de RUS y NRUS

Las mediciones previas utilizando RUS fueron realizadas con el montaje esquematizado en el Capítulo 1, figura 1.13 para frecuencias menores a 102.4 kHz. Sobre dicha frecuencia, el analizador de espectros fue reemplazado por una tarjeta de adquisición de datos marca National Instruments, modelo PCI-6251, con una velocidad de muestreo de 1.25 MS/s y un voltaje máximo de entrada de 10 Vpp. La adquisición de datos estuvo a cargo de D. Feliú,

mientras que el análisis de datos se realiza en el marco de esta investigación, siguiendo la metodología expuesta por M. T. Cerda [1]. Para el grupo de aluminio, las frecuencias de resonancia se encuentran entre 26 kHz y 175 kHz, con un promedio de modos identificados de 26. En el caso del cobre, el rango de frecuencias es 19 kHz a 127 kHz, con un promedio de modos identificados de 21. En ambos casos, el número de modos está dentro del rango recomendado para el análisis de muestras con simetría isótropa [112]. Como la base de una buena aproximación de las constantes elásticas consiste en una correcta asociación entre las frecuencias experimentales y las calculadas por el programa desarrollado para la aplicación de RUS [29, 112, 1], el criterio para realizar dicha asociación es admitir sólo resultados en que la diferencia porcentual entre ambos valores es menor al 1 %.

Si bien la técnica RUS entrega resultados de las constantes elásticas C_{11} y C_{44} para materiales con simetría isótropa, dadas las características del método y el rango de frecuencias analizado, son los parámetros C_{44} , y por lo tanto la velocidad transversal de propagación de onda (v_t), los que son obtenidos con mayor precisión, ya que en los modos a bajas frecuencias la dependencia de C_{11} es menor [112]. Dado lo anterior, son los resultados de v_t los expuestos y analizados en el presente trabajo. Por último, utilizando la ecuación (1.7) se obtiene

$$\frac{\Delta v_t}{v_t} \approx -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(nL^3) \equiv -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(\Lambda_{RUS} L^2), \quad (3.1)$$

donde $\Delta v_t/v_t$ es el cambio relativo de velocidad de onda transversal entre dos muestras de material que difieren en su densidad de dislocaciones $\Lambda_{RUS} = nL$, y n es el número de segmentos de dislocaciones de largo L por unidad de volumen. Considerando L constante, (3.1) es posible extraer la densidad de dislocaciones relativa $\Delta\Lambda_{RUS}$ entre dos muestras de material.

En el caso de NRUS, resultados preliminares fueron expuestos en [3] y analizados nuevamente en el contexto de esta investigación, siguiendo el procedimiento ahí detallado. La diferencia entre ambos análisis, se basa en que los valores del parámetro no lineal anteriores fueron obtenidos como la pendiente de la curva $\Delta f_i/f_{i0} = \alpha\Delta\epsilon = \alpha'V_i$, donde Δf_i es la diferencia entre la frecuencia de resonancia no lineal f_{NLi} y la frecuencia de resonancia lineal f_{Li} (medida justo antes de cada incremento de voltaje), $\Delta\epsilon$ es la amplitud de deformación promedio y V_i es el voltaje enviado. En el presente trabajo, el parámetro no lineal se obtiene respecto al voltaje recibido V_{rec} por el sensor de presión que mide la respuesta del material, el que es proporcional a $\Delta\epsilon$ de la forma $V_{rec} = \gamma\Delta\epsilon$. Usando esto, el parámetro que se mide proviene de $\alpha\Delta\epsilon = \alpha\gamma V_{rec} = \alpha'V_{rec}$ [53].

3.2.1. Resultados RUS y NRUS

Los resultados obtenidos utilizando RUS y NRUS son expuestos en las tablas 3.3 y 3.4. En el gráfico de la figura 3.2 se muestra una comparación entre los parámetros α' y v_t obteni-

dos en cada grupo de muestras. Los parámetros acústicos de ambos métodos muestran un comportamiento en particular: α' y v_t son claramente diferenciables entre los sub grupos de muestras recocidas y las puramente laminadas (con mayor densidad de dislocaciones esperada). Por otra parte, asumiendo valores razonables de L para ambos grupos ($L = 150$ nm para aluminio y $L = 230$ nm para cobre) se obtienen los resultados de $\Delta\Lambda_{RUS}$ expuestos en la tabla 3.5 al comparar las muestras recocidas con las puramente laminadas. Se observa que la mayor diferenciación se tiene al comparar con la muestra recocida por 15 minutos para ambos grupos.

Parámetro	Al Lam	Al Lam-R15	Al Lam-R30	Al Lam-R60
v_t (m/s)	3065 ± 4	3146 ± 4	3130 ± 7	3116 ± 4
$\alpha'/10^{-4}$ (V^{-1})	-28 ± 5	-63 ± 5	-44 ± 7	-39 ± 8

Tabla 3.3: Medidas del parámetro lineal V_t obtenido mediante RUS y el parámetro no lineal α' medido utilizando NRUS para el grupo de aluminio. Columnas son ordenadas para una disminución de la densidad de dislocaciones esperada.

Parámetro	Cu Lam	Cu Lam-R15	Cu Lam-R30	Cu Lam-R60
v_t (m/s)	2229 ± 4	2326 ± 3	2304 ± 4	2294 ± 6
$\alpha'/10^{-4}$ (V^{-1})	-40 ± 10	-176 ± 18	-244 ± 31	-168 ± 21

Tabla 3.4: Medidas del parámetro lineal V_t obtenido mediante RUS y el parámetro no lineal α' medido utilizando NRUS para el grupo de cobre. Columnas son ordenadas para una disminución de la densidad de dislocaciones esperada.

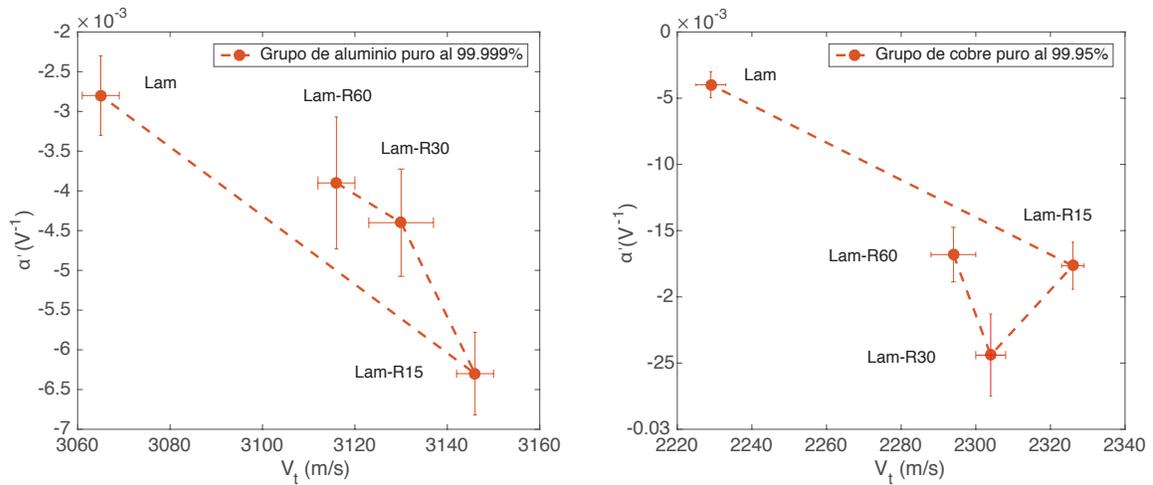


Figura 3.2: Comparación de parámetros acústicos lineal v_t y no lineal α' obtenidos para los grupos de muestras de aluminio y cobre utilizando RUS y NRUS, respectivamente.

	Aluminio	Cobre
	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{\times 10^7}$ (mm ⁻²)	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{\times 10^7}$ (mm ⁻²)
Lam-R60 - Lam	4.47 ± 0.70	3.31 ± 0.51
Lam-R30 - Lam	5.68 ± 0.96	3.81 ± 0.41
Lam-R15 - Lam	7.07 ± 0.69	4.90 ± 0.35

Tabla 3.5: Medidas de la densidad de dislocaciones relativa $\Delta\Lambda_{RUS}$ entre muestras de cobre y aluminio. Las muestras recocidas son comparadas con las puramente laminadas.

3.3. Metodología experimental para la generación del segundo armónico

A continuación se detalla la metodología experimental para la aplicación de SHG sobre los conjuntos de muestras anteriormente nombrados. En general, la implementación de esta técnica es mucho menos compleja que RUS y NRUS. El método es el siguiente: una onda sinusoidal continua de frecuencia $f = 3$ MHz es transmitida dentro del material. La onda se propaga a través de la distancia b de las muestras de ambos grupos, y la respuesta del material resultante es analizada. Dos transductores de iguales características son utilizados y montados a cada lado de la muestra para el envío y recepción de la señal (Panametrics V110, resonantes a 5 MHz, con diámetro del elemento activo de 8.9 mm). El transductor receptor es el utilizado para medir la amplitud de la señal fundamental y el segundo armónico, resultante de la interacción de la onda con las no linealidades del material. El acoplamiento se realiza por medio de un gel ultrasónico. El protocolo de generación y adquisición de la señal es el siguiente: un generador de funciones Agilent 33250A es utilizado para la generación de la señal continua. Dicha señal es amplificada por un amplificador NF-HSA4011, excitando el transductor emisor. El emisor genera la onda que viaja a través de la muestra y el receptor capta la respuesta del material, que es medida por un osciloscopio Tektronix TDS2012b. El osciloscopio es configurado en modo matemático, mostrando la transformada de Fourier de la señal recibida. La transformada es enviada y adquirida por el computador, gracias un programa desarrollado en LabView. Tal programa itera el proceso, aumentando en cada paso la amplitud de la onda generada.

La figura 3.3 esquematiza el montaje experimental utilizado. Para garantizar una correcta caracterización, es importante que el acoplamiento entre los transductores y las muestras permanezca fijo. De igual manera, la fuerza aplicada para mantenerlos en contacto debe ser constante durante una medida y también al realizar reposicionamientos. Por lo anterior, un simple sistema ha sido diseñado, que consta de dos piezas de acrílico que mantienen los transductores fijos en una posición, y un par de pernos y resortes que posibilitan el ajuste. Un esquema del diseño se observa en la figura 3.4.

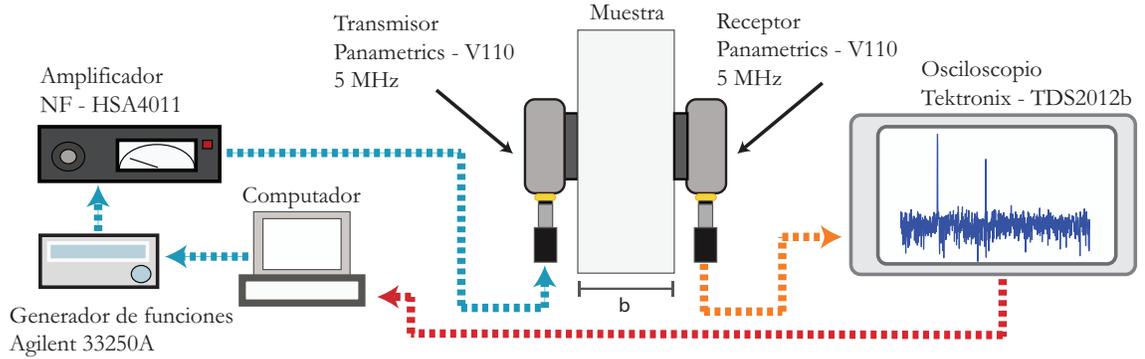


Figura 3.3: Montaje experimental para la aplicación de SHG en las muestras de cobre y aluminio detalladas en las tablas 3.1 y 3.2. El método de obtención del parámetro no lineal β' es el siguiente: una señal sinusoidal continua, de frecuencia $f = 3$ MHz es generada por el generador de funciones. La señal es amplificada y enviada al transductor emisor, que se encarga de transmitirla al material. La onda viaja a través de la muestra por su espesor b e interactúa con los defectos del material. La onda resultante de tal proceso es recibida por el transductor receptor y capturada por un osciloscopio. La señal es procesada por el osciloscopio, mostrando su transformada de Fourier en que ambos armónicos son exhibidos. Los datos son enviados al computador, donde se guardan gracias a un programa diseñado en LabView. El computador itera el proceso enviándole al generador de funciones la orden de que aumente la amplitud de la señal en el siguiente paso.

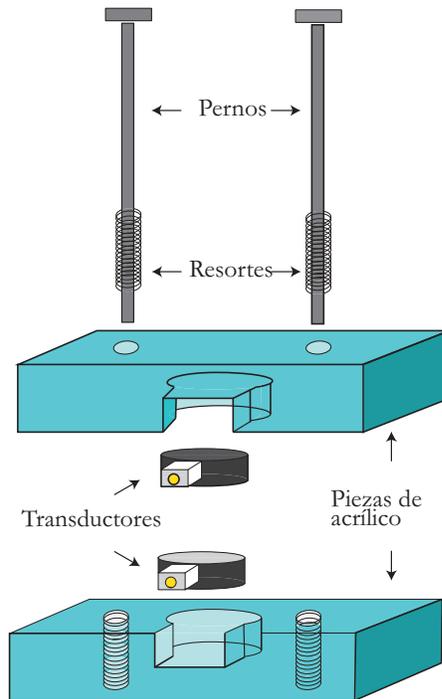


Figura 3.4: Sistema de acoplamiento para transductores.

3.4. Adquisición, análisis de datos y resultados de SHG

En esta sección, son expuestos los detalles de la adquisición y análisis de datos del método SHG. Como se indica anteriormente, la señal captada por el transductor receptor es la que contiene toda la información necesaria para la obtención del parámetro β' , determinado por la ecuación (2.78)

$$\beta' = \frac{4\pi}{xk_0^2} \frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2}, \quad (3.2)$$

en unidades de m/V. En esta parte de la investigación se utiliza una variación de dicha ecuación, en que el prefactor $4\pi/(xk_0^2)$ es ignorado, obteniéndose:

$$\beta' = \frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2}. \quad (3.3)$$

con unidades de V^{-1} . Se debe hacer el siguiente comentario sobre la eliminación del prefactor en la expresión (3.3): éste incluye tanto la distancia de propagación de la onda elástica x , como el número de onda k_0 , asociado a su vez al cambio en velocidad de propagación de onda. En este experimento en particular, el valor de x se puede considerar constante entre las diferentes muestras de un mismo grupo. De igual forma, la velocidad de propagación de onda longitudinal v_l se considera constante, debido a los pequeños cambios esperados en contraposición a las variaciones de los términos lineales (menores al 5%). El objetivo de eliminar dicho factor es verificar si es posible tener una visualización del cambio en densidad de dislocaciones de un material mediante la técnica SHG, y sin necesidad de la aplicación de un segundo método.

En la figura 3.5 se muestra una adquisición completa para una muestra de aluminio, con 17 incrementos de voltaje entre 8 V y 12 V. El osciloscopio utilizado arroja la FFT con amplitud en unidades de dBV_{RMS} . Esto quiere decir que

$$1dBV_{RMS} = 20 \log_{10} \left(\frac{V_m}{1V_{RMS}} \right), \quad (3.4)$$

donde V_m es el voltaje asociado a la medición. Luego el voltaje medido V_m corresponde a

$$V_m = 1V_{RMS} \times 10^{\frac{x dBV_{RMS}}{20}}. \quad (3.5)$$

Se ha decidido utilizar los datos puros, sin realizar ajustes a los picos de los armónicos para la obtención de sus amplitudes. La razón es que no existe un cambio significativo en los valores de β' adquiridos, ni tampoco una disminución del error asociado. En cambio, el procesamiento de datos se vuelve más lento. El parámetro β' se obtiene extrayendo la pendiente de la recta formada entre los valores de A_ω^2 y $A_{2\omega}$, como se ejemplifica en la figura 3.6. Para el ajuste lineal se fija el intercepto en cero. El valor final del parámetro medido se obtiene mediante

la repetición del experimento (reposicionamiento de los transductores en el mismo punto de la muestra). El promedio de las repeticiones corresponde al valor de β' final y su desviación estándar, al error asociado.

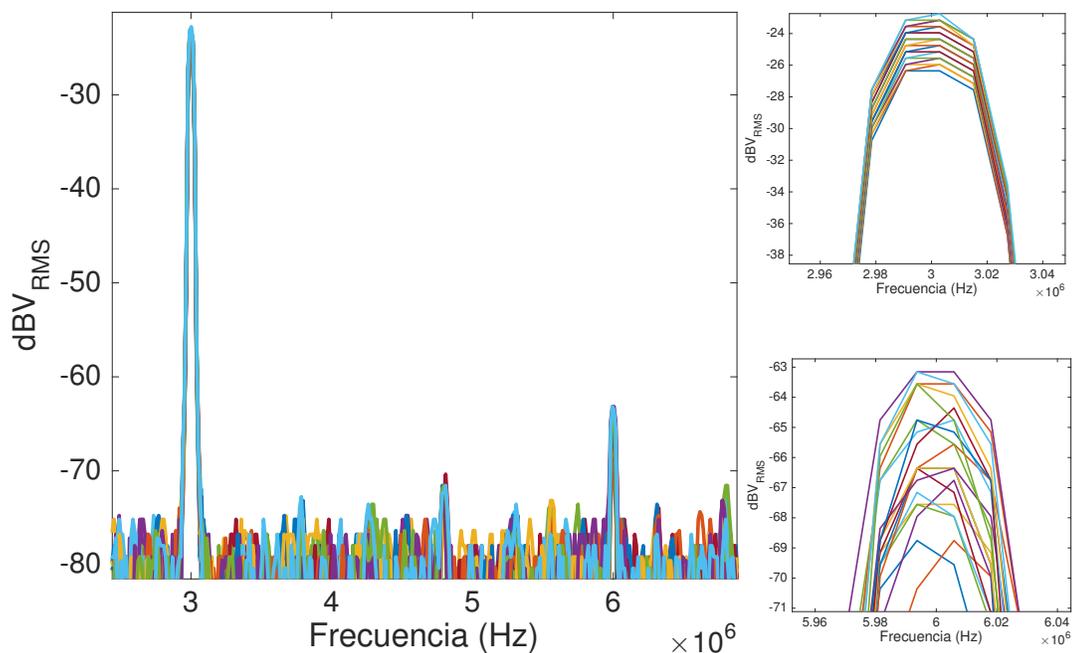


Figura 3.5: Ejemplo de adquisición de FFT a la señal recibida, para 17 incrementos de voltaje.

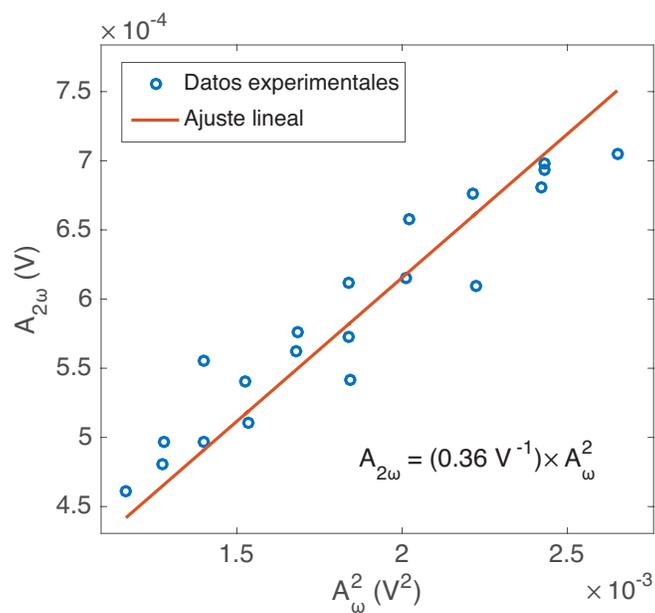


Figura 3.6: Ejemplo de obtención de β' para la muestra Cu Lam-R30. El parámetro es calculado como la pendiente de la curva, fijando el intercepto en cero.

3.4.1. Resultados SHG

Los resultados obtenidos tras la aplicación del método SHG son los expuestos en la tabla 3.6. Al igual que con RUS y NRUS, es posible observar una distinción entre los sub grupos de muestras recocidas y aquellas puramente laminadas.

Tratamiento	Aluminio	Cobre
	β' (V^{-1})	
Lam-R60	0.42 ± 0.02	0.90 ± 0.10
Lam-R30	0.39 ± 0.02	0.35 ± 0.01
Lam-R15	0.39 ± 0.02	0.42 ± 0.01
Lam	0.49 ± 0.01	1.11 ± 0.03

Tabla 3.6: Parámetro no lineal β' obtenido para las muestras de aluminio y cobre. El error asociado corresponde a la desviación estándar obtenida tras la repetición del experimento.

3.5. Análisis de datos y resultados de XRD

Los patrones de difracción fueron obtenidos por Claudio Aguilar en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, de la Universidad Técnica Federico Santa María. El equipamiento usado es exactamente el mismo reportado en [18] y consiste básicamente en un difractómetro de polvos multipropósito STOE STADI MP, equipado con un detector DECTRIS MYTHEN 1K y se utiliza radiación pura Cu $K\alpha_1$ ($\lambda_{XRD} = 1.54056 \text{ \AA}$). Los parámetros microestructurales (parámetro de red a y microdeformación $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) son obtenidos aplicando el refinamiento de Rietveld a los patrones de polvo, usando el programa *Materials Analysis Using Diffraction* (MAUD). Una extensa literatura sobre el uso de MAUD es encontrada en la página de internet del programa, así como referencias de su aplicación [113]. Como se menciona en la sección 1.2.3, una de las dificultades que aparecen al trabajar con policristales, es la gran cantidad de parámetros que se generan de la aparición de diversas fases de un elemento presentes en el material. Esto hace del refinamiento un proceso que debe ser realizado con cuidado, dejando libres los parámetros a refinar en un orden determinado y revisando, tras cada iteración, que los resultados ajustados por el programa estén dentro de los rangos esperados. El protocolo de refinamiento seguido en esta tesis sigue la secuencia de refinamiento propuesta en [90], que se basa en la estabilidad del refinamiento con respecto a variaciones en ciertos parámetros relevantes, como los factores de escala, fondo, parámetros de red, textura, entre otros. Si bien seguir al pie de la letra la secuencia no garantiza un refinamiento exitoso, sumada a un entrenamiento exhaustivo, ayuda a la obtención de valores que pueden ser considerados correctos, si se toman en cuenta los denominados valores-R o de calidad, R_{wp} y R_{exp} [18]. Estos valores están relacionados con la bondad del ajuste respecto

al patrón estudiado, definida como $\chi^2 = R_{wp}/R_{exp}$. Un refinamiento es considerado excelente cuando $1 < \chi^2 < 2$.

Una vez hechos los refinamientos, adquirir la densidad de dislocaciones es relativamente fácil. Ésta es definida como

$$\Lambda_{XRD} = \frac{24\pi E \langle \epsilon^2 \rangle}{GF a^2}, \quad (3.6)$$

donde E es el módulo de Young y G corresponde al módulo de cizalle. Los valores de E y G usados para aluminio son 74.4 ± 1.9 GPa y 28.1 ± 0.8 GPa, respectivamente. Estos valores son calculados como un promedio de aquellos reportados en [36, 114, 115]. Para el cobre, los E y G usados son 124.5 ± 0.7 GPa y 45.4 ± 1.2 GPa, respectivamente, obtenidos de [116]. F corresponde al factor de energía de deformación, relacionado con la generación de dislocaciones y parámetros de red propios del material. El valor usado en materiales *FCC* es $F \approx 5$.

3.5.1. Resultados XRD

A partir del refinamiento realizado a los patrones de difracción, características importantes de los materiales son observadas. Un primer resultado de los refinamientos es el referente a las fases encontradas en cada muestra. Al hablar de fases, se hace referencia a pequeñas variaciones en los parámetros de red originadas por mecanismos de tracción y compresión. Si diferentes fases están presentes en cada muestra, cada una tiene su propio tamaño de cristalito D , parámetro de red a y microdeformación $\langle \epsilon^2 \rangle$. La forma de adquirir un valor promedio a partir de ellos es realizando un promedio ponderado por el volumen de fase de cada fase encontrada, parámetro también otorgado por MAUD. Una vez obtenidos los parámetros promediados, a y $\langle \epsilon^2 \rangle$ son reemplazados en la ecuación (3.6), dando como resultado la densidad de dislocaciones Λ_{XRD} .

En la figura 3.7 se muestra un espectro obtenido para cada grupo. Tanto para aluminio como para cobre, cinco picos son detectados. En ambos casos, diferentes fases fueron encontradas en las muestras. En la figura 3.8 se muestran las contribuciones de diferentes fases de aluminio en la muestra Al Lam-R60, en el pico correspondiente a la dirección cristalográfica (200) ($2\theta = 44.81^\circ$). Finalmente, en la tabla 3.7 se exhiben los resultados obtenidos del tamaño de cristalito D y densidad de dislocaciones Λ_{XRD} para cada muestra. Los errores asociados corresponden a los arrojados por el refinamiento de Rietveld y el error estadístico proveniente de la repetición del experimento. En el caso del aluminio, Λ_{XRD} disminuye con los tratamientos de recocido, sin embargo los errores son tan grandes que no es posible concluir una tendencia clara. En el caso del cobre, los valores de densidad de dislocaciones son menores para el sub conjunto de muestras recocidas que para la muestra puramente laminada, pero nuevamente los grandes errores dificultan la conclusión de una tendencia. Los tamaños de

crystalito aumentan notoriamente en el sub grupo de aluminio recocido a medida que aumenta el tiempo de recocido, manteniéndose prácticamente constantes para el grupo de cobre, en torno a $D = 170$ nm.

