



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

EFFECTO DE TEMPERATURA EN CREEP FERROELÁSTICO DE
 $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

GUSTAVO ADOLFO BECERRA PALMA

PROFESOR GUÍA:
ALI AKBARIFAKHRABADI

PROFESORA CO-GUÍA:
VIVIANA MERUANE NARANJO

COMISIÓN:
ROGER BUSTAMANTE PLAZA

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el proyecto
FONDECYT regular No. 1200141

SANTIAGO DE CHILE
2022

EFECTO DE TEMPERATURA EN CREEP FERROELÁSTICO DE
 $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$

En materiales cerámicos con forma de perovskita los fenómenos de creep y ferroelasticidad se presentan de manera simultánea, dando paso al comportamiento de creep ferroelástico. En estos materiales, tanto el creep como la ferroelasticidad, corresponden a fenómenos cuya relación de esfuerzo deformación presenta un comportamiento no lineal. El creep ferroelástico en perovskitas ocurre hasta un esfuerzo límite crítico o de saturación, existiendo creep incluso a temperatura ambiente.

Entre los materiales ferroelásticos estudiados a día de hoy se encuentran perovskitas basadas en LaCoO_3 , tal como lo es el $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF), por sus aplicaciones como buen candidato a cátodo en celdas sólidas de combustión, debido a su capacidad de cumplir la función a altas temperaturas, aumentando la eficiencia del proceso.

El propósito del presente trabajo es medir y analizar los efectos de la temperatura en el creep ferroelástico de LSCF. Para lo cual, se fabrican muestras de LSCF capaces de ser sometidas a ensayos de compresión con la intención de obtener curvas de esfuerzo deformación y creep a temperaturas que comprenden entre la temperatura ambiente y 800 °C y cargas constantes de 25 y 50 [MPa].

La metodología del trabajo corresponde a la fabricación de muestras, realización de ensayos de creep bajo las condiciones de esfuerzo y temperatura mencionadas, para lo cual se utiliza un sistema de correlación de imágenes digitales (DIC) para la medición de la deformación de las muestras, además de un procesamiento de datos en MatLab para la obtención de curvas de creep y esfuerzo deformación para su posterior análisis.

Se obtienen curvas de expansión térmica, creep y esfuerzo deformación de más de 20 ensayos, los cuales son comparados entre sí, tomando en cuenta fuentes de error asociados al proceso de medición, como a la calidad y estructura de muestras.

A partir del análisis realizado se concluye que, al aumentar la temperatura del material disminuye el esfuerzo crítico en el cual se satura el cambio de dominios, dando paso a un comportamiento de creep convencional con deformación casi lineal, provocando menor deformación en comparación a temperaturas bajas. El material a bajas temperaturas experimenta creep ferroelástico en gran medida, dada la presencia de alta cantidad de dominios ferroelásticos precursores de un comportamiento de esfuerzo deformación no lineal.

Las personas somos tan buenas como el juicio que se puede hacer de la última de nuestras acciones y de la capacidad de aprender de la peor de ellas.

Agradecimientos

En primer lugar, agradezco profundamente a mi madre Sandra, a mi padre Adolfo y a mi hermano José, por apoyarme durante toda la vida en cualquier objetivo y meta que me propusiese. Brindando toda su confianza, esfuerzo y orgullo, y dándome fuerzas para seguir en mi camino. Sin ustedes no hubiese llegado al lugar en que me encuentro hoy.

A mis abuelos y abuelas Gloria, Adolfo, Helia y Clemente, por formar parte de mí. Gracias a todos los miembros de mi familia por mostrarme los valores y cualidades que permiten generar la persona que soy.

A mis amigos incondicionales Vicente, Daniel, Nicolás y José Joaquín, por estar presentes entregando toda su simpatía, apoyo y lealtad. Gracias por sus consejos y compañía en lo profesional, académico y personal. Son parte importante de lo que he logrado.

A mis profesores de toda la vida, quienes recuerdo por su dedicación y vocación. Gracias profesores y profesoras Margot, Hugo, Marcelo Arenas, Marcelo Soto, Carla, Angélica y Arquímedes.

Agradezco con especial cariño y afecto a mi compañera de vida Noelia, por todo su apoyo incondicional, por brindarme su tiempo, dedicación y amor sin dudarlo. Gracias por guiarme, aconsejarme y ser un pilar durante tantas etapas importantes de este largo camino, generando durante 10 años una conciencia y un camino que es nuestro en conjunto. Nuestro sacrificio está detrás de cada palabra de este trabajo.