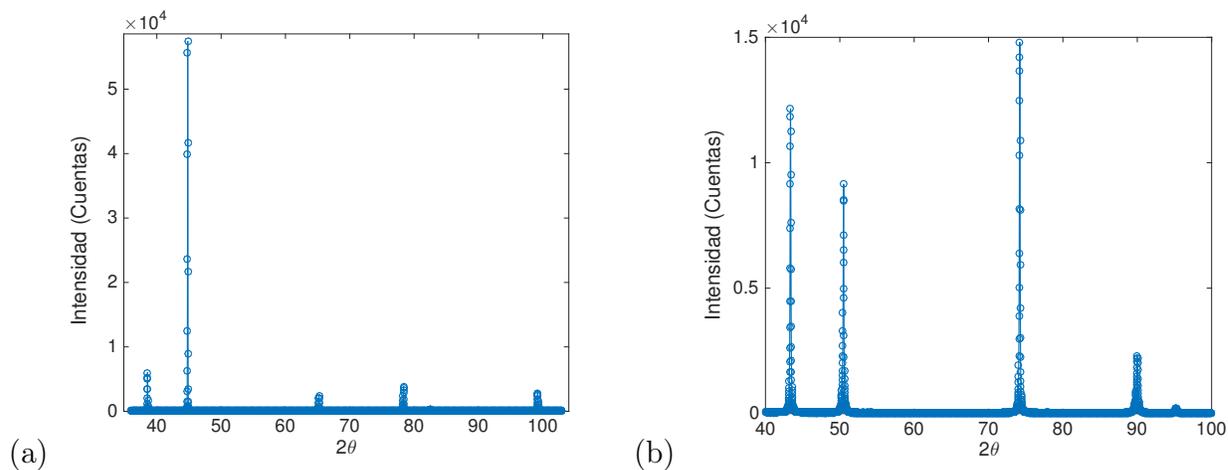


Figura 3.7: Espectros obtenidos utilizando XRD. (a) Muestra de aluminio Al Lam-R60. Cinco picos son detectados, correspondientes a diferentes direcciones de difracción cristalográfica: (111) ($2\theta = 38.55^\circ$), (200) ($2\theta = 44.81^\circ$), (202) ($2\theta = 65.21^\circ$), (311) ($2\theta = 78.35^\circ$) y (400) ($2\theta = 99.22^\circ$). (b) Muestra de cobre Cu Lam-R15. Se detectan cinco picos de difracción: (111) ($2\theta = 43.37^\circ$), (200) $2\theta = 50.51^\circ$, (202) $2\theta = 74.2^\circ$, (311) ($2\theta = 90.01^\circ$) y (222) ($2\theta = 95.23^\circ$).

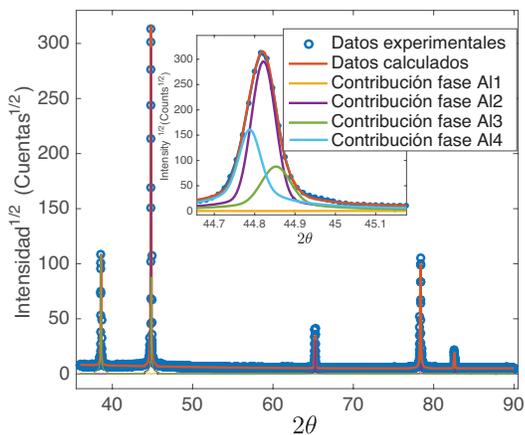


Figura 3.8: Muestra de aluminio Al Lam-R60 en que fueron observadas cuatro fases, nombradas como Al_i . En la figura se inserta un acercamiento al pico ubicado en $2\theta = 44.81^\circ$, donde se especifican los datos experimentales, la curva ajustada y las contribuciones.

	Aluminio		Cobre	
	$\frac{\Lambda_{XRD}}{\times 10^7}$ (mm ⁻²)	$\frac{D}{10^2}$ (nm)	$\frac{\Lambda_{XRD}}{\times 10^7}$ (mm ⁻²)	$\frac{D}{10^2}$ (nm)
Lam-R60	2.54 ± 0.79	13 ± 3	9.75 ± 3.05	1.0 ± 0.0
Lam-R30	2.90 ± 0.76	7.5 ± 0.7	7.29 ± 2.09	2.9 ± 0.3
Lam-R15	3.36 ± 0.95	3.9 ± 0.1	7.00 ± 1.77	1.5 ± 0.0
Lam	3.77 ± 1.11	7.6 ± 0.6	12.04 ± 2.44	1.5 ± 0.0

Tabla 3.7: Resultados de densidad de dislocaciones Λ_{XRD} y tamaño de cristalito para cada muestra de ambos grupos.

3.6. Comparación entre los distintos métodos

A continuación se comparan los resultados obtenidos utilizando los diferentes métodos. En primer lugar, en la tabla 3.8 se presentan las densidades de dislocaciones relativas $\Delta\Lambda_{RUS}$ expuestas en la tabla 3.5, y $\Delta\Lambda_{XRD}$ obtenidas a partir de la tabla 3.7. Para el grupo de aluminio, si bien XRD arroja una tendencia relacionada con la esperada al aplicar recocido a las muestras (aumento de $\Delta\Lambda_{XRD}$ con respecto a la muestra puramente laminada para tiempos de recocido mayores), los errores asociados impiden determinar de forma concluyente el cumplimiento o no de dicha hipótesis, con valores entre un 150% y un 500% de las diferencias calculadas. Por otro lado, utilizando RUS se obtiene una variación en la densidad de dislocaciones del mismo orden de magnitud (bajo el supuesto de $L \approx 150$ nm) y errores asociados entre el 10% y el 18% que sí permiten determinar un orden entre las muestras y sus densidades de dislocaciones relativas. Sin embargo la tendencia se invierte, siendo la muestra recocida por 15 minutos la que presenta mayor diferencia con la puramente laminada, luego la recocida por 30 minutos y por último, la de 60 minutos de tratamiento. Lo mismo se observa para el grupo de cobre, aunque en tal caso ambas técnicas están de acuerdo en orden de magnitud y diferencias esperadas (con $L \approx 230$ nm), siendo nuevamente RUS la que presenta menor error asociado (entre un 8% y un 15%) comparada con XRD (entre un 80% y un 250%), permitiendo una clara diferenciación de las muestras y sus densidades de dislocaciones relativas.

Una segunda característica de las muestras medida utilizando XRD es el tamaño de cristalito. Una pregunta recurrente relacionada con cambios de velocidad de propagación detectados en metales que han sido sometidos a diversos tratamientos, es si los cambios se deben a la proliferación de dislocaciones y no a cambios microestructurales como por ejemplo, la variación del tamaño de cristalito. Esta pregunta puede extenderse a cualquier parámetro acústico resultante de la interacción de la onda con la materia. Con el fin de disipar tal duda, en la figura 3.9 los parámetros acústicos obtenidos son graficados en función del tamaño de cristalito. Se observa que no existe una correlación evidente, lo que permite argumentar que

los cambios en los parámetros lineales y no lineales no se deben principalmente a cambios en el tamaño de grano ocasionados por los procesos térmicos y mecánicos aplicados.

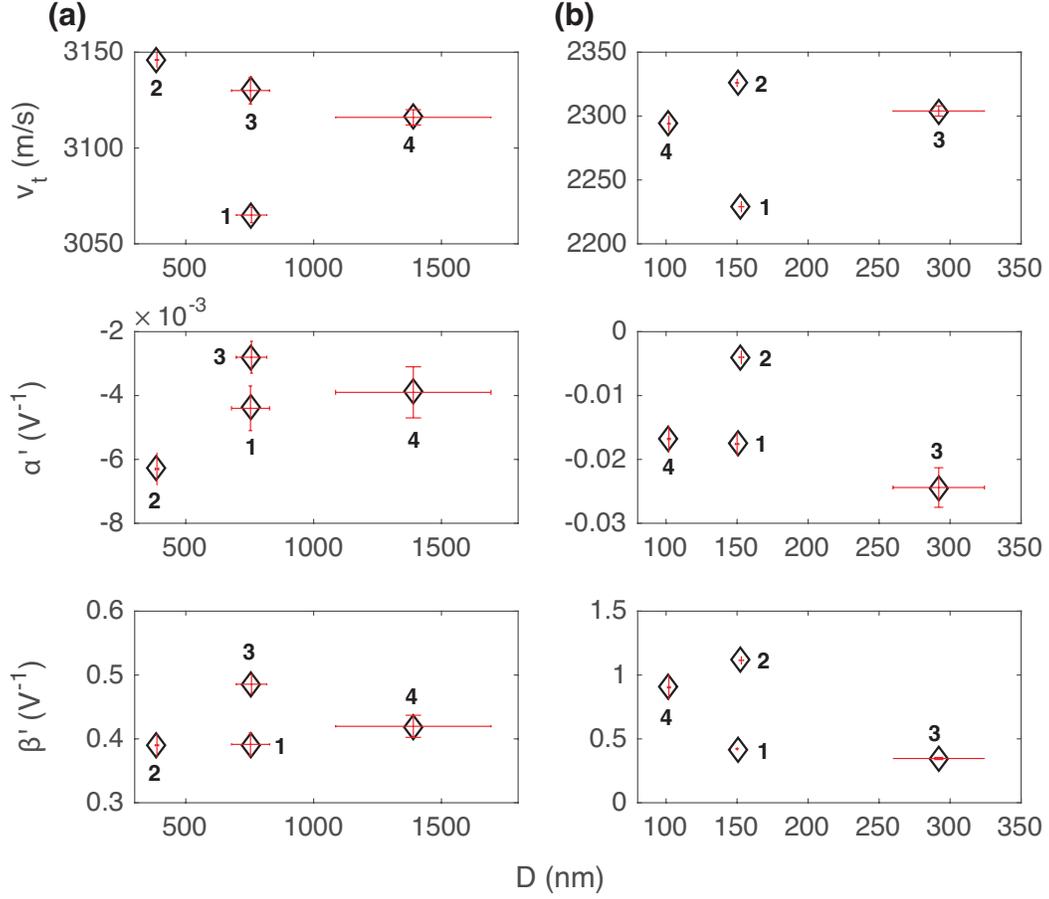


Figura 3.9: Parámetros acústicos en función del tamaño de cristalito para las muestras de (a) aluminio y (b) cobre. No se observan correlaciones que permitan establecer que los parámetros acústicos sean funciones de D . La nomenclatura utilizada es 1 = Lam, 2 = Lam R15, 3 = Lam R30 y 4 = Lam R60.

Para comparar la sensibilidad de los métodos lineales y no lineales, se grafican α' y β' en función de v_t para ambos grupos (ver figura 3.10). El parámetro lineal v_t presenta cambios

Par de muestras estudiado	Aluminio		Cobre	
	$\frac{\Delta\Lambda_{XRD}}{10^7}$ (mm^{-2})	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{10^7}$ (mm^{-2})	$\frac{\Delta\Lambda_{XRD}}{10^7}$ (mm^{-2})	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{10^7}$ (mm^{-2})
Lam & Lam R60	1.23 ± 1.90	4.47 ± 0.70	2.29 ± 5.49	3.31 ± 0.51
Lam & Lam R30	0.87 ± 1.85	5.68 ± 0.96	4.75 ± 4.53	3.81 ± 0.41
Lam & Lam R15	0.41 ± 2.06	7.07 ± 0.69	5.04 ± 4.21	4.90 ± 0.35

Tabla 3.8: Medidas Λ_{XRD} y Λ_{RUS} de la densidad de dislocaciones relativa en muestras de aluminio y cobre. Los errores reportados en las medidas XRD son calculados a partir de aquellos obtenidos del refinamiento de Rietveld y del error estadístico obtenido a partir de la repetición de las mediciones en dos piezas de la misma muestra.

entre el 1.7 % y el 2.6 % para aluminio, y entre el 2.9 % y el 4.4 % para cobre. El parámetro no lineal α' decrece con la velocidad (crece con la densidad de dislocaciones), mostrando cambios entre un 39 % y un 125 % para aluminio, y entre un 320 % y un 510 % para el grupo de cobre. Por último, el parámetro no lineal β' también decrece con la velocidad (se incrementa con la densidad de dislocaciones) y entrega cambios entre el 14 % y el 20 % para aluminio, y el 19 % y 62 % para cobre. Los cambios relativos entre los parámetros no lineales, $(\alpha'_{Lam} - \alpha'_i)/|\alpha'_{Lam}|$ y $(\beta'_{Lam} - \beta'_i)/|\beta'_{Lam}|$ ($i = Lam, Lam\ R15, Lam\ R30$ y $Lam\ R60$), con respecto a diferencias en la densidad de dislocaciones medido usando RUS Λ_{RUS} se observan en la figura 3.11.

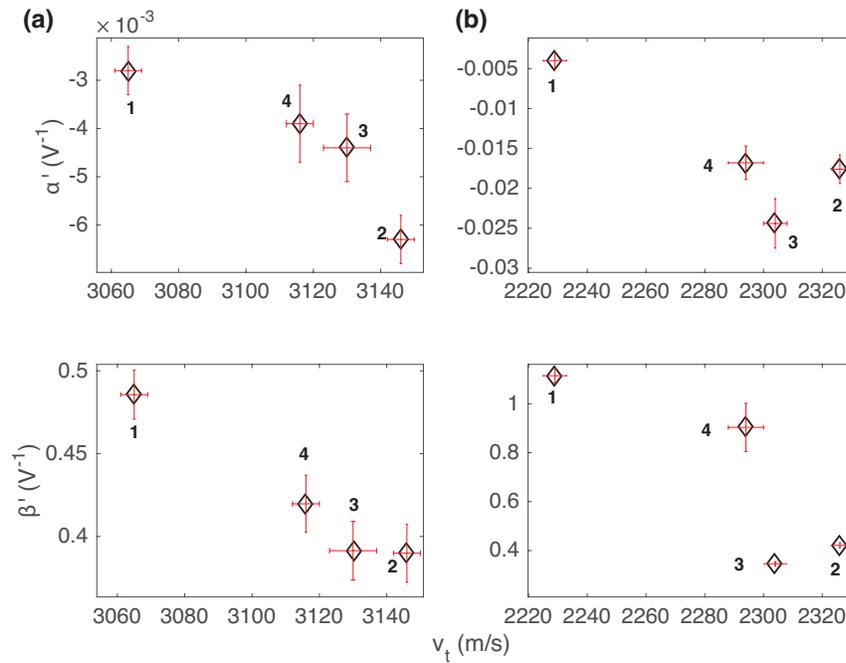


Figura 3.10: Parámetros acústicos no lineales α' y β' en función del parámetro lineal v_t para (a) aluminio y (b) cobre. Se observa una clara correlación en que los parámetros no lineales decrecen con la velocidad o, lo que es equivalente, crecen con la densidad de dislocaciones. La nomenclatura utilizada es 1 = Lam, 2 = Lam R15, 3 = Lam R30 y 4 = Lam R60.

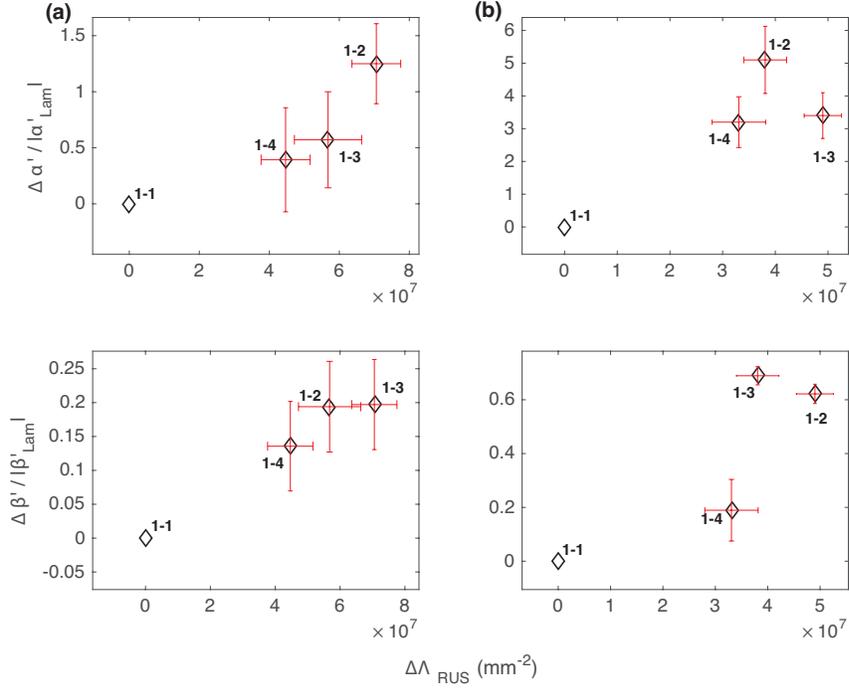


Figura 3.11: Parámetros acústicos no lineales relativos, con $\Delta\alpha' = \alpha'_{Lam} - \alpha'_i$ y $\Delta\beta' = \beta'_{Lam} - \beta'_i$ (con $i = 1:4$ y $1 = Lam$, $2 = Lam\ R15$, $3 = Lam\ R30$ y $4 = Lam\ R60$), en función de la densidad de dislocaciones relativa $\Delta\Lambda_{RUS}$ para (a) aluminio y (b) cobre. Se observa cómo las diferencias entre los parámetros no lineales aumentan para aumentos en la variación de la densidad de dislocaciones.

3.7. Análisis teórico sobre la sensibilidad de los parámetros lineales y no lineales

El parámetro no lineal β es definido como $\beta \equiv -[3 + (C_{111}/C_{11})]$ [62], con C_{11} y C_{111} las constantes elásticas longitudinales de segundo y tercer orden, respectivamente, dadas por $\sigma = C_{11}\epsilon + (C_{11} + C_{111})\epsilon^2 + \dots$, donde σ corresponde a la tensión y ϵ a la deformación. Es sabido [16] que n segmentos de dislocación de largo L por unidad de volumen inducen un cambio $\Delta C_{11}/C_{11} = -32\Delta(nL^3)/(45\pi^2)$. Por otra parte, la influencia de las dislocaciones en β ha sido estudiada por diversos autores [62, 64]. Dado que esta influencia corresponde a un efecto pequeño, se tiene que el cambio inducido debe ser proporcional a la densidad de dislocaciones: $\Delta C_{111}/C_{111} = B\Delta(nL^3)$, con una constante adimensional B que depende de la geometría y el modelo empleado. Un cálculo simple muestra que

$$\Delta\beta = - \left(\frac{\Delta C_{111}}{C_{111}} - \frac{\Delta C_{11}}{C_{11}} \right) \frac{C_{111}}{C_{11}}.$$

Teniéndose que para aluminio y cobre $C_{111} \approx -10C_{11}$ [117], esta fórmula proporciona una razón para entender el factor diez de mayor sensibilidad de β con la densidad de disloca-

ciones, comparando con el coeficiente de segundo orden, así como su aumento siempre que $\Delta C_{111}/C_{111} > \Delta C_{11}/C_{11}$.

El parámetro α' depende del acoplamiento entre los diferentes modos normales de una muestra elástica debido a las no linealidades. Chakrapani y Barnard [88] han determinado, de manera teórica y experimental, el valor de α para un modo puramente longitudinal en una barra delgada, y han inferido que $\beta = -K\alpha$ con $K > 0$. Las medidas de ambos parámetros no lineales obtenidas en esta investigación son consistentes con este resultado. Sin embargo, se hacen necesarias próximas investigaciones y modelos para obtener una fórmula que relacione la influencia de las dislocaciones con el parámetro α .

3.8. Conclusiones

En primer lugar, se ha demostrado experimentalmente que la caracterización de cambios relativos de densidad de dislocaciones es más sensible utilizando la técnica ultrasónica RUS, que métodos destructivos como XRD, obteniéndose mediciones más precisas, además de tratarse de un método de más fácil aplicación y posterior análisis de datos. En segundo lugar, se ha determinado que los métodos acústicos no lineales resultan órdenes de magnitud más sensibles a cambios en la densidad de dislocaciones relativa entre muestras de un mismo material que métodos lineales. Por último, si bien el parámetro β' entregado por SHG, es menos sensible a variaciones en la densidad de dislocaciones que el parámetro α' obtenido utilizando NRUS, el primero es adquirido por un método experimental mucho más simple y que por sus características permite ser aplicado en ambientes menos controlados que los de laboratorio, abriendo paso a aplicaciones *in-situ* como las estudiadas en capítulos siguientes de este trabajo.

Capítulo 4

Sondeo *ex-situ* de deformaciones plásticas usando SHG

Camila Moreno - Mala Madre (2015)

Kate Bush - Hounds of Love (1985)

En el capítulo 3 se concluye un buen compromiso entre sensibilidad y fácil aplicabilidad del método SHG (en comparación con el método lineal RUS en el caso de la sensibilidad, y el no lineal NRUS en el de la aplicabilidad), ante la necesidad de determinar cambios plásticos en muestras metálicas provenientes de una misma pieza, pero sometidas a diferentes tratamientos mecánicos y térmicos. La pregunta que nace a partir de tal conclusión es cuán sensible resulta el método al ser aplicado a un mismo material, en el que se espera hayan proliferado dislocaciones de manera distribuida. ¿Es posible determinar las zonas que han sufrido mayor deformación plástica al sondear espacialmente una probeta sometida a un tipo particular de esfuerzos, utilizando este método ultrasónico? ¿Cuán localizada es la proliferación de dislocaciones al producirse una deformación plástica?

En este capítulo se caracterizan espacialmente probetas sometidas a ensayos de flexión estándar. Como se muestra en la sección 1.1.2, los esfuerzos se distribuyen de manera particular en distintas zonas de una probeta flexionada en un ensayo de tres puntas, y por lo tanto se espera que las dislocaciones también proliferen con una distribución espacial, que según lo concluido en el capítulo 3, debe ser representada por cambios en el parámetro acústico no lineal β' , obtenido a partir de SHG. A continuación se detallan las características físicas de las muestras a estudiar. Luego se exponen los métodos experimentales para llevar a cabo los ensayos de flexión y caracterización acústica utilizando SHG. Posteriormente se exponen el análisis de datos y resultados más relevantes. Finalmente se plantean las conclusiones más importantes.

4.1. Muestras a estudiar

Se estudian dos probetas de aluminio policristalino de pureza comercial (Al 1100, 99.0 at % puro). Sus dimensiones son las estandarizadas por la norma ASTM E290 [118] para ensayos de flexión: $200 \times 32 \times 16 \text{ mm}^3$. La primera probeta, AlFlex01, es recocida a 400°C por 125 hrs. La finalidad de este tratamiento térmico es remover las dislocaciones que pueden haber sido introducidas durante el proceso de extrusión y corte de la probeta en su fabricación. Tal probeta es caracterizada acústicamente antes y después del tratamiento de recocido. La segunda probeta, AlFlex02, es flexionada sin realizarse sobre ella ningún proceso previo. El objetivo de utilizar estas dos probetas es estudiar si es posible observar cambios significativos de β' tras el ensayo de flexión, independiente de las condiciones iniciales.

En ambas muestras son marcadas cuatro líneas de medición, que sirven de guía para el posicionamiento de los transductores con que se realizará el mapeo acústico (figura 4.1 (a)). La línea Superior-Inferior (SI) sirve para ubicar los transductores de forma que la onda viaje por el espesor de 16 mm. Se espera que las mediciones de β' en esta línea tengan un cambio drástico cerca del pivote central, ya que es la zona en que se produce mayor deformación plástica y por lo tanto, proliferación de dislocaciones. Para ubicar los transductores que envían y reciben ondas propagadas por el espesor de 32 mm, tres líneas de medición, Lateral-Superior (LS), Lateral-Central (LC) y Lateral-Inferior (LI), son marcadas. El objetivo es demarcar tres zonas en que se espera que exista mayor diferenciación en la distribución de esfuerzos luego del ensayo. Se espera que las mediciones acústicas post-flexión en la línea LS muestren cambios en posiciones próximas al origen, que es donde el pivote central genera una zona sometida a alta compresión cerca de la superficie superior. En mediciones sobre la línea LC se debería observar un comportamiento monótono del parámetro acústico, debido a que tras la flexión, regiones cercanas a esta marca deberían permanecer sin deformaciones.

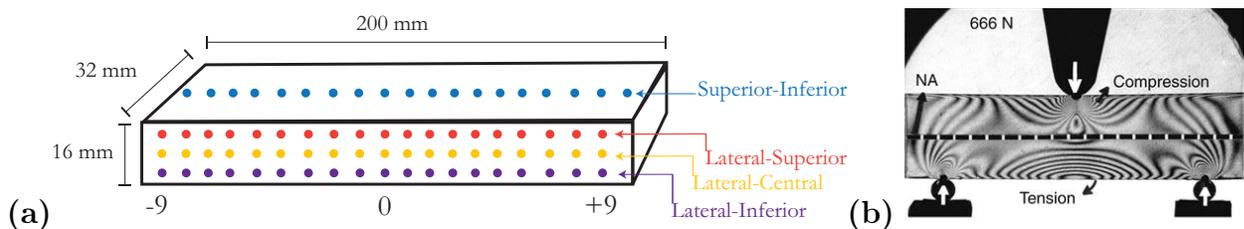


Figura 4.1: (a) Esquema de las probetas utilizadas para flexión. Diferentes líneas de medida son marcadas en las muestras, con el fin de llevar a cabo un mapeo acústico de ellas. La numeración de las posiciones se realiza en función de la distancia, en centímetros, de los puntos con respecto al centro de la probeta. (b) Imagen extraída de [119]. Análisis fotoelástico de una prueba de flexión de tres puntas.