Este trabajo es de ustedes. Gracias por formar parte de lo que soy a día de hoy. Espero seguir creciendo y aprendiendo como persona y hacerlos sentir orgullosos y orgullosas.

Por último, agradezco al profesor Ali por brindarme su apoyo y estar presente a lo largo de todo el trabajo realizado.

Tabla de Contenido

1. Introducción	1
Introducción	1
1.1. Objetivos	2
1.1.1. Objetivo general	2
1.1.2. Objetivos específicos	2
2. Antecedentes	3
2.1. Materiales cerámicos	3
2.2. Perovskitas	3
2.3. Termofluencia o Creep	5
2.4. Ferroelasticidad	6
2.5. Ensayo de compresión en materiales ferroelásticos	7
2.6. Creep ferroelástico	8
2.7. Medición de deformación con sistema de correlación de imágenes (DIC)	10
3. Metodología	12
3.1. Fabricación de barras de LSCF	12
3.2. Obtención de propiedades físicas	15
3.3. Pintado de muestras	15
3.4. Ensayos de creep y expansión térmica	18
3.5. Caracterización del comportamiento ferroelástico y creep ferroelástico debido a la temperatura	21
4. Resultados	22
4.1. Fabricación de muestras	22
4.2. Ensayos	24
4.2.1. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 17 [°C]	24
4.2.2. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 22 [°C]	25
4.2.3. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 31 [°C]	26
4.2.4. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 38 [°C]	27
4.2.5. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 48 [°C]	28
4.2.6. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 50 [°C]	29
4.2.7. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 60 [°C]	30
4.2.8. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 61 [°C]	31
4.2.9. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 71 [°C]	32
4.2.10. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 72 [°C]	33
4.2.11. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 72 [°C]	34

4.2.12. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 80 [°C]	35
4.2.13. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 80 [°C]	36
4.2.14. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 94 [°C]	37
4.2.15. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 305 [°C]	38
4.2.16. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 519 [°C]	39
4.2.17. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 817 [°C]	40
4.2.18. Ensayo de Creep: 25 [MPa], 52 [°C]	41
4.2.19. Ensayo de Creep: 25 [MPa], 122 [°C]	42
4.3. Difracción de rayos X	43
4.3.1. L1	43
4.3.2. L3	44
4.3.3. L5	45
4.3.4. L7	46
4.3.5. L8	47
4.3.6. L9	48
4.3.7. L11	49
4.3.8. L14	50
4.3.9. L15	51
4.3.10. L17	52
4.3.11. L18	53
4.3.12. L19	54
4.3.13. L20	55
4.3.14. B13	56
4.4. Ensayos de expansión térmica	57
5. Análisis	62
5.1. Fabricación de muestras	62
5.2. Ensayos de expansión térmica	63
5.3. Ensayos de creep	64
5.3.1. Análisis de fuentes de error en ensayos y muestras	67
5.3.1.1. Errores asociados a problemas de medición	67
5.3.1.2. Diferencias en microestructura de muestras	68
5.3.1.3. Comparación de deformación en zonas laterales	71
5.3.1.4. Comparación de muestras en diferentes ensayos	73
5.3.2. Análisis de ensayos de creep y esfuerzo deformación, 50 [MPa]	74
5.3.3. Análisis de ensayos de creep y esfuerzo deformación, 25 [MPa]	76
6. Conclusiones y recomendaciones	77
Bibliografía	79
Anexos	81
Anexo A	81
Anexo B	86

Índice de Tablas

4.1.	Propiedades físicas de muestras fabricadas, primera ronda.	22
4.2.	Propiedades físicas de muestras fabricadas, segunda ronda.	23
4.3.	Coefficientes de expansión térmica a diferentes temperaturas.	61
5.1.	Relación $l(110)/l(104)$ en muestras.	69
5.2.	Deformación máxima y remanente en cada ensayo.	75