Finalmente, los soportes laterales deberían ejercer compresión cerca de los bordes inferiores de la probeta, y la carga central debería producir una zona sometida a alta tensión en el origen, cerca de la superficie inferior. Por lo tanto en las mediciones realizadas en dichos puntos, sobre la línea LI, deberían mostrar también un cambio del comportamiento del parámetro acústico (ver figuras 1.6, 4.2 (b)).

4.2. Metodología experimental y adquisición de datos

A continuación se detallan los aspectos básicos de los ensayos de flexión aplicados y de la adquisición de datos utilizando SHG.

Los ensayos de flexión de tres puntas son realizados por Makarena Osorio, de la Universidad de Santiago de Chile, en el marco de su tesis de investigación para optar al grado de Ingeniera en Física. Para ellos se utiliza una máquina Instron, modelo 3369, con capacidad máxima de carga de 50 kN (ver figura 4.2). Los pivotes laterales se ubican a una distancia de 1.0 cm de los bordes de las probetas. Los ensayos son realizados con velocidad de carga constante a 0.01 mm/min (ensayos cuasi-estáticos).

Para la caracterización acústica usando SHG, los transductores utilizados son marca Panametrics, modelo V110, resonantes a 5.0 MHz, con diámetro del elemento activo de 8.9 mm (cerca de 1/2 del espesor más pequeño de las muestras). El método de obtención del parámetro no lineal β' es el descrito en la sección 3.3. En la figura 4.3 se especifican los posicionamientos de los transductores a lo largo de las barras ya flexionadas.



Figura 4.2: Fotografía de una máquina de ensayos de flexión de tres puntas. El pivote central corresponde al punto de carga, mientras los laterales son los soportes de la barra.

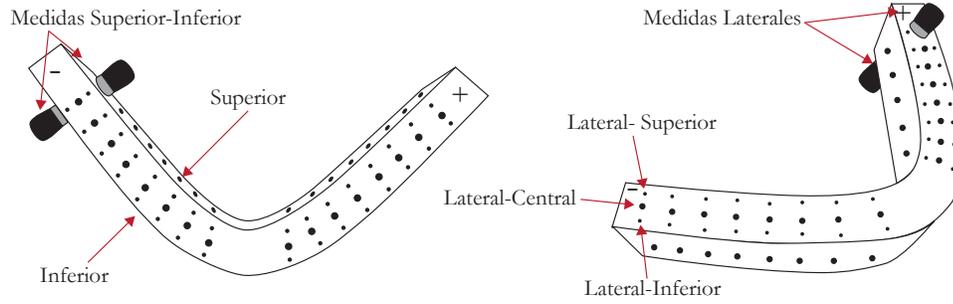


Figura 4.3: Posicionamiento de los transductores para los diferentes tipos de medidas ultrasónicas. El ejemplo muestra las ubicaciones de los sensores en probetas flexionadas.

4.3. Análisis de datos y resultados

A diferencia del capítulo 3, en éste es utilizada la expresión completa para β' , debido a que los espesores que atraviesa la onda no se mantienen constantes antes y después de los ensayos. La expresión utilizada es derivada en la sección 2.2.5, en unidades de m/V, correspondiente a

$$\beta' = \frac{4\pi}{k_0^2 x} \frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2} = \frac{v_L^2}{\pi x f^2} \frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2}, \quad (4.1)$$

donde v_L es la velocidad de propagación de onda longitudinal, x corresponde al espesor recorrido por la onda y f es la frecuencia de excitación. M. Osorio reporta en su tesis de Ingeniería cambios en v_L menores al 0.4% al ser medida en diferentes puntos de probetas flexionadas con carga máxima de 5.0 kN [120]. Por tratarse de cambios pequeños, en el cálculo de β' se utiliza un valor promedio de sus mediciones, correspondiente a $v_L = 6140 \pm 25$ m/s. Por otro lado, el espesor es medido en cada punto, antes y después de los ensayos, utilizando un pie de metro digital marca MITUTOYO, con precisión de ± 0.01 mm para el espesor ≈ 16 mm. Para el espesor ≈ 32 mm se utiliza un tornillo micrométrico MITUTOYO, con precisión ± 0.001 mm. Por último, la frecuencia de excitación corresponde a $f = 3.0$ MHz. En la figura 4.4 se muestran fotografías de la probeta AlFlex01 posterior a la flexión.

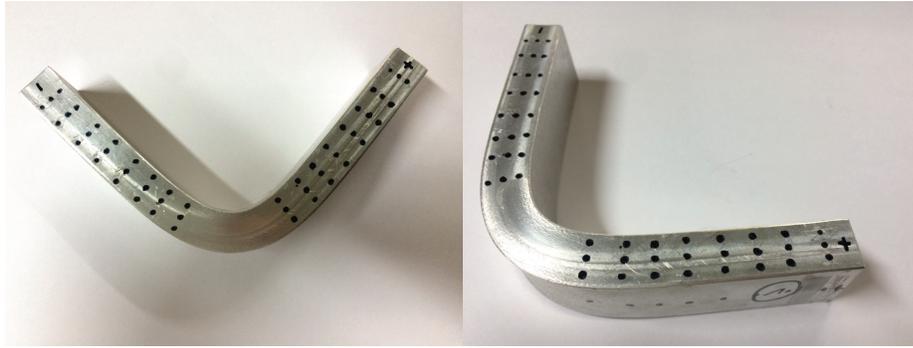


Figura 4.4: Fotografías de la probeta AlFlex01, posterior a la aplicación del ensayo de flexión de tres puntas.

4.3.1. Probeta AlFlex01

En la figura 4.5 se presentan los resultados de β' antes y después del recocido para la probeta AlFlex01. Se observa en primer lugar, que previo al recocido existe una distribución de los valores de β' en las distintas líneas de medición (tabla 4.1 y figuras 4.5(a1) - 4.5(a2)). Lo anterior puede deberse a defectos introducidos al material en los procesos de fabricación, como cortes y extrusión. Esto podría explicar que los valores medidos cerca de las superficies superior e inferior de la probeta (medidas LS y LI, respectivamente) sean mayores a los centrales. Posterior al recocido, se observa un colapso de los valores del parámetro no lineal en un valor promedio de $\langle \beta' \rangle = (1.39 \pm 0.05) \times 10^{-5} \text{ m/V}$ (figuras 4.6(b1) y 4.6(b2)). Lo anterior muestra que efectivamente se produjo una remoción de defectos luego del recocido, lo cual está dentro de lo esperado tras lo concluido en el capítulo 3.

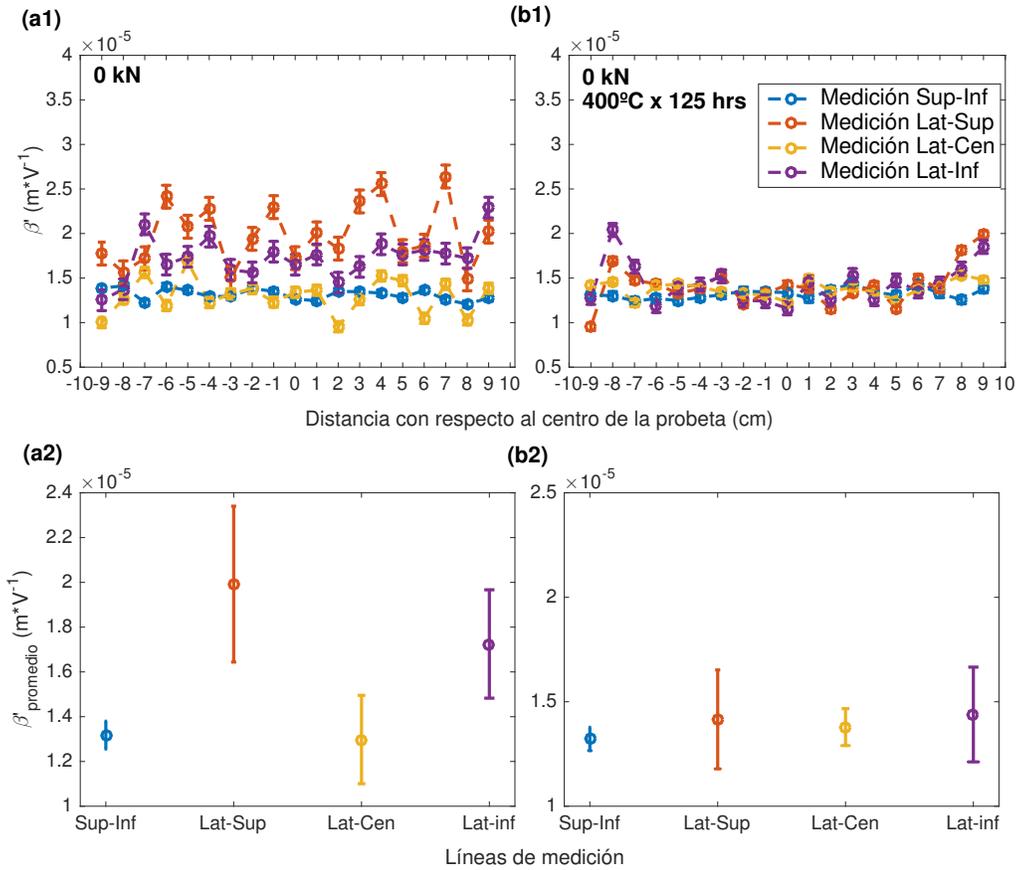


Figura 4.5: Resultados del parámetro β' para una probeta sin flexión (a) antes y (b) después de ser recocida por 125 hrs, a 400°C . En (a1) se observa que existe una distribución inicial de las dislocaciones, que puede deberse a los procesos de corte y extrusión del material en su fabricación. En (b1) es posible observar una homogeneización de la densidad de dislocaciones, colapsando las mediciones de las distintas líneas en un valor promedio de $\beta' = (1.39 \pm 0.05) \times 10^{-5} \frac{\text{m}^3}{\text{V}}$. En (a2) y (b2) se muestran además los promedios de los resultados a lo largo de las diferentes líneas de medición.

Posterior al recocido se procede a la flexión del material, aplicando una carga máxima de 4.5 kN. En la figura 4.6 se presentan los resultados de β' . En primer lugar, se observa un crecimiento del parámetro a 1.0 cm de los bordes, en las mediciones LI y LS. Particularmente la medición LI es la que mayor aumento presenta, con valores de β' entre dos y tres veces el inicial. Esto es congruente con el hecho de que los soportes laterales realizan esfuerzos en dichas posiciones, comprimiendo localizadamente la sección inferior de la probeta, y traccionando en menor medida la sección superior. También se observa el crecimiento en un factor dos de β' en el centro de la probeta (distancias entre 3.0 cm y 4.0 cm del origen) en las mediciones SI, LS. Esto también concuerda con la posición del pivote central, que ejerce compresión en la sección superior y tensión en la inferior (figura 4.6 (a)). Mediciones más cerca del origen se vuelven imposibles, debido a la deformación de la barra. En la figura 4.6 (b) se promedian los valores de β' en las diferentes mediciones, resultados reportados en la

tabla 4.1. Es posible ver que las mediciones LC son las que presentan menor valor promedio del parámetro no lineal y menor cambio con respecto a los promedios medidos pre y post recocido. Esto concuerda con la existencia de una línea de no deformación predicha por la simulación mostrada en la figura 1.6.

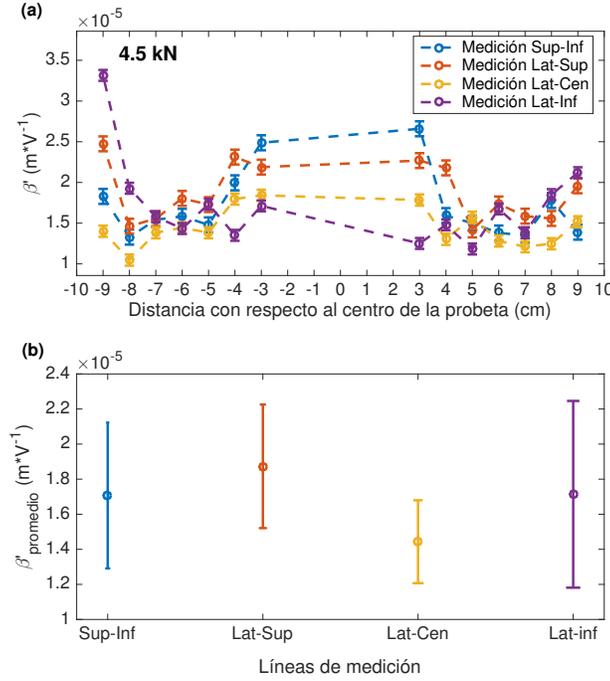


Figura 4.6: Resultados del parámetro β' para la probeta AlFlex-01 luego de ser flexionada con una carga máxima de 4.5 kN. (a) Se observa en general un aumento del valor de β' con respecto a los valores iniciales, tanto previos como posteriores al recocido, sobre todo al centro de la barra, que es donde se produce una mayor deformación plástica del material. Se logran distinguir diferentes comportamientos del parámetro no lineal a lo largo de las distintas líneas de medición. (b) La figura muestra que en promedio, los valores de β' en la línea LC son los más bajos. Esto concuerda con la existencia de la zona de no deformación principalmente ubicada en dicha línea.

	AlFlex01 Pre-recocido	AlFlex01 Post-recocido	AlFlex01 Post-flexión
$\langle\beta'_{SI}\rangle/10^{-5}$ m/V	1.31 ± 0.06	1.32 ± 0.06	1.71 ± 0.42
$\langle\beta'_{LS}\rangle/10^{-5}$ m/V	1.99 ± 0.35	1.42 ± 0.24	1.87 ± 0.35
$\langle\beta'_{LC}\rangle/10^{-5}$ m/V	1.30 ± 0.20	1.38 ± 0.09	1.44 ± 0.24
$\langle\beta'_{LI}\rangle/10^{-5}$ m/V	1.73 ± 0.24	1.44 ± 0.23	1.71 ± 0.53

Tabla 4.1: Resultados de $\langle\beta'\rangle$ para las distintas mediciones a lo largo de la probeta AlFlex01, antes del recocido, después del recocido y después del ensayo de flexión. Se observa que en una mirada general de los valores de β' , todas las mediciones aumentan con respecto al valor post-recocido entre un 4% y un 32% del valor inicial, siendo la que presenta menores variaciones la LC. Esto concuerda con una zona de no deformación central prevista por la simulación mostrada en la figura 1.6. El mayor cambio es observado en las mediciones LS y SI.

4.3.2. Probeta AlFlex02 y comparación con AlFlex01

La probeta AlFlex02 es flexionada con una carga máxima de 5.0 kN, sin proceso de recocido previo. Los resultados son expuestos en la figura 4.7 (b). Los valores de β' crecen notoriamente cerca del centro de la probeta en las medidas SI, a distancias entre 2.0 cm y 3.0 cm del origen. Los valores del parámetro son entre tres y cuatro veces el medido a distancias mayores de 4.0 cm. Aumentos menos dramáticos se observan en las mediciones LI y LS, que de todas formas arrojan valores cercanos a dos veces los medidos en puntos alejados del centro.

Al comparar los resultados obtenidos para AlFlex01 y AlFlex02 se observa que no existen cambios notorios en los comportamientos de β' en las distintas líneas de medición, excepto en los bordes y las medidas LI. Lo anterior puede deberse a dos motivos principales: primero, el deslizamiento de la muestra sobre los soportes laterales a medida que se deforma, que podría afectar una u otra medición (en AlFlex01 o AlFlex02). Segundo, como se observa en la medición pre-recocido de la probeta AlFlex01, las mediciones de LI pueden deberse a una distribución de dislocaciones inicial que mantuvo homogéneo el valor de β' en dicha línea después del ensayo.

Por último, es importante notar que en AlFlex01 sólo se mide hasta una distancia de 3.0 cm del origen, mientras en AlFlex2 se hace hasta 2.0 cm del origen. Eso provoca la visualización de un mayor incremento de β' en las medidas SI, pero sólo es el efecto de haber llegado a medir más cerca del punto de mayor deformación.

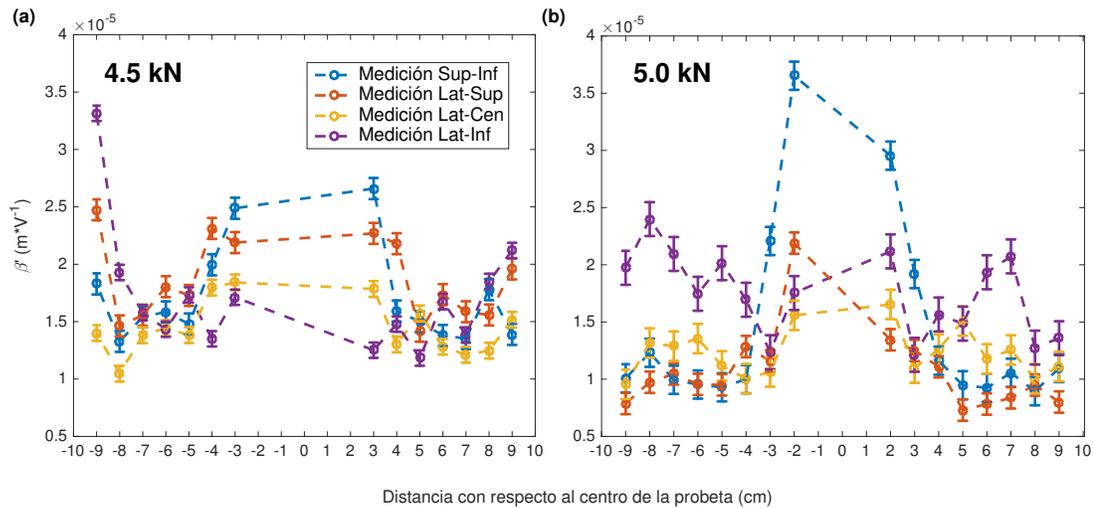


Figura 4.7: Resultados del parámetro β' para las probetas (a) AlFlex-01, con carga máxima 4.5 kN y (b) AlFlex-02, con carga máxima 5.0 kN. Se observa que en ambos casos el comportamiento es el mismo: un significativo aumento de β' en las zonas centrales de las probetas. En (b) se observa además un crecimiento del parámetro no lineal en las mediciones laterales inferiores. Esto puede deberse a diferentes razones, entre ellas el deslizamiento de la barra sobre los puntos laterales de apoyo o la pre-existencia de dislocaciones introducidas en los procesos de fabricación (en esta probeta no existió proceso de homogeneización vía recocido).

4.4. Conclusiones

En primer lugar, se ha reafirmado un resultado del capítulo 3, mostrando la sensibilidad del parámetro β' ante los cambios en la densidad de dislocaciones producidos por tratamientos térmicos y mecánicos. Se observa tanto un aumento de $\langle\beta'\rangle$ al promediarse a lo largo de las barras flexionadas, así como diferenciaciones localizadas de β' . Se evidencia además la homogeneización del valor de β' en diferentes puntos de una barra que ha sido sometida previamente a tratamientos de recocido.

En segundo lugar, se ha demostrado el carácter localizado de la proliferación de dislocaciones ante deformaciones plásticas y su crecimiento de acuerdo a la distribución de esfuerzos esperada. Se observan los mayores cambios de β' a una distancia de entre 2 cm y 3 cm del punto central de carga. El método SHG ha permitido diferenciar zonas de mayor y menor densidad de dislocaciones a lo largo de una barra previamente flexionada, mostrando cambios significativos entre zonas de mayor y menor deformación.

Con respecto a la sensibilidad espacial de las mediciones, se concluye que los mayores y más reproducibles cambios, independiente de las condiciones iniciales de las muestras, son obtenidos realizando mediciones en las caras perpendiculares a la dirección de aplicación del esfuerzo, denominadas Superior-Inferior (SI), en que se obtienen variaciones de hasta un factor dos entre zonas de mayor y menor deformación. Se infiere que la distribución de dislocaciones es más homogénea en tal dirección, a diferencia de lo ocurrido con las mediciones Laterales. Como se dice en un principio, las líneas LS, LC y LI ayudan a “estar cerca” de regiones con comportamientos plásticos diferentes, lo que es corroborado en esta investigación a partir de cambios en β' . En la figura 4.8 se observa una simulación de la distribución de esfuerzos en una probeta sometida a un ensayo de flexión de tres puntas. Usando tal figura como referencia, se puede ejemplificar lo siguiente: la zona de no deformación, que se ha aproximado por la línea LC, no es exactamente una línea que cruza el centro de las caras laterales. Tal zona es más bien una curva cuyo comportamiento dependerá fuertemente del ensayo, la carga aplicada, el deslizamiento en los soportes laterales, entre otros. Por lo tanto, al medir en LC, no sólo se mide la contribución a β' de la zona de no deformación, sino también de la compresión ejercida por los soportes laterales o el pivote central, dependiendo de la posición a lo largo de la probeta en que la medida sea realizada. Lo mismo ocurre para LI y LS: no sólo se está midiendo el efecto de la compresión o la tensión, sino un promedio de distintos comportamientos que influirán en mayor o menor medida dependiendo de la posición en que se mide. Lo anterior se ve acrecentado por el hecho de que los transductores utilizados son de un diámetro cercano a 1/2 de la cara en que se realizan tales posicionamientos. Por lo tanto, asegurarse de estar en una zona particular es imposible: siempre se estará midiendo la influencia de diferentes zonas de esfuerzo en un posicionamiento dado. Este problema no es particular de esta investigación, sino uno común y que es importante tener en cuenta al

momento de querer caracterizar materiales: en general, los costos asociados a transductores de alta frecuencia son altos, y existe una serie de factores que determinan sus características físicas (frecuencia de resonancia, distancia mínima necesaria del campo lejano, por dar un par de ejemplos). Por lo tanto, no es posible tener una gran variedad de diámetros disponibles y eso le otorga aún más importancia a los resultados obtenidos, ya que se ha demostrado que aunque el área cubierta por los transductores no es la óptima, se pueden obtener de todas formas resultados diferenciables entre zonas de mayor y menor deformación.

Para trabajos futuros, se abre el camino a entender de qué forma se relacionan las mediciones SI y Laterales, así como también la obtención *in-situ* de β' a medida que el ensayo de flexión es llevado a cabo. Tomando en cuenta lo estudiado en este capítulo, tal medición debiera ser realizada utilizando el posicionamiento SI de los transductores, a una distancia de entre 2.0 cm y 3.0 cm del punto central de carga.

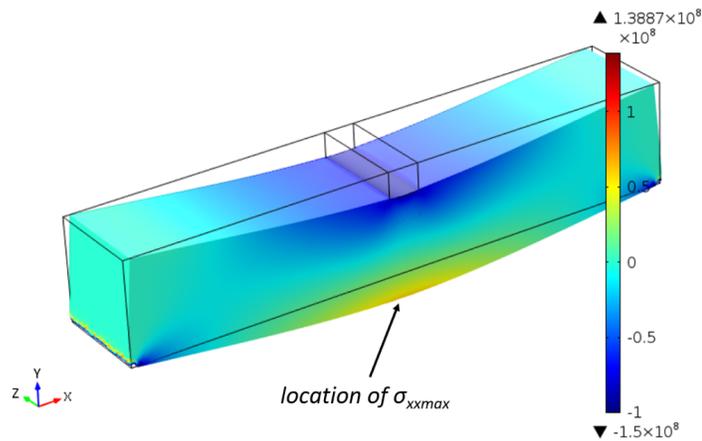


Figura 4.8: Simulación de σ_{xx} en una barra sometida a ensayo de flexión de tres puntas (unidad de escala de colores: Pa). Figura extraída de [121].

Capítulo 5

Sondeo *in-situ* de deformaciones plásticas usando SHG

*Grace Jones - Slave to the Rhythm
(1985)*

*Hope Sandoval - Through the Devil
Softly (2009)*

Hasta este punto, se ha llegado a importantes conclusiones que sientan las bases para lograr el objetivo primordial de esta tesis: la exploración del comportamiento del parámetro no lineal medido utilizando SHG (β), en función de la proliferación de dislocaciones en materiales que están siendo sometidos a esfuerzos. En primer lugar, en el capítulo 3 se determina el buen compromiso entre la sensibilidad del método SHG en la caracterización de densidad de dislocaciones, y la simplicidad de su aplicación, todo esto al ser comparado con otros métodos acústicos, lineales y no lineales. En el capítulo 4 se concluye que la proliferación de defectos en ensayos mecánicos es localizada en los puntos de mayor esfuerzo, pudiendo determinarse su distribución en distintas zonas de una probeta deformada utilizando SHG. Además, se ha observado la reproducibilidad de los resultados, al aplicarse el método tras diferentes tratamientos y condiciones iniciales.