Índice de Ilustraciones

2.1.	Estructura cristalina de perovskita.	4
2.2.	Estructura cristalina de perovskita romboédrica [3].	4
2.3.	Curva típica de creep, mostrando la dependencia temporal de la deformación [1].	5
2.4.	Curva de esfuerzo-deformación en compresión de materiales ferroelásticos [5].	7
2.5.	Definición de parámetros para caracterizar comportamiento ferroelástico [6].	8
2.6.	Comportamiento de creep en materiales ferroelásticos [7].	8
2.7.	Comportamiento de deformación en descarga en materiales ferroelásticos [7].	9
2.8.	Esquema básico de sistema de correlación digital de imágenes para superficies planas. [9].	11
3.1.	Materiales para la preparación de polvos.	12
3.2.	Materiales para la mezcla de polvos.	13
3.3.	Proceso de compactación de polvos.	14
3.4.	Pinturas para patrón moteado de muestras.	16
3.5.	Capa de pintura blanca.	16
3.6.	Moteado aleatorio con pintura oscura.	17
3.7.	Nuevo patrón, fondo oscuro y moteado blanco.	17
3.8.	Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 y horno de alta temperatura.	18
3.9.	Materiales auxiliares en realización de ensayos.	19
3.10.	Configuración de ensayos.	20
4.1.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 17°C, de muestra L3.	24
4.2.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 22°C, de muestra L12.	25
4.3.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 31°C y (c) expansión térmica de muestra L13.	26
4.4.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 38°C y (c) expansión térmica de muestra L14.	27
4.5.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 48°C y (c) expansión térmica de muestra L17.	28
4.6.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 50°C y (c) expansión térmica de muestra L3.	29
4.7.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 60°C y (c) expansión térmica de muestra L8.	30
4.8.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 61°C y (c) expansión térmica de muestra L11.	31
4.9.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 71°C y (c) expansión térmica de muestra L18.	32

4.10.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 72°C y (c) expansión térmica de muestra L9.	33
4.11.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 72°C, de muestra L10.	34
4.12.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 80°C, de muestra L9.	35
4.13.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 80°C y (c) expansión térmica de muestra L19.	36
4.14.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 94°C y (c) expansión térmica de muestra L20.	37
4.15.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 305°C y (c) expansión térmica de muestra L7.	38
4.16.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 519°C y (c) expansión térmica de muestra B13.	39
4.17.	Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 817°C y (c) expansión térmica de muestra L8.	40
4.18.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 25 [MPa] a T: 52°C, de muestra L7.	41
4.19.	Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con cara máxima de σ : 25 [MPa] a T: 122°C, de muestra L5.	42
4.20.	Difracción de rayos X en muestra L1.	43
4.21.	Difracción de rayos X en muestra L3.	44
4.22.	Difracción de rayos X en muestra L5.	45
4.23.	Difracción de rayos X en muestra L7.	46
4.24.	Difracción de rayos X en muestra L8.	47
4.25.	Difracción de rayos X en muestra L9.	48
4.26.	Difracción de rayos X en muestra L11.	49
4.27.	Difracción de rayos X en muestra L14.	50
4.28.	Difracción de rayos X en muestra L15.	51
4.29.	Difracción de rayos X en muestra L17.	52
4.30.	Difracción de rayos X en muestra L18.	53
4.31.	Difracción de rayos X en muestra L19.	54
4.32.	Difracción de rayos X en muestra L20.	55
4.33.	Difracción de rayos X en muestra B13.	56
4.34.	Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 60°C.	57
4.35.	Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 72°C.	58
4.36.	Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 519°C.	59
4.37.	Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 817°C.	60
4.38.	Curva para la obtención del coeficiente de expansión térmica de LSCF, $T_{m\acute{a}x}$: 519°C.	61
5.1.	Comportamiento de celda unitaria de materiales cerámicos cristalinos ferroelásticos bajo carga [16].	64
5.2.	Comportamiento de direcciones en granos del material al aplicar un esfuerzo superior al esfuerzo coercivo [16].	65
5.3.	Representación de comportamiento de direcciones en LSCF poroso.	65
5.4.	Imágen SEM de la superficie de una muestra porosa [8].	66
5.5.	Gráficos de creep bordes izquierdo y derecho de cara frontal.	71

5.6.	Gráficos de creep bordes izquierdo y derecho de cara frontal.	72
5.7.	Comparación de muestras en diferentes temperaturas.	73
5.8.	Efecto de temperatura en creep ferroelástico de LSCF.	75

Capítulo 1

Introducción

En los últimos años se han investigado materiales cerámicos con estructura de perovskita debido a sus propiedades únicas, las cuales permiten que sean utilizados como cátodos en celdas sólidas de combustión. Una de las propiedades de estos materiales es la ferroelasticidad, un fenómeno que muestra comportamientos de esfuerzo-deformación no lineal distintivos y que se encuentra en perovskitas basadas en LaCoO_3 , tal como es el $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF). Los estudios realizados en este tipo de perovskitas es limitado y se reduce a un pequeño número de papers publicados, en los cuales se ha investigado su comportamiento ferroelástico y curvas de esfuerzo-deformación para creep a temperatura ambiente.