En este capítulo, el método SHG es aplicado a probetas de aluminio sometidas a ensayos de tracción, particularmente a procesos de endurecimiento. El objetivo es estudiar el comportamiento del parámetro no lineal β' a medida que el material pasa del régimen de deformación elástico al plástico, y correlacionarlo con otros parámetros mecánicos que puedan ser obtenidos del ensayo de tracción, y de esta forma abrir preguntas que den pie a investigaciones futuras. En primer lugar, se detallan las características físicas de las probetas a estudiar. Luego se exponen los métodos experimentales para llevar a cabo los ensayos de tracción y caracterización acústica utilizando SHG. Posteriormente se expone el análisis de datos y

resultados más relevantes. Finalmente se plantean las conclusiones más importantes y las perspectivas de continuación de la investigación.

5.1. Muestras a estudiar y montaje experimental para ensayos de tracción

Se estudian dos probetas de aluminio policristalino de pureza comercial (aluminio 1100, 99.0 at% puro, figura 5.1 (a)). Sus dimensiones son las estandarizadas por la norma ASTM-E8/E8M para ensayos de tracción [11], y corresponden a las esquematizadas en la figura 5.1 (b). Las probetas, denominadas AlTrac01 y AlTrac02, son sometidas a procesos de endurecimiento por reiteradas tracciones, hasta llegar a fractura.

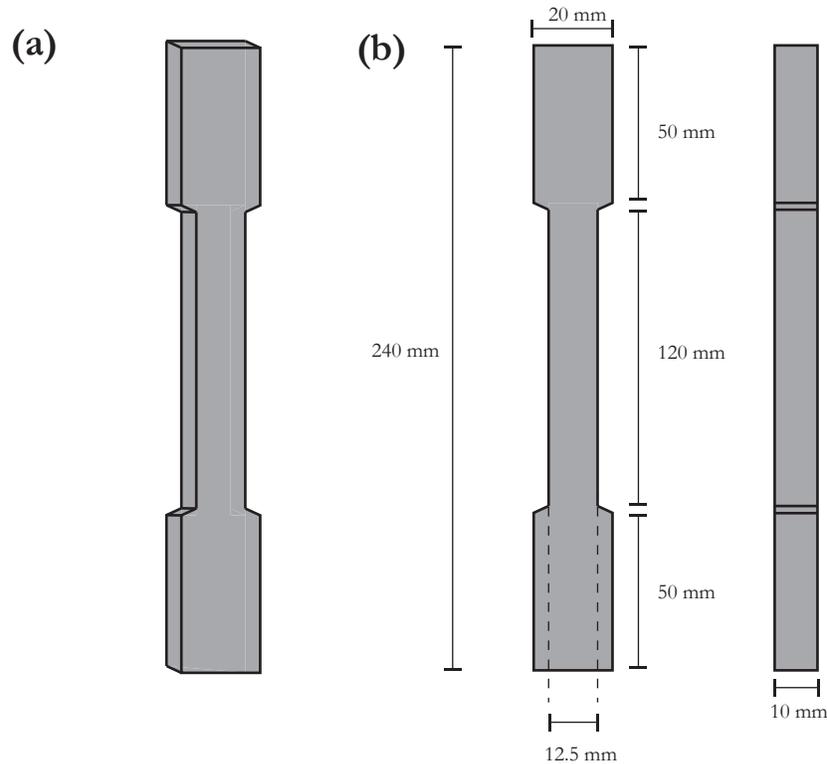


Figura 5.1: (a) Esquema de las probetas de aluminio utilizadas para ensayos de tracción. (b) Dimensiones estandarizadas por la norma ASTM-E8/E8M.

Los ensayos de tracción son realizados por el investigador postdoctoral Vicente Salinas. En términos generales, el montaje experimental para estos ensayos corresponde al esquematizado en la figura 5.2. Las pruebas se realizan en una máquina Instron, modelo 3369. La capacidad de carga máxima es de 50 kN, lo que se traduce en una tensión máxima esperada de $\sigma_{MAX} \approx 420$ MPa en la parte central de las probetas utilizadas. La velocidad inicial de los ensayos

es de 0.01 mm/min para cargas menores a 3.5 kN, lo que corresponde esfuerzos menores a 30 MPa, régimen de respuesta elástica del aluminio en su estado original (primera tracción). Sobre dicha carga, con esfuerzos asociados que llevan al material a su respuesta plástica, la velocidad aumenta a 0.03 mm/min. Los procesos son considerados cuasi-estáticos. Para determinar la deformación de la probeta en el eje de la tracción, un extensómetro de 3 mm de largo y un máximo de 3% de deformación es acoplado. El extensómetro es conectado a un puente de Wheatstone en configuración de cuarto de puente, el que permite determinar los cambios del valor de la resistencia en el extensómetro producidas por su estiramiento. Los datos son adquiridos desde el puente utilizando una tarjeta de conversión analógica-digital National Instruments NI PCI-6381, que asegura una resolución de voltaje de $3.8 \mu\text{V}$. La precisión reportada corresponde a $0.635 \mu\text{m}/\text{m}$. Se utiliza además un sensor de temperatura Texas Instruments, modelo LM35 y resolución de 0.01°C , que permite realizar correcciones a las deformaciones calculadas.

La caracterización acústica sigue el mismo protocolo de los capítulos 3 y 4. La diferencia es que los transductores utilizados corresponden Panametrics A109, resonantes a 5 MHz, con diámetro del elemento activo de 17.8 mm. El campo cercano en este caso es mayor al espesor que debe atravesar la onda (4 cm, aproximadamente), por lo tanto el emisor es acoplado a una extensión de aluminio obtenido del mismo material que las probetas, cilindro de 6 mm de largo y 6 mm de diámetro, dando como resultado un campo cercano de 0.5 cm, aproximadamente. Los transductores son posicionados a 2.5 cm del cuello superior de la probeta, como se esquematiza en la figura 5.2. Durante los ensayos de tracción las secciones transversales a la tensión disminuyen. En particular, para la obtención de β' es necesario tener una medida del espesor por el que se propagan las ondas. Para esto se posiciona frente a los transductores una cámara de 3 Mpx, obteniéndose medidas con resoluciones espaciales de $5.7 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Para lograr imágenes óptimas que puedan ser analizadas con el fin de calcular los cambios de espesor, el área de medición es iluminada por un pequeño arreglo de luces, el que otorga contraste y permite una mejor delimitación de los bordes de la probeta. Una fotografía del montaje se muestra en la figura 5.3.

Por último, es la misma máquina de ensayo de tracción la que proporciona la medición de la carga total durante la deformación de la probeta. Estas mediciones son sincronizadas con todas las demás que se obtienen durante el ensayo, como señales enviadas y recibidas para la caracterización acústica, mediciones de temperatura, captura de imágenes y señales provenientes del puente de Wheatstone. Lo anterior se realiza por medio de un conector de disparo analógico incluido en el aparato de prueba de tracción, que activa la adquisición de datos e imágenes desde el computador, el cual ejecuta un programa desarrollado en Labview que se encarga del manejo de los diferentes equipos involucrados en la prueba. Los datos son adquiridos cada 30 segundos.

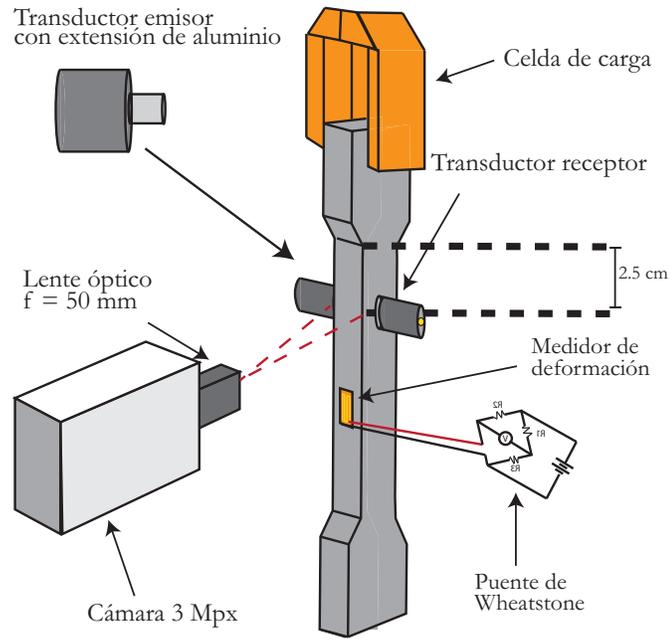


Figura 5.2: Montaje experimental para la obtención del parámetro β' en medidas *in-situ*. La probeta es montada en la máquina de tracción. La tenaza superior corresponde a la celda de carga, mientras la inferior permanece fija (no se dibuja en el esquema). Los transductores para la aplicación de SHG son posicionados a dos centímetros del cuello superior. Un extensómetro o medidor de deformación es ubicado en la probeta, el cual es acoplado a un puente de Wheatstone, en configuración de cuarto de puente, para medir su deformación durante el ensayo. Una cámara de 3 Mpx es posicionada de manera que mide los cambios en el espesor por el que se propaga la onda, es decir frente a los transductores.



Figura 5.3: Fotografía del montaje para ensayos de tracción y medición de parámetros acústicos.

5.2. Metodología experimental, resultados y análisis: endurecimiento por deformación y parámetro no lineal

Las primeras exploraciones *in-situ* son en ensayos de endurecimiento, debido a que se aprovecha de realizar las mediciones durante ensayos llevados a cabo por V. Salinas, en los que estudia los cambios en la velocidad de propagación de onda durante este tipo de procesos. En estos ensayos, se tracciona ocho veces cada probeta. Luego de cada tracción, la probeta es comprimida hasta que la carga aplicada se vuelve cero. Las primeras dos tracciones no superan el régimen elástico, mientras las otras seis superan en cada repetición límite que divide los regímenes elástico y plástico. La última tracción llega hasta la fractura de las probetas. Los transductores de los que se dispone en este momento de la investigación corresponden a Panametrics A109, de diámetro 17.8 mm. Como se ha dicho con anterioridad, para reducir el efecto del campo cercano, se le acopla una extensión cilíndrica obtenida del mismo material original del que son cortadas las probetas, de 6 mm de largo y diámetro 6 mm. Asumiendo que tal extensión no sufre deformaciones, se tiene que su largo y densidad de dislocaciones son constantes en el tiempo. Como no se tiene claridad sobre cómo sumar o restar las densidades de dislocaciones de dos sistemas acoplados, se opta por simplemente sumar el largo de la extensión, denominado $a = 6$ mm, al espesor medido de la probeta en cada instante x_i , y dejar ese valor como la distancia que recorre la onda en la ecuación para la obtención de β' . En este capítulo, el parámetro acústico pasa a ser β'_i , donde i corresponde al número del dato obtenido durante la tracción. Al igual que en el capítulo 4, el parámetro no lineal es calculado en unidades de m/V como

$$\beta'_i = \frac{v_L^2}{\pi(a + x_i)f^2} \left(\frac{A_{2\omega}}{A_\omega^2} \right)_i, \quad (5.1)$$

con $v_L = 6140 \pm 25$ m/s y $f = 3$ MHz.

5.2.1. Resultados y análisis de β'

La hipótesis que se tiene en principio, es que existe una distribución homogénea de los esfuerzos a lo largo de las probetas y que por lo tanto deben fracturar en el centro. Sin embargo, el resultado es que las probetas terminan por fracturar en cualquier punto dentro de la zona con menor área transversal a la tensión aplicada. En la probeta AlTrac01, la fractura se produce en el punto en que son posicionados los transductores para medir β' . En la probeta AlTrac02, los transductores quedan a una distancia aproximada de 7 cm de la fractura, como se puede ver en la fotografía de la figura 5.4.

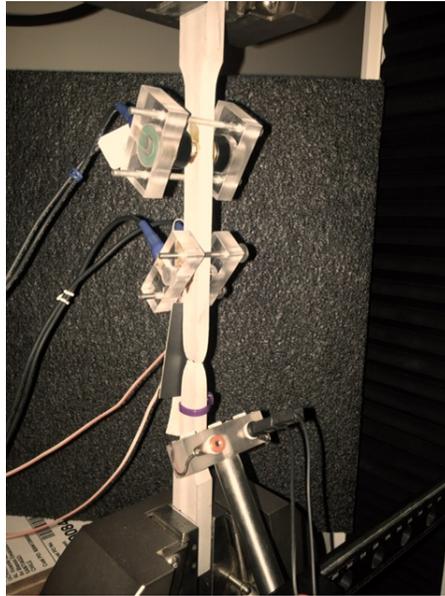


Figura 5.4: Fotografía post-fractura de la probeta AITrac02. Se observa que la probeta fractura cerca del cuello inferior a una distancia aproximada de 7 cm del par de transductores que miden β' .

5.2.1.1. Régimen elástico

Se estudian dos tracciones que no sobrepasan el límite elástico en la probeta AITrac01. De la curva esfuerzo deformación se obtiene un valor del módulo de Young $E = 63 \pm 1$ GPa, valor que se encuentra dentro de lo reportado por diversos autores [36, 114, 115]. Se corrobora que β' se mantiene constante durante la tracción, con un valor de $\beta' = (4.56 \pm 0.06) \times 10^{-4}$ m/V. Esto es consistente con que no exista aumento de dislocaciones en el régimen de deformación elástica.

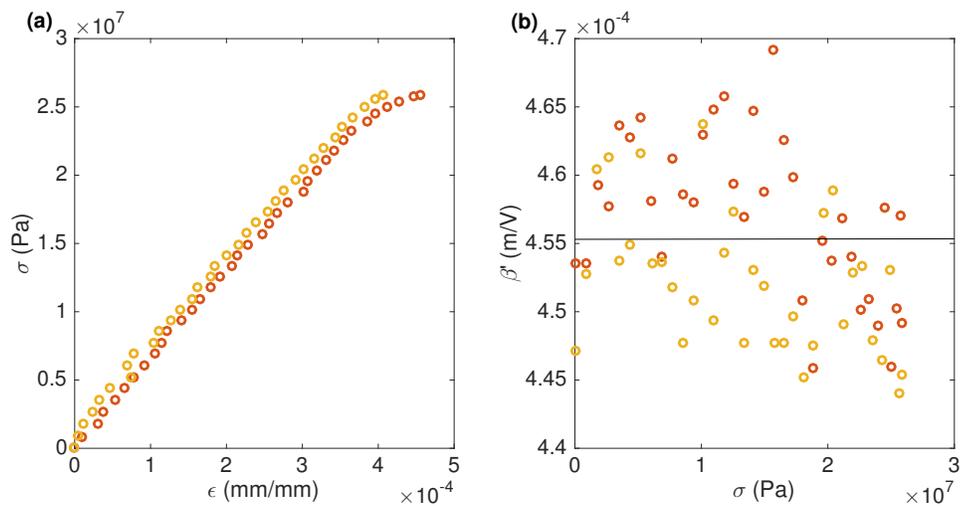


Figura 5.5: Resultados de dos tracciones que no sobrepasan el régimen elástico en la probeta AITrac01. (a) El gráfico muestra la curva esfuerzo-deformación en que se corrobora el régimen lineal. A partir de la curva se obtiene un módulo de Young $E = 63 \pm 1$ GPa. (b) Se observa un valor constante del parámetro no lineal $\beta' = (4.56 \pm 0.06) \times 10^{-4}$ m/V.

5.2.1.2. Régimen plástico

Se estudian seis tracciones que llegan a zona plástica (ZP) en las probetas AlTrac01 y AlTrac02. Tras cada tracción, las probetas son nuevamente comprimidas hasta llegar a carga nula.

De las curvas esfuerzo-deformación, 5.6 (a) y 5.7 (a), se extraen el módulo de Young en el régimen elástico y el esfuerzo de fluencia en el límite elástico-plástico, los que son reportados en la tabla 5.1. Como es de esperar, el esfuerzo de fluencia crece con cada tracción, pasando de ser cercano a 20 MPa en la primera tracción, a al rededor de 60 MPa en la quinta, para ambas probetas. El módulo de Young se mantiene prácticamente constante, con un valor promedio de $E = 62.4 \pm 1.4$ GPa para la probeta AlTrac01, y $E = 61.2 \pm 1.9$ GPa para la probeta AlTrac02, lo que es consistente con que este valor está asociado con la energía de enlace de los átomos, y no debería verse afectado por la aparición de dislocaciones. Se observa que en la sexta tracción no es posible reconstruir la curva esfuerzo deformación, y por lo tanto los módulos no pueden ser calculados. Esto se debe a que los extensómetros se rompen antes de completar el quinto ensayo, llegando a su límite de deformación en $\epsilon \approx 0.03$ mm/mm. Finalmente, de los datos de esfuerzo, se extrae el valor máximo para determinar el módulo de resistencia a la tensión, el que también es reportado en la tabla 5.1.

En las curvas esfuerzo-deformación de las figuras 5.6 (a) y 5.7 (a) se marcan con líneas horizontales los esfuerzos de fluencia calculados. En 5.6 (b) y 5.7 (b) se marcan con líneas verticales los mismos valores de esfuerzo. Se observa que en cada tracción, el inicio de un cambio de comportamiento en β' se produce tras el paso al régimen plástico. Lo anterior es consistente con la generación de una deformación permanente del material, proceso debido a la generación de dislocaciones. Lo que no se logra entender aún, es por qué en una primera instancia disminuye del valor de β' .

AlTrac01						
Parámetro	ZP1	ZP2	ZP3	ZP4	ZP5	ZP6
Módulo de Young E (GPa)	64.1 ± 0.1	61.2 ± 0.2	60.7 ± 0.2	62.9 ± 0.2	63.3 ± 0.1	-
Esfuerzo de fluencia (MPa)	26.4 ± 0.3	37.8 ± 0.3	42.3 ± 0.4	51.1 ± 0.3	60.6 ± 0.3	-
Resistencia a la fractura (MPa)	-	-	-	-	-	73.5
AlTrac02						
Parámetro	ZP1	ZP2	ZP3	ZP4	ZP5	ZP6
Módulo de Young E (GPa)	61.0 ± 0.2	61.0 ± 0.1	59.8 ± 0.1	59.7 ± 0.2	64.5 ± 0.2	-
Esfuerzo de fluencia (MPa)	24.7 ± 0.3	36.8 ± 0.4	42.4 ± 0.4	50.2 ± 0.3	57.8 ± 0.3	-
Resistencia a la fractura (MPa)	-	-	-	-	-	71.2

Tabla 5.1: Módulo de Young E y Esfuerzo de fluencia calculado con el método propuesto por Christensen [12] para las muestras AlTrac01 y AlTrac02 tras las diferentes tracciones. Ambos parámetros son calculados a partir de las curvas de esfuerzo-deformación.

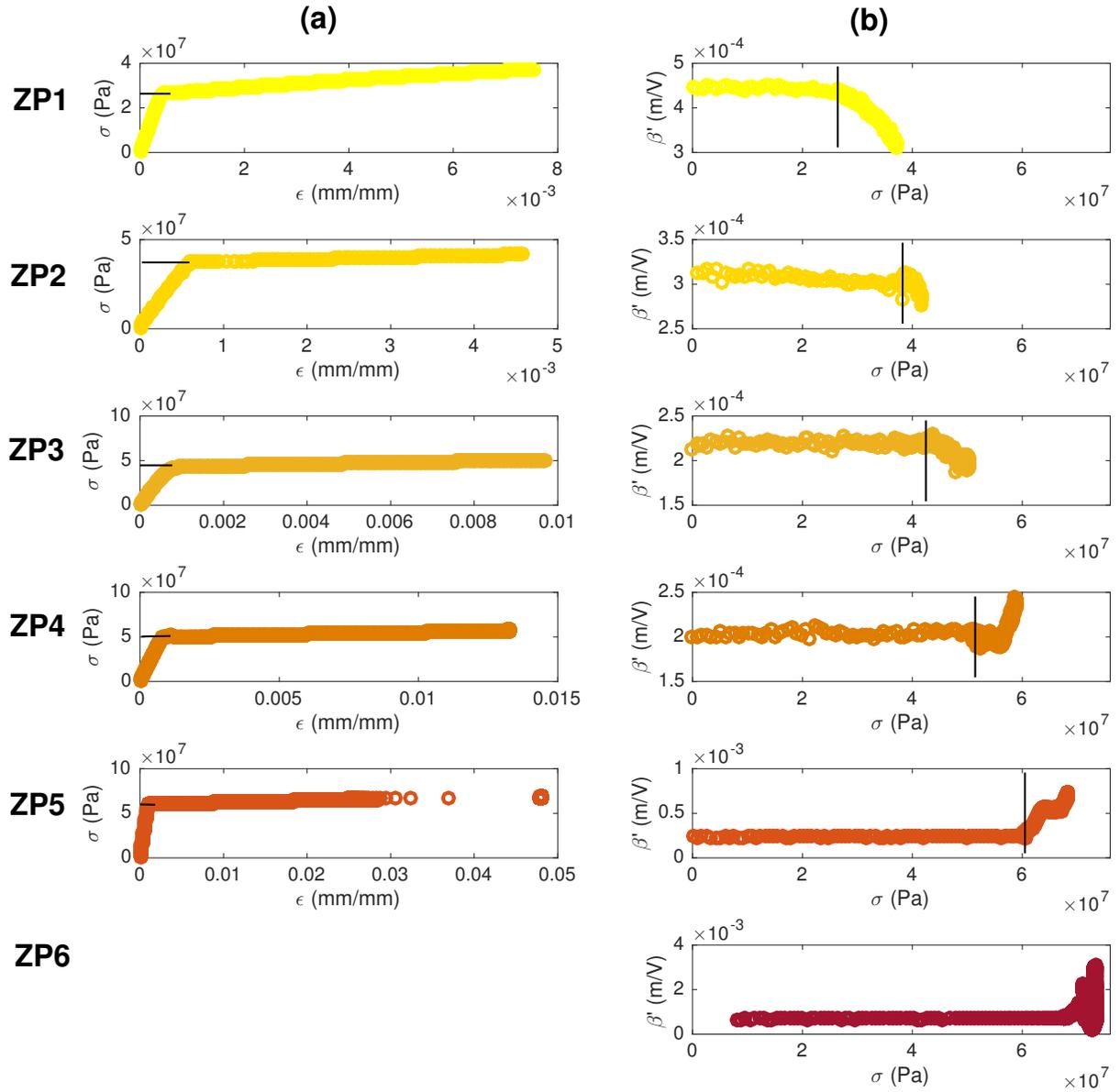


Figura 5.6: Gráfico del comportamiento mecánico y acústico de la probeta AlTrac01, que fractura en el punto en que se mide el parámetro acústico. Las filas ZP denotan el número de la tracción en que se ha llegado a la zona plástica. La columna (a) contiene las curvas esfuerzo-deformación para cada ensayo. Las líneas horizontales dibujadas denotan el esfuerzo de fluencia calculado por el método de Christensen [12]. La columna (b) contiene el parámetro no lineal β' con respecto al esfuerzo aplicado. Las líneas verticales dibujadas corresponden a la posición del esfuerzo de fluencia calculado de las curvas de esfuerzo deformación. Se observa que en general los cambios de comportamiento del parámetro β' ocurren cerca de las tensiones que marcan el paso de un régimen a otro.