La propiedad de ferroelasticidad presente en materiales como las perovskitas se basa en la existencia de dos o más simetrías cristalinas estables que se puedan manifestar en el material. Estos materiales presentan una cantidad de dominios cristalinos de dos o más fases, de manera que al someter al material ferroelástico a un esfuerzo superior a cierto esfuerzo crítico, ocurre una transición de fases en los dominios, lo cual produce un cambio de orientación de las estructuras presentes en el material. Estos cambios de orientación provocan a su vez, cambios en los esfuerzos experimentados dentro del material, redistribuyendo las cargas y esfuerzos, produciendo un comportamiento no lineal de las curvas de esfuerzo-deformación.

La forma en que se caracteriza el creep ferroelástico en LSCF corresponde a la realización de ensayos de compresión durante ciertos periodos de tiempo para obtener curvas de esfuerzo-deformación y creep. En el presente estudio se busca medir y analizar el creep ferroelástico en LSCF cuando es sometido a diferentes temperaturas.

Para conseguir determinar los efectos de la temperatura en el creep ferroelástico de LSCF, en el presente trabajo se fabrican muestras del material capaces de ser sometidas a ensayos de compresión, obteniendo así curvas de esfuerzo-deformación mediante el uso de códigos escritos en el software Matlab, además de medir la deformación de las muestras con un sistema de correlación de imágenes digitales (DIC) para obtener resultados más precisos, con menores requerimientos de aislación ante vibraciones y con ausencia de contacto directo entre el sensor de deformación y las muestras.

1.1. Objetivos

1.1.1. Objetivo general

Medir y analizar los efectos de la temperatura en el creep ferroelástico de $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF).

1.1.2. Objetivos específicos

- Fabricar muestras de LSCF para ser sometidas a ensayos de compresión.
- Aplicar métodos de medición de deformación con sistema de correlación de imágenes (DIC).
- Obtener curvas de esfuerzo-deformación y creep de LSCF a diferentes temperaturas y cargas.
- Utilizar códigos escritos en MatLab, para procesamiento de datos y posterior análisis de efectos de temperatura en creep ferroelástico del material.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Materiales cerámicos

Los materiales cerámicos son aquellos que se encuentran constituidos por elementos metálicos y no metálicos inorgánicos y son fabricados principalmente mediante un proceso térmico. El primer eslabón en el procesamiento de este tipo de material corresponde principalmente a un polvo de sus elementos constitutivos, el cual se somete a procesos de adición, compactación y sinterización a altas temperaturas. Este tipo de materiales pueden presentar estructuras cristalinas, así como también, estructuras amorfas, lo cual les brinda algunas características distintivas y especiales que se ven reflejadas en sus propiedades mecánicas. Dentro de estas propiedades se pueden encontrar un alto punto de fusión, alta resistencia a la compresión, así como también, contrario a la creencia común y como se verá en este estudio, que los materiales cerámicos no siempre son frágiles, ya que a bajas tasas de deformación y a altas temperaturas, una gran cantidad de cerámicos con tamaño de grano fino muestran comportamiento plástico [1].

2.2. Perovskitas

Perovskita es el nombre que recibe la familia de estructuras cristalinas que comparten la composición química del mineral con el mismo nombre, CaTiO_3 . La fórmula química general de las perovskitas es ABO_3 , en donde A es un catión de gran tamaño, B es un catión de tamaño medio y el oxígeno está presente como anión, unido a ambos cationes. En esta estructura, el catión A, de mayor tamaño, se encuentra en las esquinas de la celda $(0, 0, 0)$, mientras que el catión B, de tamaño medio, se dispone en la posición central de la celda $(1/2, 1/2, 1/2)$ y los átomos de oxígeno se sitúan en la posición centrada de las caras $(1/2, 1/2, 0)$. Algunas estructuras de perovskita más complejas, como el LSCF, presentan dos cationes de tipo B diferentes, con lo cual, genera distintas variantes debido a la diferencia de tamaños de sus componentes [2].

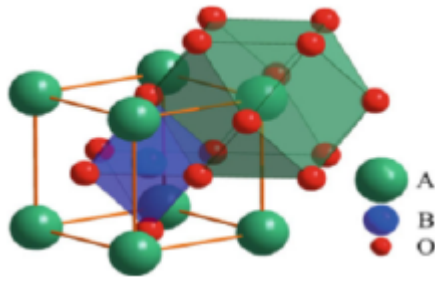


Figura 2.1: Estructura cristalina de perovskita.

Los materiales con estructura de Pervoskita presentan una amplia gama de propiedades y aplicaciones interesantes, las cuales varían dependiendo de los átomos utilizados en su estructura química. Algunas de estas propiedades corresponden a la ferroelectricidad, ferroelasticidad, magnetorresistencia, superconductividad y alto poder térmico. Entre sus aplicaciones se encuentran láseres, diodos emisores de luz, celdas fotovoltaicas y cátodos de celdas sólidas de combustión.

En el caso del LSCF, se encuentra formado por la introducción de dos tipos de átomo B en su estructura cristalina, correspondiente a Hierro (Fe) y Cobalto (Co), además de un elemento dopante que corresponde al Estroncio (Sr), esto con el objetivo de mejorar las propiedades del material, que se traducen en un menor coeficiente de expansión térmica y mayor conductividad iónica y electrónica, las cuales ayudan en la aplicación de celdas sólidas de combustión.

El LSCF, al pertenecer al grupo de las perovskitas con estructura $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$, a altas temperaturas presenta una estructura de simetría cúbica típica de una perovskita como la mostrada en la Figura 2.1. Mientras que a bajas temperaturas, presenta una simetría romboédrica, la cual se muestra en la Figura 2.2, donde las esferas azules representan al catión A, las naranjas al catión B y las rojas a los átomos de oxígeno [3].

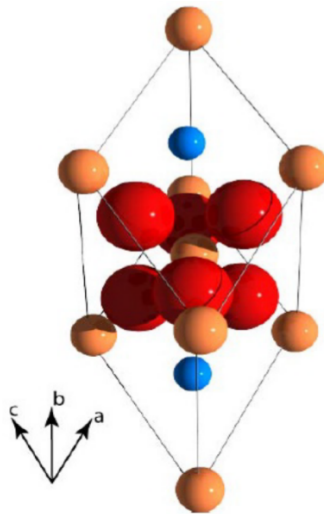


Figura 2.2: Estructura cristalina de perovskita romboédrica [3].

2.3. Termofluencia o Creep

El creep corresponde a una deformación permanente de un material bajo una carga o esfuerzo constante y temperatura constante durante una cierta cantidad de tiempo. El esfuerzo necesario para producir creep puede ser menor al de fluencia. Por otra parte, los fenómenos de difusión, deslizamiento de dislocaciones y deslizamiento de borde de grano pueden contribuir a la deformación por creep [1].

Para determinar las características del creep en un material, se realiza un ensayo de creep en una muestra a la que se le aplica un esfuerzo constante mientras sometida a cierta temperatura constante. Cuando la carga es aplicada, inicialmente la muestra se deforma en una pequeña cantidad llamada ε_o . Luego, el comportamiento de la muestra a lo largo del ensayo puede ser descrita en tres etapas, como se ve en la Figura 2.3.

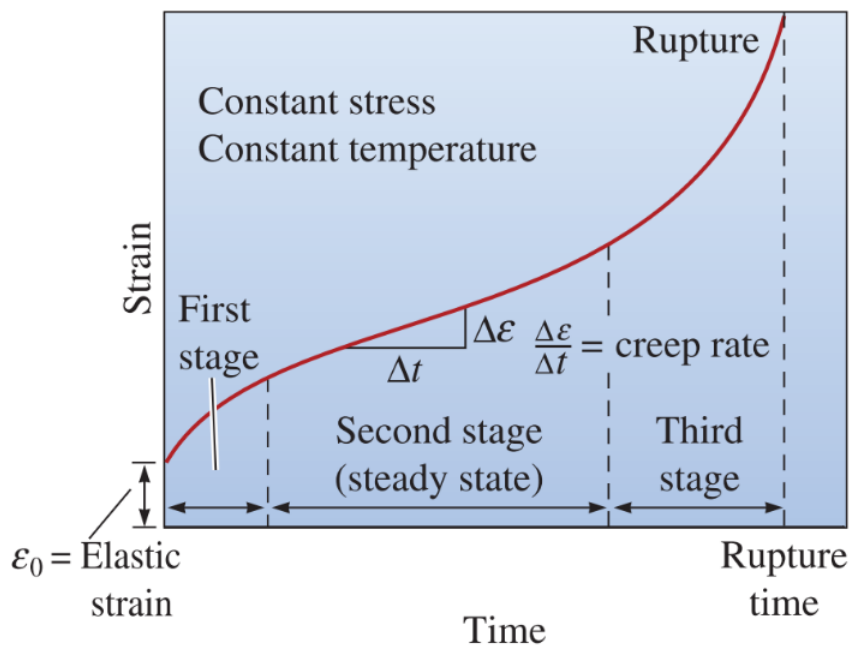


Figura 2.3: Curva típica de creep, mostrando la dependencia temporal de la deformación [1].