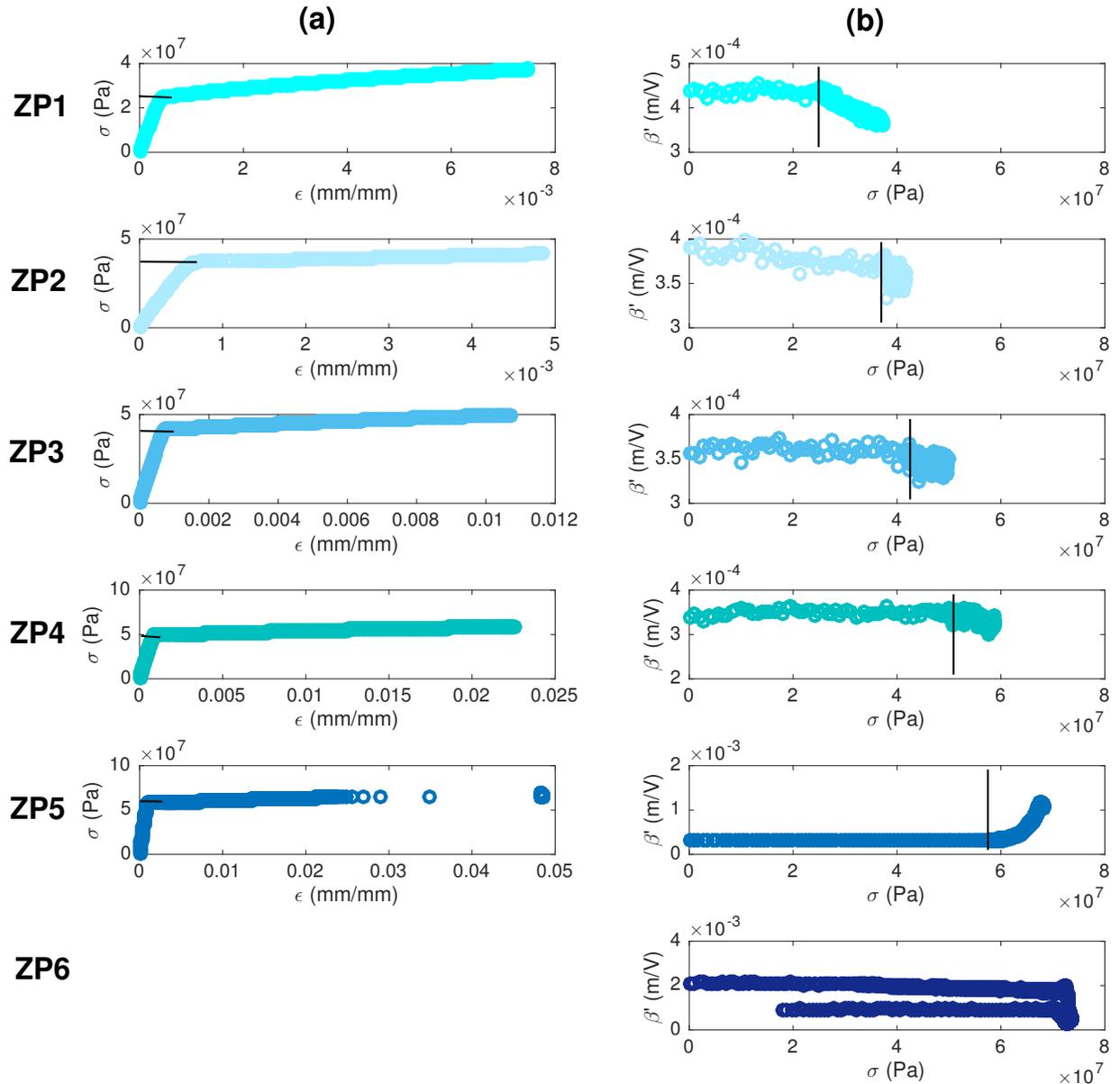


Figura 5.7: Gráfico del comportamiento mecánico y acústico de la probeta AlTrac02, que fractura a 7 cm de los transductores. Las filas ZP denotan el número de la tracción en que se ha llegado a la zona plástica. La columna (a) contiene las curvas esfuerzo-deformación para cada ensayo. Las líneas horizontales dibujadas denotan el esfuerzo de fluencia calculado por el método de Christensen [12]. La columna (b) contiene el parámetro no lineal β' con respecto al esfuerzo aplicado. Las líneas verticales dibujadas corresponden a la posición del esfuerzo de fluencia calculado de las curvas de esfuerzo deformación. Se observa que en general los cambios de comportamiento del parámetro β' ocurren cerca de las tensiones que marcan el paso de un régimen a otro. Por último, en la fila ZP6, columna (b), se puede observar claramente el comportamiento dúctil de la fractura: la probeta falla al esfuerzo que marca el punto de retorno de β' con respecto a σ . Una vez que la probeta falla de manera dúctil, la máquina debe ejercer cada vez menos carga para mantener la velocidad de deformación constante. Los esfuerzos se concentran en el punto de encuellamiento, por lo que el parámetro β' se mantiene constante en la zona de medición, ya que los esfuerzos que se están ejerciendo en dicho punto son pequeños, al igual que la deformación.

En las figuras 5.8 y 5.9 los resultados de las seis tracciones son expuestos en un mismo gráfico, para cada probeta. De las figuras 5.6-5.9, se extrae un segundo resultado importante: al igual que lo reportado por Salinas para cambios en la velocidad de propagación de onda v_T , el valor final de β' tras cada tracción se transforma en el valor inicial de β' de la tracción siguiente.

Si se considera que la deformación plástica se produce por una proliferación de dislocaciones, al llegar al régimen plástico en cada tracción se generan dislocaciones que quedan en el material luego de que este es llevado nuevamente a carga cero. Por lo tanto, el parámetro no lineal permanece constante hasta una nueva deformación plástica. Se observa además que en la probeta AlTrac01 los valores de β' alcanzados son mayores que aquellos obtenidos en AlTrac02. Eso es consistente con que la fractura en el primer caso se produce en el punto en que están situados los transductores, mientras en el segundo ocurre a 7 cm aproximadamente.

Por último, en la figura 5.10 son eliminados los valores de β' en el régimen elástico de cada tracción, y pegadas las secciones de las curvas posteriores al esfuerzo de fluencia calculado en la tabla 5.1. El resultado es aún más interesante que los anteriores, ya que las respuestas en el régimen plástico colapsan en una sola curva para ambos casos. El comportamiento observado es similar para ambas probetas: primero existe una zona de decrecimiento del parámetro no lineal, y luego uno o más picos son formados, en ambos casos sobre los 60 MPa.

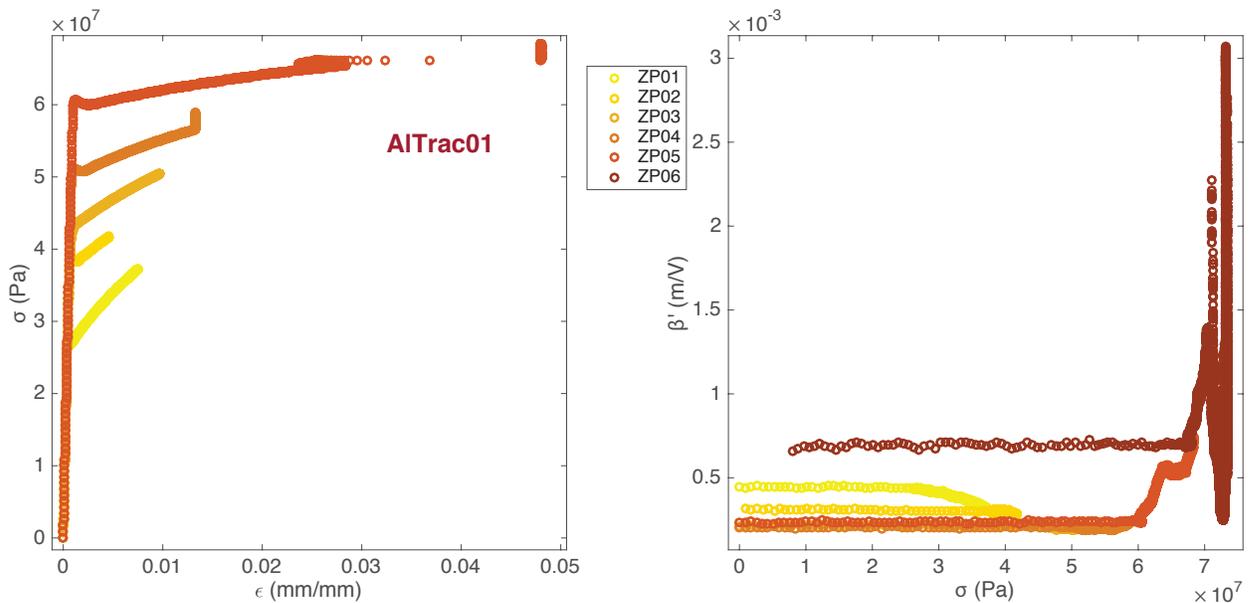


Figura 5.8: Resultados para la probeta AlTrac01. La fractura se produce en el punto sobre el que son posicionados los transductores. (a) Curva esfuerzo-deformación. El esfuerzo de fluencia sube en cada tracción, comportamiento que caracteriza los procesos de endurecimiento. (b) Se observa un comportamiento similar al que reporta Salinas en su estudio de la velocidad de propagación de onda: el punto final de una curva de β' con respecto a σ en un ensayo de tracción, determina el valor inicial de β' en la tracción siguiente.

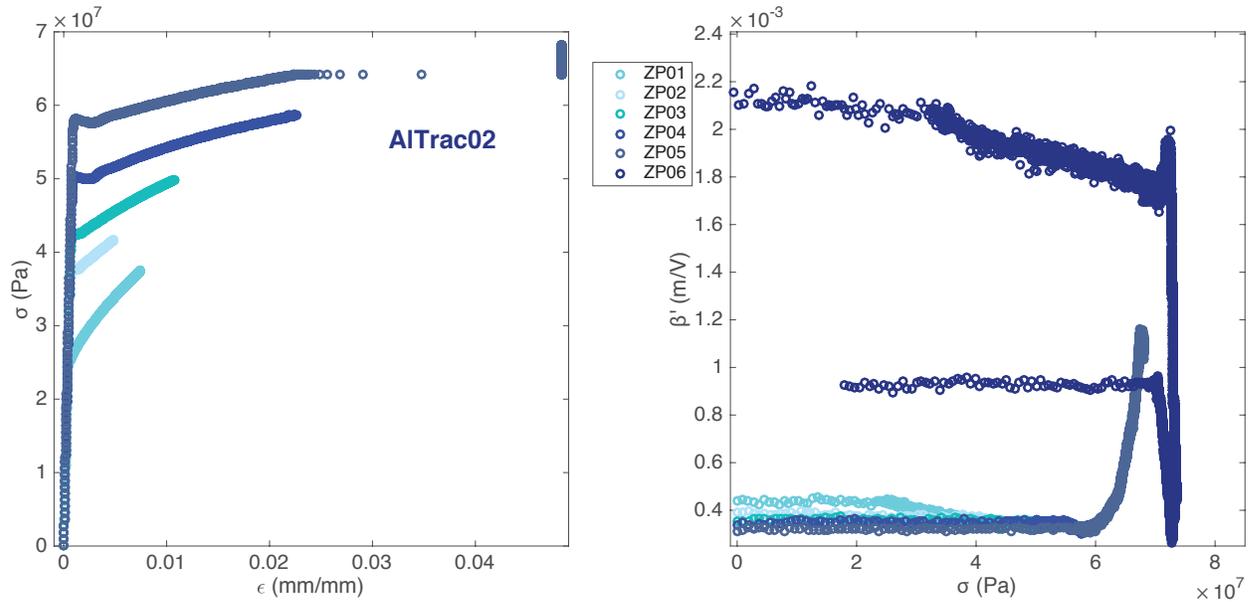


Figura 5.9: Resultados para la probeta AlTrac02. La fractura ocurre a 7 cm aproximadamente. (a) Curva esfuerzo-deformación. El esfuerzo de fluencia sube en cada tracción, comportamiento que caracteriza los procesos de endurecimiento. (b) Se observa un comportamiento similar al que reporta Salinas en su estudio de la velocidad de propagación de onda: el punto final de una curva de β' con respecto a σ en un ensayo de tracción, determina el valor inicial de β' en la tracción siguiente.

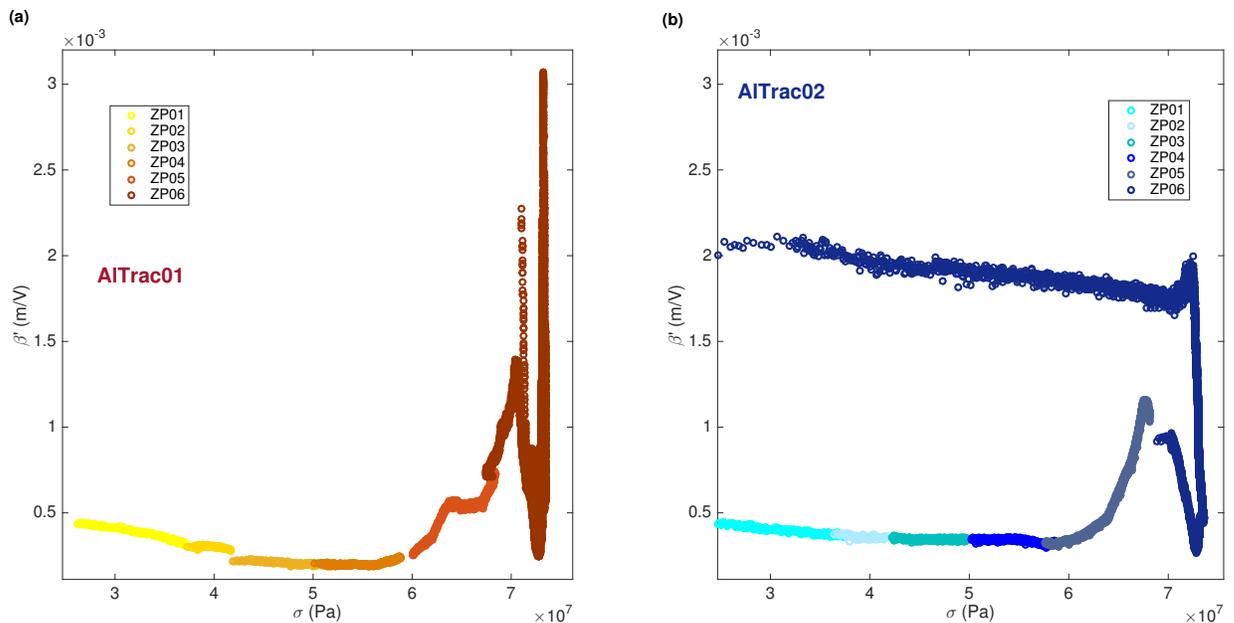


Figura 5.10: Resultados del parámetro no lineal en la zona plástica, para (a) AlTrac01 y (b) AlTrac02. Se observa que los comportamientos de β' en las zonas plásticas se unen en una misma curva, que en ambos casos presenta comportamientos similares: primero un decrecimiento, y luego la aparición de máximos.

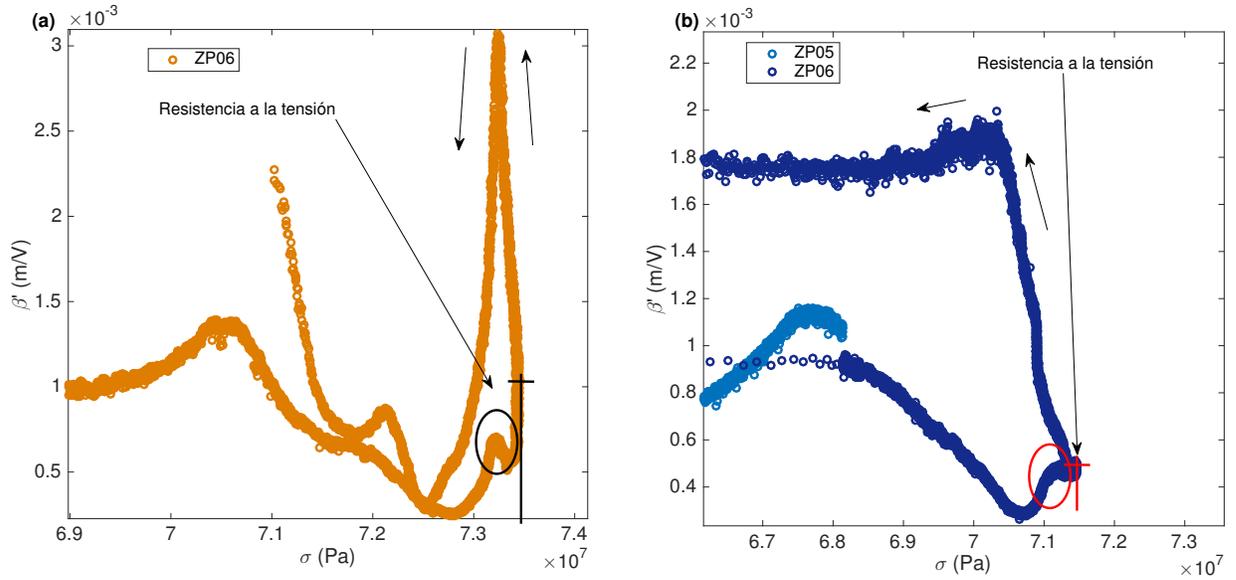


Figura 5.11: Resultados del parámetro no lineal cerca del módulo de resistencia a la tensión, para (a) AlTrac01 y (b) AlTrac02.

Para observar bien lo que ocurre con β' en cerca de la fractura, se grafica un acercamiento sobre los 60 MPa en la figura 5.11. En ambos casos se observa la aparición de un primer máximo cerca de los 70.5 MPa en AlTrac01, y de los 67.7 MPa en AlTrac02. Un segundo pico, mucho más pequeño, antecede al módulo de resistencia a la tensión, en 73.2 MPa y 71.1 MPa para AlTrac01 y AlTrac02, respectivamente. Como es de esperar, una vez alcanzado el módulo de resistencia a la tensión (marcado con una cruz en los gráficos, de 73.5 MPa para AlTrac01 y 71.2 MPa para AlTrac02), la curva de β' comienza a devolverse, ya que desde ese punto en adelante los esfuerzos comienzan a decrecer debido a la abrupta disminución del área en que se produce la fractura. Un nuevo máximo es alcanzado 73.2 MPa y 70.3 MPa en AlTrac01 y AlTrac02, respectivamente. Se observa que en general los valores de los máximos y los módulos de elasticidad calculados son un poco menores en el caso de AlTrac02 (entre 1 y 3 MPa menos). Lo anterior puede deberse a que la máquina de tracción entrega información sobre la carga aplicada. El esfuerzo es calculado como el cociente entre la carga y el área, siendo ésta dependiente del espesor, que es medido entre los transductores. Por lo tanto, lo que se tiene en los gráficos es el cambio del parámetro no lineal β' medido en un punto, con respecto al esfuerzo calculado también en dicho punto. Como en el caso de AlTrac01 la medida es realizada sobre el lugar de la fractura, es lógico que los esfuerzos medidos ahí sean mayores, ya que el espesor disminuye mucho más que en el caso de AlTrac02.

5.3. Conclusiones

Varios resultados interesantes han sido extraídos de esta investigación, así como también importantes interrogantes. Dentro de los resultados, destacan la corroboración más clara hasta el momento de la fuerte dependencia del parámetro no lineal β' con la presencia de dislocaciones. Esta confirmación se concluye a partir de dos observaciones: el parámetro se mantiene constante durante el régimen elástico, y los cambios en su comportamiento son observados posterior al esfuerzo de fluencia. Por otra parte, los valores de β' al terminar una tracción en que se ha alcanzado el régimen plástico, coinciden con los valores iniciales de la tracción siguiente. Esto se debe a que en el paso del régimen elástico al plástico se han creado dislocaciones que se mantendrán sin cambios en el material, hasta una próxima deformación plástica. Cabe resaltar la reproducibilidad de los resultados, al presentar comportamientos prácticamente iguales tras dos ensayos absolutamente independientes. Un segundo resultado interesante, es el colapso de las curvas de evolución de β' en el régimen plástico, comportamiento similar al observado por V. Salinas al estudiar la velocidad de propagación de onda v_T [18].

Las interrogantes que abre esta investigación son, en primer lugar, por qué existe una primera zona de decrecimiento del valor de β' , cuando justamente lo que se espera es que el material sea más no lineal al crearse dislocaciones (lo que es consistente con los resultados expuestos en los capítulos anteriores). En segundo lugar, cuál es el significado de los máximos que aparecen sobre los 60 MPa. Una primera hipótesis es que estos máximos podrían estar relacionados con la formación de microgrietas, surgidas de la fusión de dislocaciones. Se pueden plantear algunas formas de estudiar la relación entre los máximos en la curva β' con respecto a σ y la formación de microgrietas. La primera, es monitorear el comportamiento de β' durante una tracción, detener el ensayo al momento en que aparece el máximo, cortar la probeta e intentar visualizar si efectivamente las dislocaciones se han fusionado, dando origen a un defecto de mayor tamaño. Un segundo experimento, es traccionar distintas probetas de un mismo material original hasta diferentes valores finales de esfuerzo, y explorar sus cambios microestructurales en los puntos de medición de β' . Un tercer experimento que podría ayudar a probar el efecto de la aparición de grietas sobre el parámetro no lineal, sería someter a ensayos de tracción y caracterización acústica una probeta de resina transparente y hacer posible la visualización de la aparición de grietas previa ruptura.

Otro importante camino que se abre para explorar es el relacionado a la calibración de los transductores y la obtención de β (adimensional). En el Apéndice A se muestran resultados de una calibración realizada utilizando interferometría óptica, pero cuyos resultados arrojan valores del parámetro no lineal siete órdenes de magnitud mayores a lo esperado (valores entre 7 y 10, [96]). Una hipótesis que se plantea es que los instrumentos podrían estar añadiendo componentes de no linealidad que, como primera posible consecuencia, podrían aumentar

el tamaño del segundo armónico, permitiendo la observación de su comportamiento en los diferentes regímenes, pero dando resultados órdenes de magnitud mayores a los esperados.

Capítulo 6

Conclusiones generales y futuras investigaciones

A lo largo de esta tesis, importantes conclusiones han sido obtenidas. En el capítulo 3, métodos acústicos lineales y no lineales han sido utilizados. Se ha explorado el efecto de las dislocaciones en las propiedades elásticas macroscópicas de muestras de aluminio y cobre, sometidas a diversos tratamientos térmicos y mecánicos con el fin de diferenciar sus densidades de dislocaciones. Primero, se ha mostrado que estos métodos acústicos no destructivos son considerablemente más precisos en la determinación de cambios en la densidad de dislocaciones que métodos convencionales y destructivos, como XRD. Las medidas Λ_{RUS} permiten claras diferenciaciones entre muestras de un mismo material, pero sometidas a tratamientos diferentes, presentando errores asociados menores al 15 %, mientras las medidas Λ_{XRD} arrojan errores entre el 80 % y 500 %. Se observa además que los métodos acústicos no lineales resultan más sensibles que los lineales a cambios en la densidad de dislocaciones. La mayor sensibilidad la tiene el método NRUS, el que a su vez presenta la desventaja de restringir su aplicación a ciertas geometrías específicas de las muestras a estudiar, así como la necesidad un montaje altamente complejo. Por otra parte, se estudia el parámetro acústico no lineal β' , obtenido a través del método SHG, el que muestra menor sensibilidad a los cambios de densidad de dislocaciones que NRUS, con diferencias porcentuales entre el 14 % y el 20 % para las muestras aluminio, y el 19 % y 62 % para las de cobre. Si bien las diferencias entre las mediciones NRUS y SHG son menores para el segundo método, éste resulta ser mucho más sencillo de aplicar, presentando la posibilidad de ser implementado en ensayos con menores restricciones en cuanto a la geometría de las muestras a estudiar y con un montaje necesario para llevar a cabo las mediciones mucho menos complejo. Lo anterior da pie al estudio del parámetro acústico no lineal β' en probetas sometidas a ensayos ingenieriles estándar, con el fin de probar la utilidad de método SHG en el estudio de la ductilidad de materiales sometidos a esfuerzos mecánicos. En términos generales, el parámetro arrojado por este método crece con la densidad de dislocaciones, siendo menor en muestras que han sido sometidas a

recocido, que en aquellas sometidas a tratamientos de laminado.

En el capítulo 4, se estudian probetas de aluminio que han sido previamente sometidas a ensayos de flexión estándar. Basándose en la hipótesis de que zonas de un material sometidas a mayores esfuerzos que otras, serán a la vez zonas con mayor densidad de dislocaciones que otras, las probetas flexionadas son estudiadas espacialmente con SHG. En primer lugar, los transductores son posicionados en las caras perpendiculares a la carga, barriendo la probeta a lo largo. Se observa que a distancias de entre 2 cm y 3 cm del pivote que ejerce la carga central, el parámetro acústico crece entre dos y tres veces su valor en puntos más alejados del centro. Esto es consistente con el hecho de que es al centro donde deben proliferar más dislocaciones, debido a que es la zona con mayor deformación plástica. En segundo lugar, los transductores son posicionados en las caras paralelas a la carga. En dichas caras, diferentes zonas de compresión, tracción y no deformación pueden ser identificadas. Los resultados de β' logran detectar leves cambios debidos a dichos comportamientos, sin embargo no resultan tan concluyentes a la hora de definir cambios globales en la densidad de dislocaciones. Se propone para el futuro el estudio *in-situ* de probetas sometidas a flexión, para estudiar el comportamiento de β' a medida que deformaciones plásticas son alcanzadas.

Por último, en el capítulo 5 se explora el comportamiento del parámetro β' en probetas de aluminio mientras son sometidas a ensayos de endurecimiento por deformación. Se observa que el parámetro acústico permanece constante mientras las cargas aplicadas en las tracciones se mantienen en el régimen de respuesta elástica del material. Inmediatamente tras el paso al régimen plástico, el comportamiento de β' cambia, corroborando la fuerte dependencia de β' con la densidad de dislocaciones. Se observa además que los valores finales de β' tras una tracción que ha llegado al régimen plástico, coinciden con los valores iniciales al inicio de la siguiente tracción. Por otro lado, las curvas de β' con respecto a σ en los regímenes plásticos del material, colapsan en una misma curva, que para dos ensayos independientes, muestra resultados similares: una primera zona en que β' decrece y una segunda zona, sobre los 60 MPa, en que comienzan a aparecer máximos. El comportamiento del parámetro no ha logrado aún ser comprendido. Se presume que la aparición de máximos podría estar relacionada con la creación de microgrietas en el material. Se propone como experimento futuro monitorear el comportamiento de β' durante una tracción, detener el ensayo al momento en que aparece el máximo, cortar la probeta e intentar visualizar si efectivamente las dislocaciones se han fusionado, dando origen a un defecto de mayor tamaño. Un segundo experimento, es traccionar distintas probetas de un mismo material original hasta diferentes valores finales de esfuerzo, y explorar sus cambios microestructurales en los puntos de medición de β' . Un tercer experimento es someter a ensayos de tracción y caracterización acústica probetas de resina transparente. Tal material puede ser preparado de manera que no fracture frágilmente tan rápido, y sea posible visualizar la aparición de grietas previa ruptura.