En la primera etapa del ensayo de creep, la deformación aumenta rápidamente, promovida por el deslizamiento de dislocaciones gracias a imperfecciones en el material. En una segunda etapa, la deformación se comporta de manera lineal dado que la tasa de deslizamiento de dislocaciones se iguala a la tasa en la cual estas son bloqueadas por otro tipo de imperfecciones. Finalmente, en la tercera etapa la deformación aumenta de manera exponencial debido a la unión de grietas dentro del material, lo cual disminuye su área transversal en ciertas zonas promoviendo mayor deformación [1].

2.4. Ferroelasticidad

La ferroelasticidad corresponde a un fenómeno propio de los materiales ferroicos, como por ejemplo, las perovskitas. Este fenómeno se manifiesta al aplicar un cierto esfuerzo sobre el material ferroelástico, provocando un cambio en las direcciones cristalinas estables del material. En el caso particular del LSCF, este presenta como estructuras estables la estructura de simetría romboédrica a bajas temperaturas y de simetría cúbica a altas temperaturas.

Se considera como material ferroelástico a aquel que presenta dominios cristalinos de dos o más fases, con orientaciones cristalinas estables y que además sea capaz de cambiar de fase mediante el sometimiento del material a un esfuerzo externo. Un dominio cristalino es una región del material con una dirección constante [4]. El método que produce este cambio de fase consiste en la aparición de una fase ferroelástica de transición al aplicar un determinado esfuerzo al material bajo ciertas condiciones. Luego, esta fase de transición se alimenta de la fase inicial, reduciéndola. Cuando esto ocurre, la fase de transición ferroelástica se somete a una serie de esfuerzos inducidos por las distorsiones ocurridas en la fase inicial. Estos esfuerzos internos se acoplan al esfuerzo externo, lo cual produce un cambio de orientación de las estructuras presentes en el material [5]. Además, los materiales ferroicos presentan histéresis, la cual es la tendencia de un material a comportarse de manera diferente en el proceso de carga y descarga en términos de esfuerzo deformación.

En un material ferroelástico, pueden coexistir dos dominios con orientaciones cristalinas distintas, formándose límites entre ellos. Como se mencionó anteriormente, al someter al material ante un esfuerzo externo, estos límites se pueden modificar, generando que los dominios diferentes adopten una reorientación en la dirección de uno u otro. Estos cambios de orientación provocan a su vez, cambios en los esfuerzos experimentados dentro del material, redistribuyendo las cargas y esfuerzos, además de que se pueden producir aumentos en la resistencia a la fractura. Lo anterior conlleva a un comportamiento no lineal del esfuerzo en función de la deformación.

El comportamiento no lineal de los materiales ferroelásticos, en especial de las perovskitas basadas en Lantano (La) y Cobalto (Co) es explicado por Araki et al. [5], cuya representación se puede observar en la Figura 2.4. En su trabajo presenta que los materiales ferroelásticos, al ser sometidos a un ensayo de compresión, al comienzo de la etapa de carga la deformación crece casi linealmente con el esfuerzo. Al superar un esfuerzo crítico o σ_c , la deformación debería mostrar un incremento progresivo con el esfuerzo aplicado, lo cual se explica debido a que algunos dominios ferroelásticos cambian por el esfuerzo externo aplicado. Luego de que la mayor cantidad posible de dominios han cambiado de orientación cristalina, o en otras palabras, se ha alcanzado la saturación de los dominios ferroelásticos, la deformación aumenta de manera lineal con el esfuerzo. Al inicio de la descarga, la deformación disminuye linealmente con el esfuerzo debido a la recuperación elástica de la deformación y finalmente, disminuye de manera no lineal debido al cambio de los dominios a su fase inicial. Luego de quitar la carga aplicada, se puede observar una deformación remanente no recuperable.