De manera general, se concluye el excelente compromiso entre sensibilidad y aplicabilidad del método SHG en diferentes escenarios. De lograr comprenderse el comportamiento del parámetro acústico β' , sin duda su aplicación a materiales en funcionamiento, sometidos a esfuerzos constantes, podría ser de gran ayuda en la prevención de fallas, creación de nuevos protocolos de mantenimiento de máquinas o incluso en la determinación de estándares que ayuden en áreas de seguridad asociada a construcciones.

Transversal a todos los capítulos, se abre la tarea de calibrar los transductores con los que se mide el parámetro no lineal. Lo anterior quiere decir, que es necesario medir la amplitud de desplazamiento de las caras de los transductores asociada a cierto voltaje medido por ellos. Se tiene que hasta ahora los valores de β' son reportados en unidades de m/V , siendo β un parámetro adimensional. Si bien existió un primer intento aplicando mediante la técnica de interferometría (ver [A](#)), los resultados no concuerdan con lo esperado y se tiene la hipótesis de que los instrumentos podrían estar añadiendo componentes de no linealidad que, como primera posible consecuencia, podrían aumentar el tamaño del segundo armónico, permitiendo la observación de su comportamiento en los diferentes regímenes, pero dando resultados órdenes de magnitud mayores a los esperados. Como se ha introducido en el capítulo [2](#), este parámetro no lineal está relacionado con las constantes elásticas del material C_{11} y C_{111} . Por lo tanto, tras la calibración de los transductores que miden los armónicos, sería posible determinar el valor de estas dos constantes elásticas utilizando solamente métodos ultrasónicos. En el Apéndice [A](#) se indican los pasos realizados en una calibración preliminar.

Bibliografía

- [1] 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.
- [2] 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.
- [3] C. A. Espinoza. Caracterización de densidad de dislocaciones mediante espectroscopía de resonancia ultrasónica no lineal. Master's thesis, Universidad de Chile, 2013.
- [4] G. K. Williamson and R. E. Smallman. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the x-ray debye-scherrer spectrum. *Philosophical magazine*, 1(1):34–46, 2006.
- [5] R. P. I. Adler and H. M. Otte. Dislocation configurations in wire-drawn polycrystalline copper alloys: a study by x-ray diffraction. *Materials science and engineering*, 1:222–238, 1966.
- [6] R. P. I. Adler, H. M. Otte, and C. N. J. Wagner. Determination of dislocation density and stacking fault probability from x-ray powder pattern peak profiles. *Metallurgical Transactions*, 1:2375–2382, 1970.
- [7] E. J. Mittemeijer and P. Scardi. *Diffraction analysis of the microstructure of materials*. Springer-Verlag, 2004.
- [8] D. R. Askeland. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. International Thomson publishing company, 1998.
- [9] A. Sánchez. Aplicación del método cuasicontinuo para la simulación de nanohuecos en materiales cristalinos cúbicos. Master's thesis, Universidad de Sevilla, 2014.
- [10] B. Gurrutxaga-Lerma, D. S. Balint, D. Dini, and A. P. Sutton. The mechanism governing the activation of dislocation sources in aluminum at different strain rates. *Journal of mechanics and physics of solids*, (84):273:292, 2015.

- [11] ASTM. Standard test methods for tension testing of metallic materials. active standard astm e8 / e8m. Technical report, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- [12] R. M. Christensen. Observations on the definition of yield stress. *Acta mechanica*, 196:239–244, 2008.
- [13] *First Course in the Finite Element Method*. Cengage Learning, 2007.
- [14] D. Hull and D. J Bacon. *Introduction to dislocations*. Elsevier, 5th edition, 2011.
- [15] A. Maurel, V. Pagneux, F. Barra, and F. Lund. Interaction between an elastic wave and a single pinned dislocation. *Physical review B*, 72:174110, 2005.
- [16] 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. *Physical review B*, 72:174111, 2005.
- [17] F. Lund. Normal modes and acoustic properties of an elastic solid with line defects. *Physical review B*, 91:094102, 2015.
- [18] V. Salinas, C. Aguilar, R. Espinoza, F. Lund, and N. Mujica. In situ monitoring of dislocation proliferation during plastic deformation using ultrasound. *International journal of plasticity*, 97:178–193, 2017.
- [19] L. Kinsler. *Fundamentals of acoustics*. Wiley, 4th edition, 1999.
- [20] H. Khalil. *Nonlinear systems*. Prentice Hall, 1996.
- [21] C. J. Hellier. *Handbook of nondestructive evaluation*. McGraw-Hill, 2003.
- [22] Z. Yongping, Gr. R. Maev, and I. Y. Solodov. Nonlinear acoustic applications for material characterization: a review. *Canadian journal of physics*, 77:927–967, 2011.
- [23] D. E. Chimenti. Review of air-coupled ultrasonic materials characterization. *Ultrasonics*, 54(7):1804–1816, 2014.
- [24] G. Hübschen, I. Altpeter, R. Tschuncky, and H. G. Herrmann. *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods*. Elsevier, 2016.
- [25] A. A. Caru. Caracterización acústica de materiales. Master’s thesis, Universidad Austral de Chile, 2007.
- [26] A. Migliori. Resonant ultrasound spectroscopy. Technical Report 5.062.296, United States Patent, 1991.

- [27] R. G. Leisure and F. A. Willis. Resonant ultrasound spectroscopy. *Journal of physics: Condensed matter*, 9(6001-6029), 1997.
- [28] R. B. Schwarz and J. F. Vuorinen. Resonant ultrasound spectroscopy: applications, current status and q limitations. *Journal of alloys and compounds*, 310:243–250, 2000.
- [29] A. Migliori, J. L. Sarrao, W. M. 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.
- [30] A. Migliori and T. W. Darling. Resonant ultrasound spectroscopy for materials studies and non-destructive testing. *Ultrasonics*, 34:473–476, 1996.
- [31] B. J. Zadler, J. H. L. Le Rousseau, J. A. Scales, and M. L. Smith. Resonant ultrasound spectroscopy: theory and application. *Geophys. J. Int.*, 156:154–169, 2004.
- [32] T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik, and A. Borbély. Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals. *Applied crystallography*, 34:298–310, 2001.
- [33] T. J. Ulrich and K. R. McCall. Determination of elastic moduli of rock samples using resonant ultrasound spectroscopy. *Journal of the acoustical society of America*, 4(111):1667, 2002.
- [34] Y. C. Wang and R. S. Lakes. Resonant ultrasound spectroscopy in shear mode. *Review of scientific instruments*, 74(3):1371–1373, 2003.
- [35] A. Migliori and J. D. Maynard. Implementation of a modern resonant ultrasound spectroscopy system for the measurement of the elastic moduli of small solid specimens. *Review of scientific instruments*, 76:121301, 2005.
- [36] H. Ogi, K. Sato, T. Asada, and M. Hirao. Complete mode identification for resonance ultrasound spectroscopy. *Journal of the acoustical society of America*, 112(6):2553–2557, 2002.
- [37] T. Lee, R. S. Lakes, and A. Lal. Investigation of bovine bone by resonant ultrasound spectroscopy and transmission ultrasound. *Biomechan model mechanobiol*, 1:165–175, 2002.
- [38] J. H. Kinney, J. R. Gladden, G. W. Marshall, S. J. Marshal, J. H. So, and J. D. Maynard. Resonant ultrasound spectroscopy measurements of the elastic constants of human dentin. *Journal of biomechanics*, 37:437–441, 2004.

- [39] S. Bernard, Q. Grimal, and P. Laugier. Accurate measurement of cortical bone elasticity tensor with resonant ultrasound spectroscopy. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 18:12–19, 2013.
- [40] A. Savin, R. Grimberg, and M. L. Craus. Resonant ultrasound spectroscopy: applications to noninvasive examination of some medical prothesis. In *International workshop of NDT experts, Prague*, 2011.
- [41] N. Nakamura, H. Ogi, and M. Hirao. Elastic constants of chemical-vapor-deposition diamond thin films: resonance ultrasound spectroscopy with laser-doppler interferometry. *Acta materialia*, 52:765–771, 2004.
- [42] N. Nakamura, H. Ogi, and M. Hirao. Resonance ultrasound spectroscopy with laser-doppler interferometry for studying elastic properties of thin films. *Ultrasonics*, 42:491–494, 2004.
- [43] N. Nakamura, H. Ogi, M. Hirao, and Teruo Ono. Determination of anisotropic elastic constants of superlattice thin films by resonant- ultrasound spectroscopy. *Journal of applied physics*, 97:013532, 2005.
- [44] N. Nakamura, H. Ogi, H. Nitta, H. Tanei, M. Fuji, T. Yasu, and M. Hirao. Study of elastic anisotropy of cu thin films by resonant-ultrasound spectroscopy coupled with laser-doppler interferometry and pump-probe photoacoustics. *Japanese journal of applied physics*, 45(5B):4580–4584, 2006.
- [45] N. Nakamura, S. Nakashima, S. Oura, H. Ogi, and M. Hirao. Resonant-ultrasound spectroscopy for studying annealing effect on elastic constant of thin film. *Ultrasonics*, 50:150–154, 2010.
- [46] G. Liu and J. D. Maynard. Measuring elastic constants of arbitrarily shaped samples using resonant ultrasound spectroscopy. *The journal of the acoustical society of america*, 131(3):2068–2078, 2012.
- [47] D. Pasqualini, K. Heitmann, J. A. TenCate, S. Habib, D. Higdon, and P. A. Johnson. Nonequilibrium and nonlinear dynamics in berea and fontainebleau sandstones: Low-strain regime. *J. Geophys. Res.*, 112(B01204):1–16, 2007.
- [48] K. Haller. *Nonlinear acoustic applied to nondestructive testing*. Blekinge institute of technology litentiate dissertation series, 2007.
- [49] P. A. Johnson, R. A. Guyer, and L. Ostrovsky. A nonlinear mesoscopic elastic class of materials. Technical report, Los Alamos National Laboratory, 2000.

- [50] E. A. Koen, V. A. Abeele, Carmeliet J., J. A. Ten Cate, and P. A. Johnson. Nonlinear elastic wave spectroscopy (news) techniques to discern material damage. part ii: Single mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy. *Research in nondestructive evaluation*, 12(1):31–42, 2000.
- [51] P. A. Johnson and A. Sutin. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids. *Journal of the acoustical society of America*, 117(1):124–130, 2005.
- [52] P. A. Johnson. *Universality of nonclassical nonlinearity*, chapter Nonequilibrium nonlinear dynamics in solids: state of the art. Springer, 2006.
- [53] C. Payan, V. Garnier, J. Moysan, and P. A. Johnson. Applying nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to improving thermal damage assessment in concrete. *JASA express letters*, 121(4):125–130, 2007.
- [54] C. Payan, T. J. Ulrich, P. Y. Le Bas, T. Saleh, and M. Guimaraes. Quantitative linear and nonlinear resonance inspection techniques and analysis for material characterization: Application to concrete thermal damage. *Journal of the acoustical society of America*, 136(2):537–546, 2014.
- [55] M. Lott, M. C. Remillieux, P. Y. Le Bas, T. J. Ulrich, V. Garnier, and C. Payan. From local to global measurements of nonclassical nonlinear elastic effects in geomaterials. *JASA express letters*, 140(3):231–235, 2016.
- [56] S. Hauptert, G. Renaud, J. Rivière, M. Talmat, P. A. Johnson, and P. Laugier. High-accuracy acoustic detection of nonclassical component of material nonlinearity. *Journal of the acoustical society of America*, 130(5):2654–2661, 2011.
- [57] M. Muller, A. Sutin, R. A. Guyer, M. Talmat, P. Laugier, and P. A. Johnson. Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (nrus) applied to damage assessment in bone. *Journal of the acoustical society of America*, 118(6):3946–3952, 2005.
- [58] M. Muller, J. A. Tencate, T. W. Darling, A. Sutin, R. A. Guyer, M. Talmat, P. Laugier, and P. A. Johnson. Bone micro-damage assessment using non-linear resonant ultrasound spectroscopy (nrus) techniques: A feasibility study. *Ultrasonics*, 44:245–249, 2006.
- [59] M. Muller, D. Mitton, M. Talmat, P. A. Johnson, and P. Laugier. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone. *Journal of biomechanics*, 41:1062–1068, 2008.

- [60] S. Hauptert, S. Guérard, D. Mitton, F. Peyrin, and P. Laugier. Quantification of nonlinear elasticity for the evaluation of submillimeter crack length in cortical bone. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 48:210–219, 2015.
- [61] M. Forstenhaeusler. Nonlinear resonance ultrasonic spectroscopy for characterizing thermal damage in 17-4ph stainless steel. Master’s thesis, Georgia institute of technology, 2016.
- [62] K. H. Matlack, J. Y. Kim, L. J. Jacobs, and J. Qu. Review of second harmonic generation measurement techniques for material state determination in metals. *Journal of nondestructive evaluation*, pages 34–273, 2015.
- [63] A. Hikata, B. Chick, and C. Elbaum. Dislocation contribution to the second harmonic generation of ultrasonic waves. *Journal of applied physics*, 36:229–236, 1965.
- [64] J. H. Cantrell. Nonlinear dislocation dynamics at ultrasonic frequencies. *Journal of applied physics*, 105:043520, 2009.
- [65] J. Y. Kim, L. J. Jacobs, and J. Qu. Experimental characterization of fatigue damage in a nickel-base superalloy using nonlinear ultrasonic waves. *Journal of the acoustical society of America*, 120(3):1266–1273, 2006.
- [66] D. J. Barnard, G. E. Dace, and O. Buck. Acoustic harmonic generation due to thermal embrittlement of inconel 718. *Journal of nondestructive evaluation*, 16(2):67–75, 1997.
- [67] W. T. Yost, J. H. Cantrell, and M. A. Breazeale. Ultrasonic nonlinearity parameters and thirdorder elastic constants of copper between 300 and 3 °k. *Journal of applied physics*, 52(1):126–128, 1981.
- [68] J. H. Cantrell and W. T.s Yost. Acoustic harmonic generation and dislocation dynamics of fatigued aliminum alloys. *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*, 12:2059–2066, 1993.
- [69] D. C. Hurley, D. Balzar, P. T. Purtscher, and K. W. Hollman. Nonlinear ultrasonic parameter in quenched martensitic steels. *Journal of applied physics*, 83:4584–4588, 1998.
- [70] W. T. Yost and J. H. Cantrell. Fatigue cycle induced variation of the acoustic nonlinearity parameter in aluminum alloy 2024. *American institute of physics*, 509:1381, 2000.
- [71] J. H. Cantrell and W. T. Yost. Nonlinear ultrasonic characterization of fatigue microstructures. *International journal of fatigue*, 23:5487–5490, 2001.

- [72] C. Pruell, J. Y. Kim, J. Qu, and L. J. Jacobs. Evaluation of fatigue damage using nonlinear guided waves. *Smart materials and structures*, 18:1–7, 2009.
- [73] J. H. Cantrell. Nondestructive evaluation of metal fatigue using nonlinear acoustics. *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*, 28:19–32, 2009.
- [74] K. Máthis, G. Farkas, G. Garcés, and J. Gubicza. Evolution of dislocation density during compression of a mg-zn-y alloy with long period stacking ordered structure. *Materials letters*, 190:86–89, 2017.
- [75] P. Li, W. T. Yost, J. H. Cantrell, and K. Salama. Dependence of acoustic nonlinearity parameter on second phase precipitates of aluminum alloys. In *Ultrasonic Symposium*, 1985.
- [76] J. H. Cantrell, W. T. Yost, S. Razvi, P. Li, and K. Salama. Effective nonlinearity parameters of aluminum alloys as a function of volume fraction of second phase precipitates. In *Ultrasonic Symposium*, page 1075:1078, 1986.
- [77] J. H. Cantrell and K. Salama. Acoustoelastic characterisation of materials. *International materials reviews*, 36(4):125–145, 1991.
- [78] D. C. Hurley and C. M. Fortunko. Determination of the nonlinear ultrasonic parameter beta using a michelson interferometer. *Measurement science and technology*, 8:634–642, 1997.
- [79] D. C. Hurley, W. T. Yost, E. S. Boltz, and C. M. Fortunko. A comparison of three techniques to determine the nonlinear ultrasonic parameter beta. *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*, 16:1383–1390, 1997.
- [80] J. Herrmann, J. Y. Kim, L. J. Jacobs, J. Qu, J. W. Littles, and M. F. Savage. Assessment of material damage in a nickel-base superalloy using nonlinear rayleigh surface waves. *Journal of applied physics*, 99:124913, 2006.
- [81] A. Metya, H. Bar, S. Tarafder, and K. Balasubramaniam. Study of fatigue damage in if steel plate by nonlinear guided wave ultrasonic technique. In *Proceedings of first structural integrity conference and exhibition, Bangalore*, 2016.
- [82] D. J. Barnard. Variation of nonlinearity parameter at low fundamental amplitudes. *Applied physics letters*, 74(17):2447–2449, 1999.
- [83] A. Kumar, C. J. Torbet, T. M. Pollock, and J. W. Jones. In situ characterization of fatigue damage evolution in a cast al alloy via nonlinear ultrasonic measurements. *Acta materialia*, 58:2143–2154, 2010.

- [84] K. Balasubramaniam, J. Valluri, and R. Prakash. Creep damage characterization using a low amplitude nonlinear ultrasonic technique. *Materials characterization*, 62:275–286, 2011.
- [85] A. Kumar, R. R. Adharapurapu, J. W. Jones, and T. M. Pollock. In situ damage assessment in a cast magnesium alloy during very high cycle fatigue. *Scripta materialia*, 64:65–68, 2011.
- [86] J. Cabaret, V. Tournat, and P. Béquin. Amplitude-dependent phononic processes in a diatomic granular chain in the weakly nonlinear regime. *Physical review E*, 86:041305, 2012.
- [87] L. J. Jacobs. *Nonlinear ultrasonic techniques to monitor radiation damage in RPV and internal components*. U. S. department of energy.
- [88] S. Chakrapani and D. J. Barnard. Determination of acoustic nonlinearity parameter beta using nonlinear resonance ultrasound spectroscopy: theory and experiment. *Journal of the acoustical society of America*, 141(2):919–928, 2017.
- [89] B. Fultz and J. Howe. *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. Springer, 2013.
- [90] L. Fuentes. Introducción al método de rietveld, 2004.
- [91] L. Lutterorri. Materials analysis using diffraction.
- [92] L. D. Landau and E. M. Lifshitz. *Theory of elasticity*, volume 7. Elsevier, 1986.
- [93] V. E. Nazarov and A. V Radostin. *Nonlinear acoustics waves in micro-inhomogeneous solids*. Wiley, 2015.
- [94] L. K. Zarembo and V. A. Krasil’nikov. Nonlinear phenomena in the propagation of elastic waves in solids. *Soviet physics uspekhi*, 13(6):549–586, 1970.
- [95] C. G. Torre. *Foundations of wave phenomena*. Utah state university DigitalCommons@USU, 2016.
- [96] M. F. Hamilton and D. T. Blackstock. *Nonlinear acoustics*. Academic Press, 1998.
- [97] K. Naugolnykh and L. Ostrovsky. *Nonlinear wave processes in acoustics*. Cambridge texts in applied mathematics. Cambridge University Press, 1st edition, 1998.
- [98] S. N. Gurbatov, O. V. Rudenko, and A. I. Saichev. *Waves and structures in nonlinear nondispersive media*. Springer, 2011.

- [99] R.N. Thurston. *Wave propagation in fluids and normal solids*, volume 1 Part A of *Physical Acoustics: principles and methods*. Academic Press, 1964.
- [100] F. D. Murnaghan. *Finite deformations of an elastic solid*. John Wiley and Sons, 1951.
- [101] R. A. Toupin and Bernstein B. Sound waves in deformed perfectly elastic materials. acoustoelastic effect. *The journal of the acoustical society of america*, 33(2):216–225, 1961.
- [102] F. D. Murnaghan. Finite deformations of an elastic solid. *American journal of mathematics*, 59(2):235–260, 1937.
- [103] D. R. Bland. *Nonlinear dynamic elasticity*. Blaisdell Publishing Company, 1969.
- [104] A. C. Eringen and Suhubi E. S. *Elastodynamics*. Academic Press, 1974.
- [105] P. Vannucci. *Anisotropic Elasticity*. Springer, 2018.
- [106] J. H. Cantrell. Crystalline structure and symmetry dependence of acoustic nonlinearity parameters. *Journal of applied physics*, 76(6):3372–3380, 1994.
- [107] Y. Shui and I. Y. Solodov. Nonlinear properties of rayleigh and stoneley waves in solids. *Journal of applied physics*, 64(11):6155–6165, 1988.
- [108] D. Marino, J. Y. Kim, A. Ruiz, Y.S. Joo, J. Qu, and L. J. Jacobs. Using nonlinear ultrasound to track microstructural changes due to thermal aging in modified 9 *NDTE and E international*, 79:46–52, 2015.
- [109] W. J. N. de Lima and M. F. Hamilton. Finite-amplitude waves in isotropic elastic plates. *Journal of sound and vibration*, 265:819–839, 2002.
- [110] C. Bermes, J. Y. Kim, J. Qu, and L. J. Jacobs. Experimental characterization of material nonlinearity using lamb waves. *Journal of applied physics letters*, 90:21901, 2007.
- [111] M. Deng and J. Pei. Assessment of accumulated fatigue damage in solid plates using nonlinear lamb wave approach. *Applied physics letters*, 90:121902, 2007.
- [112] A. Migliori. *RUS user manual: Operation of Fortran code for determining the elastic moduli from the resonances of a rectangular parallelepiped resonator, cylinder, or sphere*. The National High Magnetic Field Laboratory, 1800 E. Paul Dirac Drive Tallahassee, FL 32310.
- [113] University of Trento. Material analysis using diffraction. *maud.radiographema.eu*.

- [114] R. C. Lincoln, K. M. Koliwad, and P. B. Ghate. Morse-potential evaluation of second- and third-order elastic constants of some cubic metals. *The physical review*, 157(3):463–466, 1967.
- [115] J. Vallin, M. Mongy, K. Salama, and O. Beckam. Elastic constants of aluminum. *Journal of applied physics*, 35:1825–1826, 1964.
- [116] H. M. Ledbetter and E. R. Naimon. Elastic properties of metals and alloys. ii. copper. *Journal of physical and chemical reference data*, 3(4):897–935, 1974.
- [117] V. A. Lubarda. New estimates of the third-order elastic constants for isotropic aggregates of cubic crystals. *Journal of the mechanics and physics of Solids*, 45(4):471–490, 1997.
- [118] ASTM. Standard test methods for bend testing of material for ductility. active standard astm e290. Technical report, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.
- [119] R. Sakaguchi and J. Powers. *Craig’s: Restorative Dental Materials*. Elsevier, 2012.
- [120] Makarena Osorio. Cambios en velocidad de propagación de onda en probetas sometidas a ensayos de flexión. Master’s thesis, Universidad de Santiago de Chile, 2018.
- [121] W. Wang, N. Roubier, G. Puel, J.M. Allain, I. Infante, J.P. Attal, and E. Vennat. A new method combining finite element analysis and digital image correlation to assess macroscopic mechanical properties of dentin. *Materials*, 8(2):535–550, 2015.
- [122] P. Hariharan. *Basics of interferometry*. Elsevier, 2 edition, 2007.

Apéndice A

Calibración de transductores

Para caracterizar el desplazamiento de las caras de los transductores usados en esta investigación, y así obtener el valor adimensional de β expuesto en la ecuación (2.77), se llevaron a cabo mediciones utilizando la técnica de interferometría óptica. Este método se instauró como técnica de laboratorio hace al menos cien años, y su uso fue ampliamente extendido tras la invención del láser. Debido a la corta longitud de onda de la luz visible (aproximadamente medio micrómetro para luz verde), variaciones muy pequeñas en la diferencia de trayectoria óptica producen cambios medibles en la intensidad de un patrón de interferencia. Como resultado, la interferometría óptica permite medidas extremadamente precisas [122].

A.1. Método de calibración y resultados

En esta investigación, las mediciones de interferometría óptica fueron realizadas en la compañía Sound and Bright (Estados Unidos), en conjunto con Mickael Messaoudi. Se utilizó un interferómetro con sensibilidad de 100 mV/nm en la banda de detección de 20 kHz a 20 MHz, a una distancia de 200 mm del objetivo, con una formación de un cono de luz de ángulo 15°. La adquisición de los datos desde el vibrómetro se realizó con un programa desarrollado por la misma compañía. Se adquirieron 1000 puntos con una frecuencia de 25 MHz y un promedio de 300 mediciones. Con el fin de reproducir las condiciones reales de excitación de muestras inspeccionadas, los transductores fueron acoplados a piezas rectangulares de aluminio, con una perforación central de 2 mm de diámetro. Lo anterior se hizo con el fin de que en las mediciones se realizaran directamente sobre la cara del transductor, pero que además se contemplara el efecto del cambio de impedancia acústica entre los transductores y las piezas, en contraposición a las medidas tradicionales llevadas a cabo con transmisión en aire (ver figura A.1).

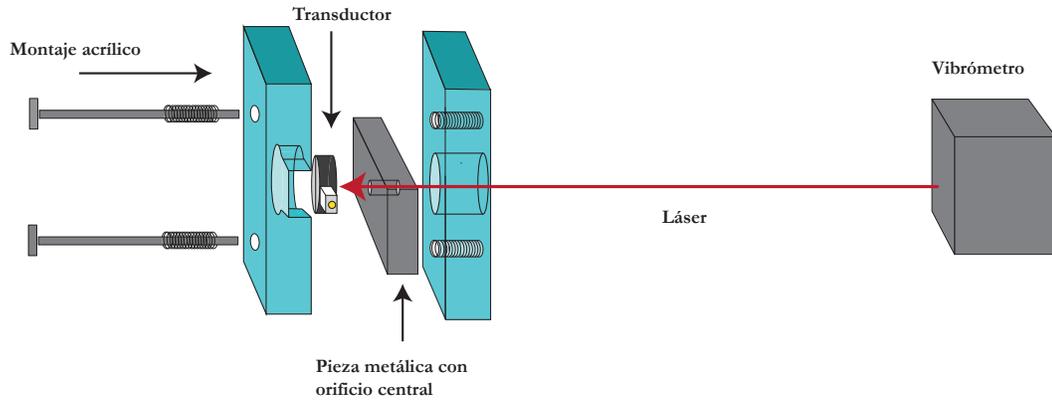


Figura A.1: Montaje experimental para la medición del desplazamiento de la cara de los transductores utilizados en esta investigación.

Los transductores fueron excitados a 3 MHz y 6 MHz, con amplitudes entre 7 Vpp y 24 Vpp. Para el envío de la señal se utilizó un generador de funciones marca Agilent, modelo 33511B. La amplificación fue realizada por medio de un amplificador marca NF, modelo HSA4011. Los transductores estudiados correspondieron a los piezoeléctricos marca Panametrics, modelos A109 y V110, resonantes a 5 MHz (un par de cada modelo). La adquisición de las señales de intensidad obtenidas por el vibrómetro se realizó nuevamente por medio de un programa propio de la empresa Sound and Bright. En la figura A.2 se muestra un ejemplo de la señal adquirida (a) y la transformada de Fourier obtenida tras el análisis (b). En la figura A.3 se observa el resultado de la calibración. En la tabla se muestran los resultados para cada transductor en cada material utilizado.

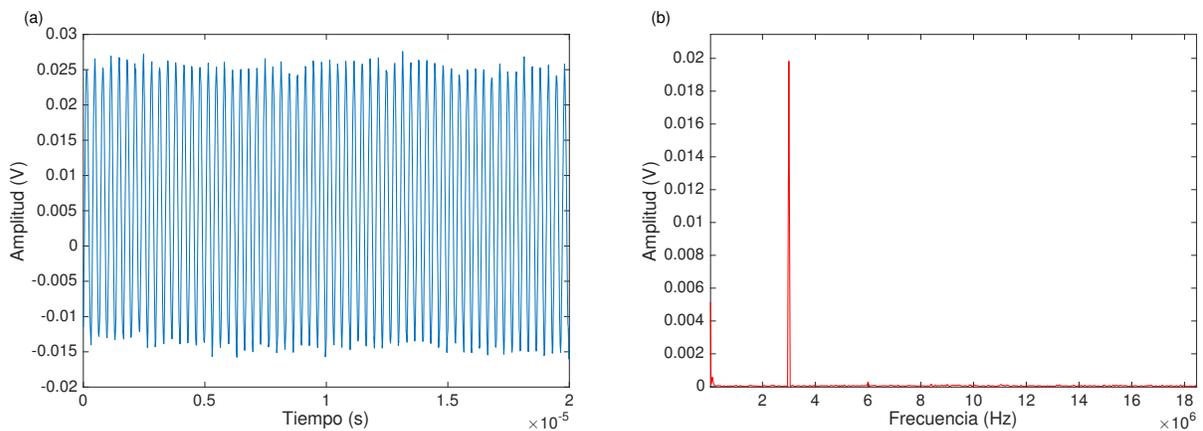


Figura A.2: (a) Señal temporal medida a través del vibrómetro para una excitación a 3 MHz. (b) FFT realizada a partir de la señal temporal.

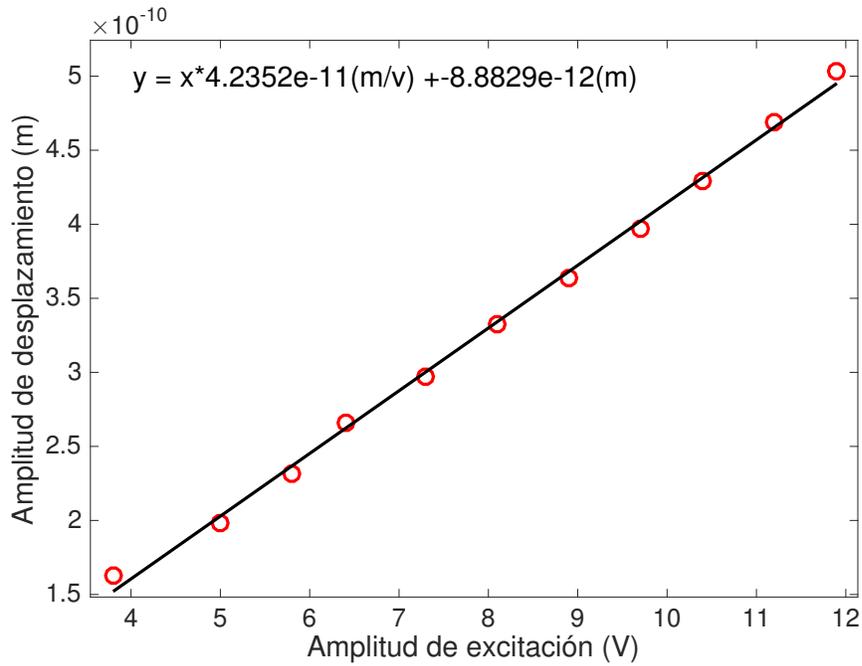


Figura A.3: Resultado de la calibración para el transductor modelo A109, número de serie 519867, excitado a 3 MHz, acoplado a una pieza de aluminio.

Excitación a 3 MHz	
Número de serie	Resultados de la calibración
A109 519867	$Y = 4.24 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} - 8.88 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
A109 519869	$Y = 5.05 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 6.47 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
V110 899658	$Y = 6.62 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} - 2.36 \times 10^{-11} \text{ (m)}$
V110 899659	$Y = 6.66 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 6.34 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
Excitación a 6 MHz	
Número de serie	Resultados de la calibración
A109 519867	$Y = 3.27 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 1.39 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
A109 519869	$Y = 3.04 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 1.18 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
V110 899658	$Y = 1.74 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 8.64 \times 10^{-12} \text{ (m)}$
V110 899659	$Y = 1.45 \times 10^{-11} * X \text{ (m/V)} + 1.75 \times 10^{-11} \text{ (m)}$

Tabla A.1: Resultados de la calibración para cuatro transductores excitados a 3 MHz y 6 MHz, con la forma $Y = a * X + b$.

A.2. Aplicación de la calibración

Para probar la calibración, se utilizan los primeros cinco datos tomados de la probeta de aluminio AlTrac02 en la zona elástica, utilizando la ecuación

$$\beta = \frac{v_L^2}{\pi x f^2} \frac{V_{2\omega} * a_{2\omega} + b_{2\omega}}{(V_{\omega} * a_{\omega} + b_{\omega})^2}, \quad (\text{A.1})$$

con $v_L = 6140$ m/s, $f = 3$ MHz, $x = 0.0161$ m, V_ω y $V_{2\omega}$ los voltajes del primer y segundo armónico, respectivamente, y las constantes a y b obtenidas de la calibración para el transductor utilizado (V110, SN899659). Los resultados son los expuestos en la tabla A.2.

V_ω (V)	$V_{2\omega}$ (V)	$\beta/10^7$
0.0203	0.0028	2.46
0.0212	0.0031	2.42
0.0221	0.0034	2.38
0.0231	0.0037	2.34
0.0240	0.0040	2.31

Tabla A.2: Resultados de β utilizando la calibración realizada.

En la literatura, los valores esperados de β están entre 7 y 10 [96], es decir siete órdenes de magnitud menores a lo obtenido mediante la calibración.

Apéndice B

Artículo publicado

Utilizando los resultados desprendidos del primer capítulo de esta tesis, se publicó un artículo en la revista *Materials*, titulado “Linear versus nonlinear acoustic probing of plasticity in metals: a quantitative assessment”, citado de la forma: Espinoza, C.; Feliú, D.; Aguilar, C.; Espinoza-González, R.; Lund, F.; Salinas, V.; Mujica, N. Linear Versus Nonlinear Acoustic Probing of Plasticity in Metals: A Quantitative Assessment. *Materials* **2018**, *11*, 2217. Se adjunta el artículo a continuación.

Article

Linear Versus Nonlinear Acoustic Probing of Plasticity in Metals: A Quantitative Assessment

Carolina Espinoza ^{1,*}, Daniel Feliú ¹, Claudio Aguilar ² , Rodrigo Espinoza-González ³,
Fernando Lund ¹, Vicente Salinas ^{1,4}  and Nicolás Mujica ¹

¹ Departamento de Física, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, Avenida Blanco Encalada 2008, Santiago 8370449, Chile; dafeliu@ug.uchile.cl (D.F.); flund@dfi.uchile.cl (F.L.); vicente.salinas@ing.uchile.cl (V.S.); nmujica@dfi.uchile.cl (N.M.)

² Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, Universidad Técnica Federico Santa María, Av. España 1680, Valparaíso 2390123, Chile; claudio.aguilar@usm.cl

³ Departamento de Ingeniería Química, Biotecnología y Materiales, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, Avenida Beauchef 851, Santiago 8370456, Chile; roespino@ing.uchile.cl

⁴ Núcleo de Matemáticas, Física y Estadística, Facultad de Estudios Interdisciplinarios, Universidad Mayor, Manuel Montt 318, Providencia 7500628, Chile

* Correspondence: carolinaespinoza@ug.uchile.cl; Tel.: +56-9-6965-4363

Received: 25 October 2018 ; Accepted: 6 November 2018; Published: 8 November 2018



Abstract: The relative dislocation density of aluminum and copper samples is quantitatively measured using linear Resonant Ultrasound Spectroscopy (RUS). For each metallic group, four samples were prepared with different thermomechanical treatments in order to induce changes in their dislocation densities. The RUS results are compared with Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy (NRUS) as well as Second Harmonic Generation (SHG) measurements. NRUS has a higher sensitivity by a factor of two to six and SHG by 14–62%. The latter technique is, however, faster and simpler. As a main result, we obtain a quantitative relation between the changes in the nonlinear parameters and the dislocation density variations, which in a first approximation is a linear relation between these differences. We also present a simple theoretical expression that explains the better sensitivity to dislocation content of the nonlinear parameters with respect to the linear ones. X-Ray diffraction measurements, although intrusive and less accurate, support the acoustics results.

Keywords: alloys; nondestructive testing; dislocation density; plasticity; ultrasound; nonlinear acoustics

1. Introduction

Plastic behavior of metallic materials is determined by dislocations, with the transition from brittle to ductile behavior being of particular interest. Dislocation density is then a key variable in order to assess the deformation state of a given sample or piece in service. Recently, several techniques have enabled the in situ study of plastic behavior and, directly or indirectly, these techniques enable the quantification of dislocation density. This has been done at the micro and nano scale, using transmission electron microscopy (TEM), scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). For example, Oh et al. [1] have reported in situ observations of dislocation nucleation and escape; Landau et al. [2] have studied dislocation patterning; Zhang et al. [3] have reported real-time correlation between flow stress and dislocation density; and Du et al. [4] have reported observations of dislocation emission. However, these are destructive techniques and, in general, small, specially prepared samples are required. In most engineering applications these conditions can not be satisfied. Therefore, in situ and non-destructive tests are desirable.

Acoustics has long been a tool for the non-destructive evaluation of materials [5–8]. It is routinely used for crack detection [9–12]. However, concerning the plastic behavior of metals and alloys, it is only

recently that progress in theoretical modeling and instrumentation development have enabled acoustic measurements to emerge as a quantitative tool to measure dislocation density. On the theory side, Maurel et al. [13,14], building on the classic work of Granato and Lücke [15] derived the following formula, valid for isotropic materials, that relates the change in dislocation density between two samples with the change in the speed of shear waves:

$$\frac{\Delta v_T}{v_T} = -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(nL^3) = -\frac{8}{5\pi^4} \Delta(\Lambda L^2), \quad (1)$$

where $\Delta v_T/v_T$ is the relative change of shear wave velocity between two samples of a material that differ in dislocation density $\Lambda = nL$, and n is the number of dislocation segments of (average) length L per unit volume. This is an extremely simple result that was experimentally verified using Resonant Ultrasound Spectroscopy (RUS) [16] by Mujica et al. [17]. In addition, Salinas et al. [18] measured nL^3 in-situ, and continuously, as a function of applied stress for aluminum under standard testing conditions. These measurements provided an experimental verification of Taylor's rule, which relates flow stress with dislocation density, with unprecedented accuracy [18]. They provide a solid basis to use velocity measurements as a nonintrusive quantitative measure, as opposed to qualitative estimate, changes in dislocation density. From a purely conceptual point of view, it is interesting to notice that the relevant dimensionless parameter that measure dislocation density is nL^3 .

Armed with this new tool, we can use it to assess the accuracy of other proposed techniques to determine dislocation density. For example, nonlinear methods have been proposed because of their potentially superior sensitivity [9]. Nonlinear acoustics has been widely used to probe material properties in many different fields, such as the nondestructive testing of single crystals and homogeneous small samples [19], geomaterials [11,20,21], biomaterials [10,12,22], and thin films [23]. Nonlinear behavior has been monitored using Rayleigh waves as well [24]. There appears to be a wide agreement in the literature that nonlinear methods are quite sensitive to small-scale inhomogeneities. Can nonlinear acoustics be used to monitor dislocation proliferation in metals and alloys?

2. Materials and Methods

The present article provides a quantitative assesment of linear versus nonlinear acoustic measurement of dislocation density in commercially pure copper and aluminum.

One nonlinear acoustic experimental method that is widely used as a non destructive evaluation tool is Second Harmonic Generation (SHG) [25]. In this method, a second harmonic wave is generated from a propagating monochromatic elastic wave, due to the anharmonicity of the elastic material and the presence of microstructural features such as dislocations. The second harmonic nonlinear response is quantified by

$$\beta = \frac{8}{xk^2} \frac{A_{2\omega}}{A_{\omega}^2}, \quad (2)$$

where k is the wave number, x is the elastic wave propagation distance, and A_{ω} and $A_{2\omega}$ are the absolute physical displacements of the fundamental and second harmonic waves [25].

A recent review [26] reports measurements of the amplitude of the second harmonic relative to the amplitude of the first harmonic, in samples of aluminum alloy and of steel before and after plastic elongation (0.2% in aluminum, 1.5% in low carbon steel). There is an unmistakable difference, at least in part attributable to the presumed difference in dislocation density. However, there does not appear to be an accepted model that quantitatively relates this difference to a specific increase in dislocation density (see [26] and references therein).

As reported above, RUS relies on linear theory. It provides a complete set of elastic constants using one single measurement of the resonant spectrum in a given ultrasonic frequency range [27]. Extending the drive amplitude beyond the linear limit into the nonlinear regime one obtains Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy (NRUS), which is based on changes of one particular resonant

frequency [9–12,28]. The corresponding frequency shift $\Delta f = f_i - f_0$ is related phenomenologically with the average strain amplitude $\Delta\epsilon$ by the nonlinear parameter α , defined through

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \alpha \Delta\epsilon = \alpha \gamma V_{rec} = \alpha' V_{rec}, \quad (3)$$

where f_0 is the resonant frequency in the linear regime. Here, we follow Payan [9]; instead of measuring the strain ϵ , we measure the pressure sensor voltage amplitude, V_{rec} , so we measure the nonlinear parameter α' , which will differ for samples with different dislocation densities. Also, we use the method of Johnson to account for the effect of temperature [29].

In this work, two groups of aluminum and copper samples have been used to perform RUS, NRUS, SHG, as well as X-ray diffraction (XRD), measurements, the latter as a control method. We show that the results using different acoustic methods are well correlated with those obtained by XRD peak broadening profile analysis. The relative sensitivity of RUS, NRUS and SHG are presented and we show that nonlinear parameters are more sensitive to the presence of dislocations than the linear ones.

99.999 at% pure aluminum and 99.95 at% pure copper samples were used to perform RUS, NRUS, SHG and XRD measurements. Sample characteristics are given in Table 1, including parallelepiped dimensions, mass density and the thermo-mechanical treatment details. From the same as-received bar, four pieces were taken to prepare the experimental samples: all samples were cold-rolled at 82.8% and 88.3% in the aluminum and copper groups, respectively. Then, three samples of each group were annealed at 450 °C for Al and 850 °C for Cu, for 15, 30 and 60 min, labeled as Roll A15, Roll A30 and Roll A60 respectively. Their melting points are 659 °C and 1083 °C, respectively. The sample without annealing was labeled only as Roll. It is well known that annealing leads to lower dislocation density, and stronger cold-rolling leads to higher dislocation density [17]. For each one of the four pieces per group, one portion was set aside for ultrasonic testing, and another two for XRD. A schematic illustration of these samples is presented in Figure 1.

Table 1. Aluminum and Copper group characteristics: rectangular parallelepiped dimensions, mass density and treatments for the four samples of each group. Columns are ordered for decreasing expected dislocation density.

Aluminum				
Parameter	Al Roll	Al Roll-A15	Al Roll-A30	Al Roll-A60
d_1 (cm)	0.501 ± 0.001	0.503 ± 0.001	0.499 ± 0.001	0.497 ± 0.001
d_2 (cm)	1.702 ± 0.001	1.704 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.709 ± 0.001
d_3 (cm)	5.002 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.004 ± 0.001	5.008 ± 0.001
ρ (g/cm ³)	2.670 ± 0.006	2.661 ± 0.006	2.672 ± 0.006	2.665 ± 0.006
Treatments				
Rolled	82.8%	82.8%	82.8%	82.8%
Annealed	-	450 °C × 15 min	450 °C × 30 min	450 °C × 60 min
Copper				
Parameter	Cu Roll 2	Cu Roll-A15	Cu Roll-A30	Cu Roll-A60
d_1 (cm)	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.401 ± 0.001	0.392 ± 0.001
d_2 (cm)	1.700 ± 0.001	1.700 ± 0.001	1.702 ± 0.001	1.701 ± 0.001
d_3 (cm)	5.006 ± 0.001	4.999 ± 0.001	5.000 ± 0.001	4.999 ± 0.001
ρ (g/cm ³)	8.882 ± 0.023	8.883 ± 0.023	8.901 ± 0.023	8.898 ± 0.023
Treatments				
Rolled	88.3%	88.3%	88.3%	88.3%
Annealed	-	850 °C × 15 min	850 °C × 30 min	850 °C × 60 min

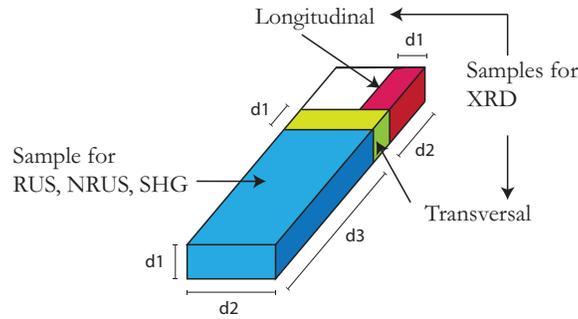


Figure 1. Schematic illustration of samples. For each thermo-mechanical treatment and for both groups, three pieces were cut for the application of acoustic methods and XRD. The longest dimension corresponds to the original's bar axis and the cold-rolling direction. Consequently, the XRD samples are named longitudinal and transversal.

The dislocation density variations are obtained from the transverse wave speed v_T measurements, which is done with RUS. For a correct application of this technique, the pieces must be modelable as perfect parallelepipeds to avoid resonance shifts [30]. The Al samples we analyzed had average dimensions $(0.500 \pm 0.003) \times (1.704 \pm 0.003) \times (5.005 \pm 0.003) \text{ cm}^3$, and average density $2.667 \pm 0.005 \text{ g/cm}^3$. The Cu samples had average dimensions $(0.399 \pm 0.005) \times (1.701 \pm 0.001) \times (5.001 \pm 0.003) \text{ cm}^3$, and average density $8.891 \pm 0.010 \text{ g/cm}^3$. Of course, precise measurements were made for each single sample in order to correctly apply the characterization methods. The XRD samples had average dimensions $(1.704 \pm 0.003) \times (0.500 \pm 0.003)^2 \text{ cm}^3$ and $(1.701 \pm 0.001) \times (0.399 \pm 0.005)^2 \text{ cm}^3$ for the Al and Cu groups, respectively.

Both the linear and the nonlinear resonant ultrasound spectroscopy used the same setup [17,31]. A schematic representation of this experimental setup, including the instrument's brand and model, is shown in Figure 2. The positioning of the sample and its assembly conditions are the same as those described in [17]. RUS is used to measure the shear wave velocity, because the shear modulus C_{44} can be determined with much higher accuracy. The drive amplitude is 1 V in the linear regime. The frequency sweep is performed between 26 kHz and 175 kHz, with 26 identified modes on average for Al. For Cu samples, the range of frequencies is 19 kHz to 127 kHz, with 21 identified modes on average. Ten independent measurements per sample were made to obtain associated statistical errors.

Imposing transverse isotropy, we have computed the anisotropy parameter $\epsilon = 1 - 2C_{44}/(C_{11} - C_{12})$ for both groups [32]; within experimental errors it is zero or very small for all samples. Additionally, we have computed the transverse wave speed imposing both isotropy and transverse isotropy in the RUS analysis and the differences obtained are $\lesssim 0.3\%$. XRD patterns show some degree of texture, which we have quantified using the March–Dollase model [33]. The March–Dollase parameters for most reflections are close to 1. However, Cu peaks (220) and Al peaks (200) have parameters smaller than 1 but with small weight factors. We finally conclude that Al and Cu samples have a low degree of texture.

For NRUS application, the set up is exactly the same as for RUS. For both the Al and Cu groups, the resonance frequency that was chosen is close to 49 kHz and 39 kHz, respectively. The exact value depends on the specific dimensions of each sample. The reason for this choice was that the selected modes were the most energetic in the frequency range studied. In the non-linear regime, we verified that the resonance is asymmetric and that its amplitude ceases to be a linear function of the excitation voltage.

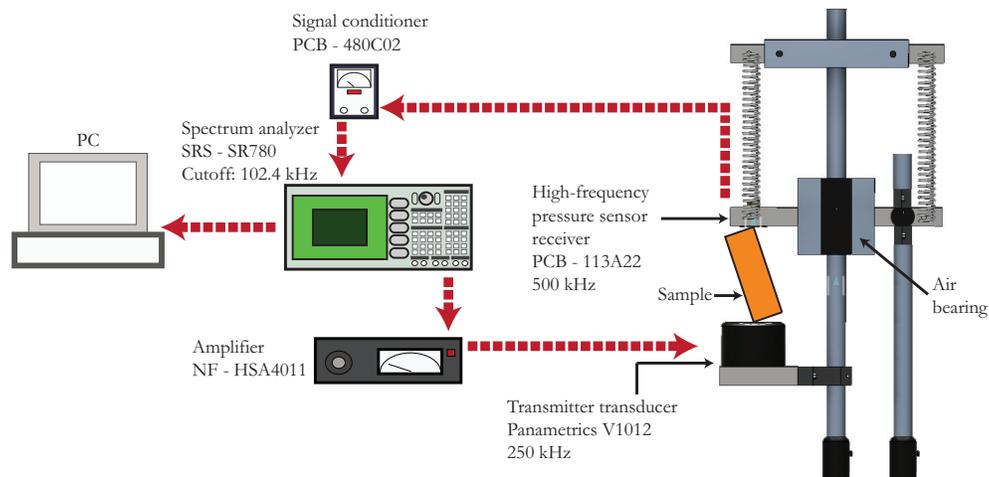


Figure 2. Schematic illustration of the experimental setup used for both RUS and NRUS. The sample is positioned between a contact ultrasonic transducer and a high frequency response pressure sensor. The set of springs and the air bearing ensure that the contact force applied to the sample is very small, which enables to compare the measured resonant frequencies with those of a free-stress parallelepiped. For resonances below 102.4 kHz a spectrum analyzer is used for the frequency sweep. Above this frequency limit, this apparatus is replaced by a National Instruments digital-to-analog acquisition card, model PCI-6251.

The third acoustic method used in this work is SHG. In this case, the experimental setup for non-linear ultrasonic measurements is simpler than for RUS and NRUS. It is shown in Figure 3. A continuous sine wave of frequency $f = 3$ MHz is transmitted into the material. Thus, a longitudinal wave is propagated across the length $d \approx 1.7$ cm of each sample of both groups and the resulting response is analyzed for its nonlinear features. Two equal transducers are placed on each side of the specimen (Panametrics—V110, resonant at 5 MHz, with element diameter 8.8 mm). Through Fourier analysis of the received signal, we measure the fundamental (A'_{ω}) and the second harmonic ($A'_{2\omega}$) amplitudes, in volts.