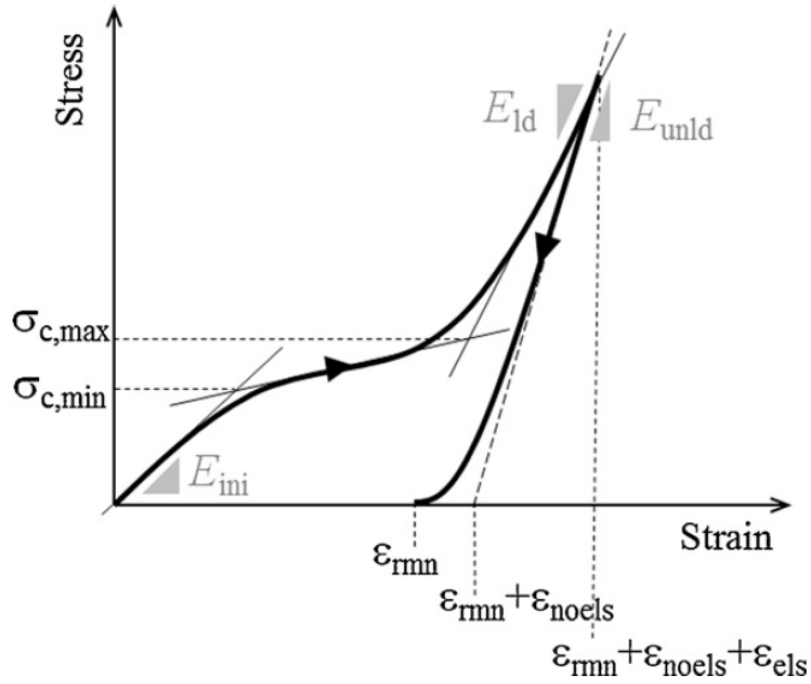


Figura 2.4: Curva de esfuerzo-deformación en compresión de materiales ferroelásticos [5].

2.5. Ensayo de compresión en materiales ferroelásticos

En el caso de los materiales ferroelásticos, como se puede observar en la Figura 2.4, la curva de esfuerzo-deformación presenta un comportamiento no lineal, lo cual significa que no se puede obtener un módulo de elasticidad a partir de ella. Para solucionar este problema, en el estudio de Araki & Malzbender [5] y Araki & Takeda et al. [6] propone la consideración de tres módulos de elasticidad para la curva no lineal.

Los parámetros para identificar el comportamiento ferroelástico del material se determinan utilizando las curvas de esfuerzo-deformación en el primer ciclo de carga y descarga de la muestra. Los tres módulos de elasticidad considerados corresponden a E_1 y E_2 , también llamados módulos previos a cambio de dominios y el módulo E_s , que corresponden al módulo presente durante cambio de dominios, los cuales se pueden apreciar en la Figura 2.5.

Además de los módulos de elasticidad mencionados, también se pueden obtener otros parámetros mediante sus intersecciones en el gráfico, tales como el esfuerzo crítico σ_c , rango de esfuerzo del cambio de dominios $\Delta\sigma_s$, deformación de cambio de dominios $\Delta\epsilon_s$, deformación elástica $\Delta\epsilon_e$ y deformación aparente de cambio de dominios $\Delta\epsilon_{as}$.

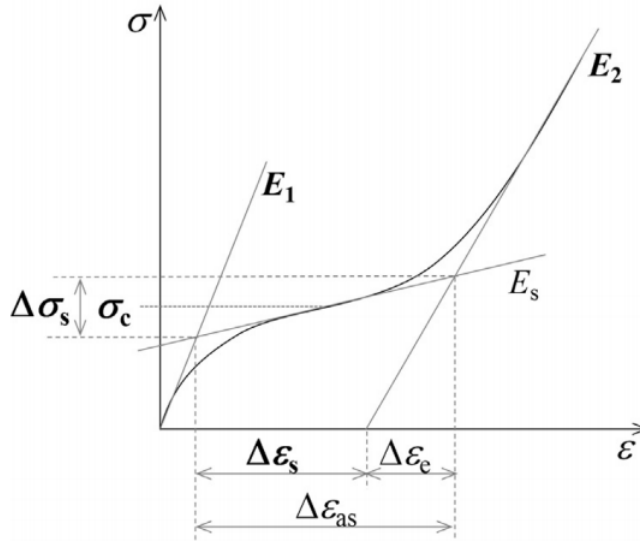


Figura 2.5: Definición de parámetros para caracterizar comportamiento ferroelástico [6].