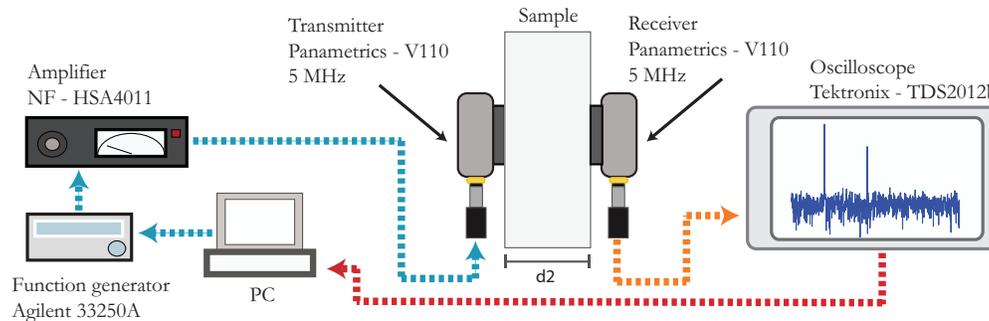


Figure 3. Schematic illustration of the experimental setup used for SHG. A sinusoidal voltage waveform is amplified and used to generate an ultrasonic signal, emitted by one of the transducers. The second one receives the transmitted signal and its FFT spectrum is computed by an oscilloscope. Both the fundamental and first harmonic amplitudes are recorded on a personal desktop computer.

In general, the non-linear parameter is presented in units of 1/Volts [25]. This is because precise transducer calibrations are difficult at such low driving amplitudes, which occur even in the non-linear regime. Thus, following Matlack [25], instead of calculating β in dimensionless form we measure

$$\beta' = A'_{2\omega} / (A'_{\omega})^2, \quad (4)$$

which is based on the amplitudes measured in voltage units.

XRD measurements were carried out with the same procedure and equipment reported by Salinas et al. [18]. Microstructural parameters such as lattice parameter a and microstrain $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$, were obtained from Rietveld refinements of the X-ray patterns with the Materials Analysis Using Diffraction (MAUD) software and LaB_6 ($a = 4.1565915(1) \text{ \AA}$) as external standard for the determination of instrumental broadening. Using the information provided by MAUD, it is possible to obtain a measurement of dislocation density Λ_{XRD} for each Al and Cu sample through

$$\Lambda_{XRD} = \frac{24\pi E \langle \epsilon^2 \rangle}{GF a^2}, \quad (5)$$

where $F \approx 5$ for FCC materials, E is Young's modulus and G is the shear modulus. The E and G values used for Al were $74.4 \pm 1.9 \text{ GPa}$ and $28.1 \pm 0.8 \text{ GPa}$, respectively. These values were calculated as an average of those reported in [27,34,35]. For Cu, E and G used were $124.5 \pm 0.7 \text{ GPa}$ and $45.4 \pm 1.2 \text{ GPa}$ respectively, obtained from [36]. We measured two pieces for the same sample of both groups, in order to have an associated statistical error, beyond that provided by the refinement.

3. Results

Figure 4 shows an example of an XRD pattern for an aluminum and copper sample. As in recent works [18], there is not one crystallite size, but rather a distribution of sizes that contribute to each diffraction peak, each one having an associated microstrain. Using the information about the volume fraction of each phase provided by MAUD, the results for Λ were calculated as a weighted average of results for different crystallite sizes.

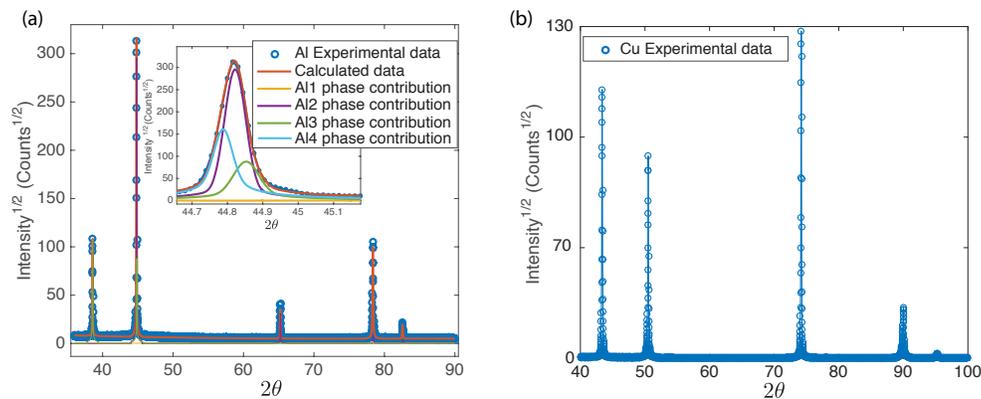


Figure 4. Example of (a) Aluminum and (b) Copper XRD pattern. (a) Five peaks are observed for Al, corresponding to different lattice planes: (111) ($2\theta = 38.55^\circ$), (200) ($2\theta = 44.81^\circ$), (220) ($2\theta = 65.21^\circ$), (311) ($2\theta = 78.35^\circ$) and (400) ($2\theta = 99.22^\circ$). Inset: A distribution of crystallite sizes (Al_i , $i = 1, 2, 3, 4$) contribute to the (200) diffraction peak (shown) as well as to the others (not shown). (b) For Cu samples, five peaks are observed in the angular range measured, corresponding to the following lattice planes: (111) ($2\theta = 43.37^\circ$), (200) ($2\theta = 50.51^\circ$), (220) ($2\theta = 74.2^\circ$), (311) ($2\theta = 90.01^\circ$) and (222) ($2\theta = 95.23^\circ$).

The results of the acoustics measurements are given in Table 2, where the behaviors of the linear and nonlinear parameters are compared and contrasted. The linear parameter v_T shows variations between purely rolled and annealed pieces between 1.7% and 2.6% for Al, and 2.9% and 4.4% for Cu. The non-linear parameters are decreasing functions of the shear velocity v_T . This means they are increasing functions of dislocation density. The parameter α' shows remarkable changes: 39% to 125% for Al, and 320% to 510% for Cu. Finally, β' has variations from 14% to 20% for Al, and 19% for 62% for Cu.

Dislocation density measurements are reported in Table 3. A RUS-determined dislocation density Λ_{RUS} is obtained using Equation (1), together with a typical dislocation segment length $L \approx 150$ nm for Al and $L \approx 230$ nm for Cu. The results for the shear wave velocity v_T reported above provide a variation between samples of $\Delta\Lambda_{RUS} \approx (4 - 7) \times 10^7 \text{ mm}^{-2}$ for the Al group and $\Delta\Lambda_{RUS} \approx (3 - 5) \times 10^7 \text{ mm}^{-2}$ for the Cu group. In both cases the associated errors are less than 20%. The XRD-determined dislocation density Λ_{XRD} , as expected, is lower for annealed samples than for purely rolled ones. However, the associated errors are so large that it is not possible to clearly differentiate between pieces within each group. In any case, the values obtained are of the same order of magnitude of the acoustically obtained values so they do provide a check on the latter method. In Figure 5, we present the quantitative relation between the variations of the nonlinear parameters with respect to the changes in dislocation density. In a first approximation, we obtain that $\Delta\alpha'$ and $\Delta\beta'$ are linearly dependent of $\Delta\Lambda_{RUS}$. This method then provides a way to obtain dislocation density variations as a function of the changes of the acoustic nonlinear parameters, with a high sensitivity compared to linear measurements. Thus, for a given material and once properly calibrated, one can indeed use the high sensitivity of the nonlinear parameters in order to quantitatively study dislocation proliferation in metals and alloys.

Table 2. Acoustic parameters, both linear and nonlinear, obtained for each group of samples compared and contrasted. Nonlinear parameters α' and β' exhibit a considerably higher change from sample to sample than the linear parameter v_T . Errors are obtained by standard deviation of ten measurements with each method. See text for symbol definition.

Aluminum			
Treatment	v_T (m/s)	$\frac{\alpha'}{10^{-4}}$ (V^{-1})	β' (V^{-1})
Roll A60	3116 ± 4	-39 ± 8	0.42 ± 0.02
Roll A30	3130 ± 7	-44 ± 7	0.39 ± 0.02
Roll A15	3146 ± 4	-63 ± 5	0.39 ± 0.02
Roll	3065 ± 4	-28 ± 5	0.49 ± 0.01
Copper			
Treatment	v_T (m/s)	$\frac{\alpha'}{10^{-4}}$ (V^{-1})	β' (V^{-1})
Roll A60	2294 ± 6	-168 ± 21	0.90 ± 0.10
Roll A30	2304 ± 4	-244 ± 31	0.35 ± 0.01
Roll A15	2326 ± 3	-176 ± 18	0.42 ± 0.01
Roll	2229 ± 4	-40 ± 10	1.11 ± 0.03

Table 3. Comparison of XRD and RUS measurements of relative dislocation density for the Al and Cu samples. Errors for XRD measurements are calculated with the contribution of the Rietveld refinement results and the statistical error from the repetition of the experiment in two pieces of the same sample (longitudinal and transversal). These errors are large and preclude a sample-to-sample comparison. By contrast, the errors associated with the acoustic measurements are sufficiently small that a quantitative comparison can be confidently provided.

Aluminum		
Compared Samples	$\frac{\Delta\Lambda_{XRD}}{10^7}$ (mm^{-2})	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{10^7}$ (mm^{-2})
Roll & Roll A60	1.24 ± 1.47	4.47 ± 0.70
Roll & Roll A30	0.87 ± 1.35	5.68 ± 0.96
Roll & Roll A15	0.42 ± 7.12	7.07 ± 0.69
Copper		
Compared Samples	$\frac{\Delta\Lambda_{XRD}}{10^7}$ (mm^{-2})	$\frac{\Delta\Lambda_{RUS}}{10^7}$ (mm^{-2})
Roll & Roll A60	2.34 ± 21.74	3.31 ± 0.51
Roll & Roll A30	4.73 ± 19.35	3.81 ± 0.41
Roll & Roll A15	5.04 ± 19.0	4.90 ± 0.35

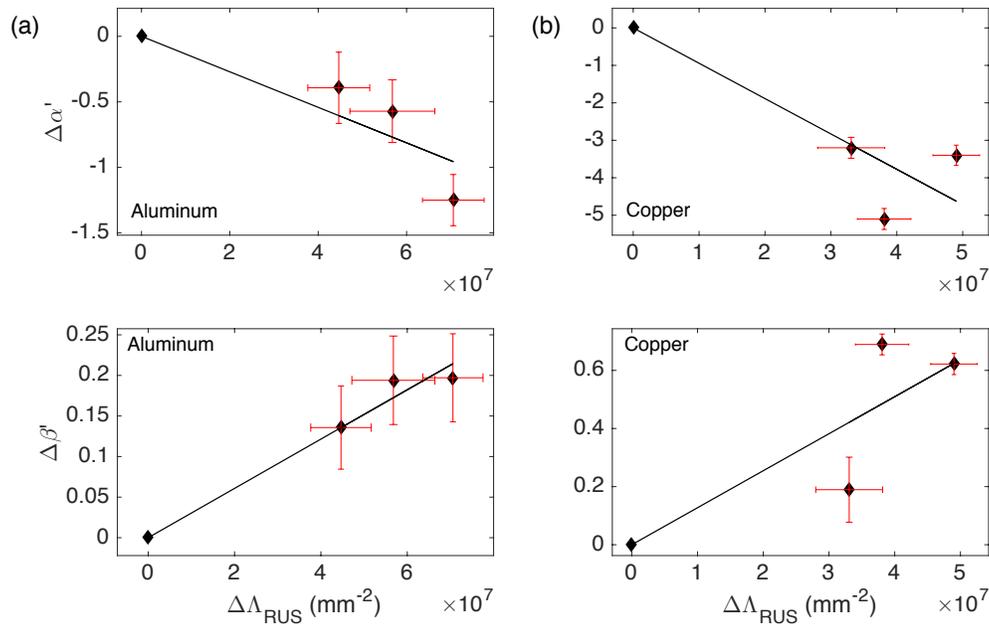


Figure 5. Normalized variations of nonlinear acoustic parameters α' and β' of each sample respect to the purely rolled one as functions of the variations of dislocation density, obtained with the linear measurements. For both groups Al and Cu, $\Delta\Lambda_{RUS}$ are similar, which are obtained from changes in the transverse elastic wave speed v_T , which are of the order of a few percent. (a) For the Al group, α' shows changes of 39% to 125% and β' of 14% to 20%; (b) For the Cu group, α' shows changes of 320% to 510%, and β' of 19% to 62%.

4. Discussion

The nonlinear parameter β is defined through $\beta \equiv -[3 + (C_{111}/C_{11})]$ [25], with C_{11} and C_{111} the second- and third-order longitudinal elastic constants given by $\sigma = C_{11}\epsilon + (C_{111} + C_{11})\epsilon^2 + \dots$, where σ is stress and ϵ is strain. We already know [14] that n dislocation segments of length L per unit volume induce a change ΔC_{11} given by $\Delta C_{11}/C_{11} = -32\Delta(nL^3)/(45\pi^2)$. The influence of dislocations on β has been studied by several authors [37–41]. Since this influence is a small effect, one has that the change induced is proportional to dislocation density: $\Delta C_{111}/C_{111} = B\Delta(nL^3)$, with a dimensionless constant B that depends on the geometry and modeling employed. A simple calculation shows

$$\Delta\beta = -\left(\frac{\Delta C_{111}}{C_{111}} - \frac{\Delta C_{11}}{C_{11}}\right) \frac{C_{111}}{C_{11}}. \quad (6)$$

Since, for aluminum and copper $C_{111} \sim -10C_{11}$ [42], this formula provides, a rationale for understanding the factor of ten higher sensitivity of β to dislocation density, compared to the second order coefficient, as well as its increase, as long as $\Delta C_{111}/C_{111} > \Delta C_{11}/C_{11}$.

The parameter α depends on the coupling between the different normal modes of an elastic sample due to nonlinearities. Chakrapani and Barnard [43] have determined, both theoretically and experimentally, the value of α for a purely longitudinal mode of a thin beam, and have inferred that $\beta = -K\alpha$ with $K > 0$. Our measurements of α' and β' are consistent with this result (we remind that from Equations (3) and (4), we have $\alpha' \propto \alpha$ and $\beta' \propto \beta$). In particular, when the dislocation density increases the material is more nonlinear with respect to β , as it increases, but less nonlinear for α as it decreases in its absolute value. However, further investigation and modeling are needed to ascertain a precise formula for the influence of dislocations on the parameter α .

5. Conclusions

We have measured the change in the nonlinear parameters β' and α' as a function of the change in dislocation density in copper and aluminum, the change in dislocation density nL^3 being determined by linear acoustics. We have determined that a change of nL^3 by a factor of ten leads to a 20–60% change in β' , and to a factor of two to six change in α' . We also explain the difference in about a factor of ten between the sensitivity of the linear and nonlinear measurements. These results pave the way for the use of nonlinear acoustics as a sensitive, quantitative, probe of dislocation density in metals and alloys.

Author Contributions: Conceptualization, C.E., C.A., R.E.-G., F.L., V.S. and N.M.; Sample preparation, R.E.-G.; RUS measurements and analysis, C.E., D.F. and N.M.; NRUS and SHG measurements and analysis, C.E., V.S. and N.M.; XRD measurements and analysis, C.E., V.S. and C.A.; writing, review and editing, C.E., C.A., R.E.-G., F.L., V.S. and N.M.; funding acquisition, F.L., V.S., C.A., R.E.-G. and N.M.

Funding: This work was funded by Fondecyt Grant 1160823, Fondecyt Postdoctoral Grant 3160164 and FONDEQUIP EQM 140095.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

Abbreviations

The following abbreviations are used in this manuscript:

RUS	Resonant ultrasound spectroscopy
TEM	Transmission electron microscopy
XRD	X-ray diffraction
SHG	Second harmonic generation
NRUS	Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy

References

- Oh, S.H.; Legros, M.; Kiener, D.; Dehm, G. In situ observation of dislocation nucleation and escape in a submicrometre aluminium single crystal. *Nat. Mater.* **2009**, *8*, 95–100. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Landau, P.; Schneck, R.Z.; Makov, G.; Venkert, A. In-situ TEM study of dislocation patterning during deformation in single crystal aluminum. *J. Phys. Conf. Ser.* **2010**, *241*, 012060. [[CrossRef](#)]
- Zhang, L.; Sekido, N.; Ohmura, T. real-time correlation between flow stress and dislocation density in steel during deformation. *Mater. Sci. Eng.* **2014**, *A611*, 188–193. [[CrossRef](#)]
- Du, J.; Mompou, F.; Zhang, W.-Z. In-situ TEM study of dislocation emission associated with austenite growth. *Scr. Mater.* **2018**, *145*, 62–66. [[CrossRef](#)]
- McSkimin, H.J. Pulse superposition method for measuring ultrasonic wave velocities in solids. *J. Acoust. Soc. Am.* **1961**, *33*, 12–16. [[CrossRef](#)]
- Chen, C.-H. *Ultrasonic and Advanced Methods for Nondestructive Testing and Material Characterization*; University of Massachusetts Dartmouth: North Dartmouth, MA, USA, 2007; ISBN 978-981-270-409-2.
- Chanbi, D.; Ogam, E.; Amara, S.E.; Fellah, Z. Synthesis and Mechanical Characterization of Binary and Ternary Intermetallic Alloys Based on Fe-Ti-Al by Resonant Ultrasound Vibrational Methods. *Materials* **2018**, *11*, 746. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Tiwari, K.A.; Raisutis, R. Identification and Characterization of Defects in Glass Fiber Reinforced Plastic by Refining the Guided Lamb Waves. *Materials* **2018**, *11*, 1173. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Payan, C.; Garnier, V.; Moysan, J.; Johnson, P.A. Applying nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to improving thermal damage assessment in concrete. *J. Acoust. Soc. Am.* **2007**, *121*, EL125–EL130. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Muller, M.; Sutin, A.; Guyer, R.A.; Talmat, M.; Laugier, P.; Johnson, P.A. Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to damage assessment in bone. *J. Acoust. Soc. Am.* **2005**, *118*, 3946–3952. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]

11. Payan, C.; Ulrich, T.J.; Le Bas, P.Y.; Saleh, T.; Guimaraes, M. Quantitative linear and nonlinear resonance inspection techniques and analysis for material characterization: Application to concrete thermal damage. *J. Acoust. Soc. Am.* **2014**, *136*, 537–546. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
12. Hauptert, S.; Guérard, S.; Mitton, D.; Peyrin, F.; Laugier, P. Quantification of nonlinear elasticity for the evaluation of submillimeter crack length in cortical bone. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2015**, *48*, 210–219. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
13. Maurel, A.; Pagneux, V.; Barra, F.; Lund, F. Ultrasound as a probe of plasticity? The interaction of elastic waves with dislocations. *Int. J. Bifurcat. Chaos* **2009**, *19*, 2765–2781. [[CrossRef](#)]
14. Maurel, A.; Pagneux, V.; Barra, F.; Lund, F. Wave propagation through a random array of pinned dislocations: Velocity change and attenuation in a generalized Granato and Lücke theory. *Phys. Rev. B Condens. Mater.* **2005**, *72*, 174111. [[CrossRef](#)]
15. Granato, A.; Lücke, K. Theory of Mechanical Damping Due to Dislocations. *J. Appl. Phys.* **1956**, *27*, 583. [[CrossRef](#)]
16. Migliori, A. Resonant ultrasound spectroscopy. U.S. Patent 5,062,296, 5 November 1991.
17. Mujica, N.; Cerda, M.T.; Espinoza, R.; Lisoni, J.; Lund, F. Ultrasound as a probe of dislocation density in aluminum. *Acta Mater.* **2012**, *60*, 5828–5837. [[CrossRef](#)]
18. Salinas, V.; Aguilar, C.; Espinoza-González, R.; Lund, F.; Mujica, N. In situ monitoring of dislocation proliferation during plastic deformation using ultrasound. *Int. J. Plast.* **2017**, *97*, 178–193. [[CrossRef](#)]
19. Migliori, A.; Maynard, J.D. Implementation of a modern resonant ultrasound spectroscopy system for the measurement of the elastic moduli of small solid specimens. *Rev. Sci. Instr.* **2018**, *76*, 121301. [[CrossRef](#)]
20. Ulrich, T.J.; McCall, K.R.; Guyer, R.A. Determination of elastic moduli of rock samples using resonant ultrasound spectroscopy. *J. Acoust. Soc. Am.* **2002**, *111*, 1667–1674. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
21. Johnson, P.A.; Guyer, R.A.; Ostrovsky, L.A. Nonlinear mesoscopic elastic class of materials. In Proceedings of the International Symposium on Nonlinear Acoustics, Göttingen, Germany, 1–4 September 1999.
22. Kinney, J.H.; Gladden, J.R.; Marshall, G.W.; Marshall, S.J.; So, J.H.; Maynard, J.D. Resonant ultrasound spectroscopy measurements of the elastic constants of human dentin. *J. Biomech.* **2004**, *37*, 437–441. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
23. Nakamura, N.; Ogi, H.; Hirao, M. Resonance ultrasound spectroscopy with laser-Doppler interferometry for studying elastic properties of thin films. *Ultrasonics* **2004**, *42*, 491–494. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
24. Herrmann, J. Assessment of material damage in a nickel-base superalloy using nonlinear Rayleigh surface waves. *J. Appl. Phys.* **2006**, *99*, 124913. [[CrossRef](#)]
25. Matlack, K.H.; Kim, J.Y.; Jacobs, L.J.; Qu, J. Review of Second Harmonic Generation Measurement Techniques for Material State Determination in Metals. *J. Nondestruct. Eval.* **2015**, *34*, 273. [[CrossRef](#)]
26. Hirao, M.; Ogi, H. *Electromagnetic Acoustic Transducers*; Springer: Tokyo, Japan, 2017; pp. 209–216, ISBN 978-4-431-56036-4.
27. Ogi, H.; Sato, K.; Asada, T.; Hirao, M. Complete mode identification for resonance ultrasound spectroscopy. *J. Acoust. Soc. Am.* **2002**, *112*, 2553–2557. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
28. Van Den Abeele, K.; Carmeliet, J.; Ten Cate, J.A.; Johnson, P.A. Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage. Part II: Single-mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy. *Res. Nondestruct. Eval.* **2000**, *12*, 31–42. [[CrossRef](#)]
29. Hauptert, S.; Renaud, G.; Riviere, J.; Talmant, M.; Johnson, P.A.; Laugier, P. High-accuracy acoustic detection of nonclassical component of material nonlinearity. *J. Acoust. Soc. Am.* **2011**, *130*, 2654–2661. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
30. Spoor, P.S. Elastic Properties of Novel Materials Using PVDF Film and Resonant Acoustic Spectroscopy. Ph.D. Thesis, The Pennsylvania State University, State College, PA, USA, 1996.
31. Espinoza, C. Caracterización de Densidad de Dislocaciones Mediante Espectroscopía de Resonancia Ultrasónica No Lineal. Master's Thesis, Universidad de Chile, Santiago, Chile, 2013.
32. Spoor, P.S.; Maynard, J.D.; Kortan, A.R. Elastic Isotropy and Anisotropy in Quasicrystalline and Cubic AlCuLi. *Phys. Rev. Lett.* **1995**, *75*, 3462. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
33. Zolotoyabko, E. Fast quantitative analysis of strong uniaxial texture using a March–Dollase approach. *J. Appl. Cryst.* **2013**, *46*, 1877–1879. [[CrossRef](#)]
34. Lincoln, R.C.; Koliwad, K.M.; Ghate, P.B. Morse-Potential Evaluation of Second- and Third-Order Elastic Constants of Some Cubic Metals. *Phys. Rev. Second Ser.* **1967**, *157*, 463–466. [[CrossRef](#)]

35. Vallin, J.; Mongy, M.; Salama, K.; Beckman, O. Elastic Constants of Aluminum. *J. Appl. Phys.* **1964**, *35*, 1825–1826. [[CrossRef](#)]
36. Ledbetter, H.M.; Naimon, E.R. Elastic Properties of Metals and Alloys. II. Copper. *J. Phys. Chem. Ref. Data* **1974**, *3*, 897–935. [[CrossRef](#)]
37. Cantrell, J.H. Nonlinear dislocation dynamics at ultrasonic frequencies. *J. Appl. Phys.* **2009**, *105*, 043520. [[CrossRef](#)]
38. Suzuki, T.; Hikata, A.; Elbaum, C. Anharmonicity Due to Glide Motion of Dislocations. *J. Appl. Phys.* **1964**, *35*, 2761. [[CrossRef](#)]
39. Cash, W.D.; Cai, W. Dislocation contribution to acoustic nonlinearity: The effect of orientation-dependent line energy. *J. Appl. Phys.* **2011**, *109*, 014915. [[CrossRef](#)]
40. Zhang, J.; Xuan, F.; Xiang, Y. Dislocation characterization in cold rolled stainless steel using nonlinear ultrasonic techniques: A comprehensive model. *Europhys. Lett.* **2013**, *103*, 68003. [[CrossRef](#)]
41. Zhang, J.; Xuan, F. A general model for dislocation contribution to acoustic nonlinearity. *Europhys. Lett.* **2014**, *105*, 54005. [[CrossRef](#)]
42. Lubarda, V.A. New estimates of the third-order elastic constants for isotropic aggregates of cubic crystals. *J. Mech. Phys. Solids* **1997**, *45*, 471490. [[CrossRef](#)]
43. Chakrapani, S.K.; Barnard, D.J. Determination of acoustic nonlinearity parameter (β) using nonlinear resonance ultrasound spectroscopy: Theory and experiment. *J. Acoust. Soc. Am.* **2017**, *141*, 919. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]



© 2018 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).