2.6. Creep ferroelástico

El creep ferroelástico corresponde a la conjunción de los fenómenos de creep y ferroelasticidad expuestos anteriormente, además de tener relación con el esfuerzo crítico o coercivo σ_c . Un tipo de materiales en los cuales es posible observar creep ferroelástico corresponde a las perovskitas, las que presentan creep al ser sometidas a esfuerzos superiores a σ_c . El entendimiento común del creep indica que éste se produce en materiales metálicos aproximadamente a 0,5 veces la temperatura de fusión, pero el carácter ferroelástico de las perovskitas permite que este pueda ocurrir incluso a temperatura ambiente si son sometidas a cargas constantes mayores al esfuerzo de cambio de fase. Una característica especial del creep ferroelástico en materiales cerámicos, específicamente en perovskitas, que se muestra en el estudio de Orlovskaya et al. [7], es que este presenta un comportamiento exponencialmente amortiguado en el tiempo, es decir, que se alcanza un máximo de deformación a cierta cantidad de deformación de equilibrio. Lo anterior se explica debido a la ocurrencia de una saturación en el cambio de fases de los dominios cristalinos cuando el material es sometido a un esfuerzo constante, con lo cual el material deja de deformarse por creep, como se ve en la Figura 2.6.

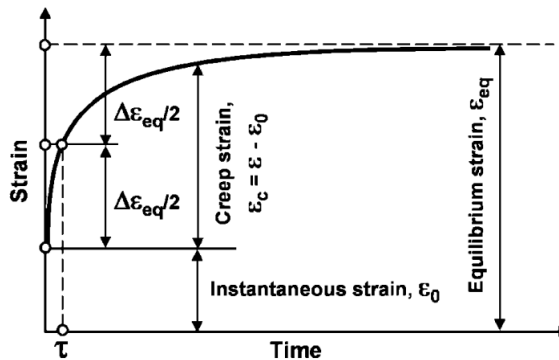


Figura 2.6: Comportamiento de creep en materiales ferroelásticos [7].

De forma similar, al descargar el material en un ensayo de compresión se observa una curva de recuperación de la deformación que también presenta un comportamiento amortiguado hasta alcanzar una deformación remanente de equilibrio, como se puede ver en la Figura 2.7.

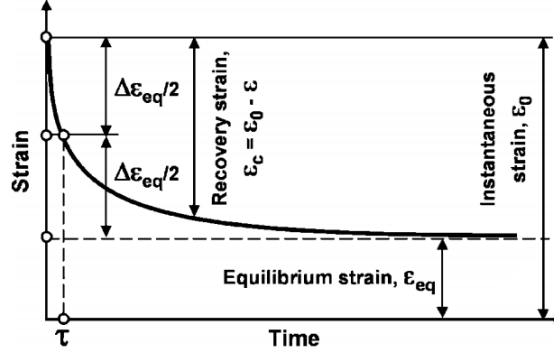


Figura 2.7: Comportamiento de deformación en descarga en materiales ferroelásticos [7].

El comportamiento del creep ferroelástico en LSCF ha sido descrito en el trabajo de Araki & Malzbender [5], en donde se propone el uso de una ley de potencia para la parte de la deformación que no presenta cambio de dominios, mientras que para el creep ferroelástico, propone el uso de una ecuación de series de Prony con relajación temporal.

La ecuación (2.1) mediante ley de potencia representa la deformación por creep antes del cambio de dominios, con parámetros de ajuste a y b y una dependencia del tiempo t .

$$\varepsilon_c = at^b \quad (2.1)$$

Por otra parte, la ecuación (2.2), mediante el uso de series de Prony con relajación temporal representa la deformación por creep durante el cambio de dominios, es decir, durante el comportamiento ferroelástico del material. Esta ecuación contiene los parámetros de ajuste i , c_i y τ_i , los cuales se asemejan a los presentes en una ecuación de movimiento amortiguado. Estos parámetros deben ser encontrados para ajustar las ecuaciones al set de datos experimentales obtenidos, de manera de evaluar el comportamiento del creep ferroelástico en el material.

$$\varepsilon_c = \sum c_i \exp(-t/\tau_i) \quad (2.2)$$

En investigaciones recientes, en búsqueda de eliminar los efectos de la deformación del material por expansión térmica en el análisis del creep de materiales ferroelásticos como el LSCF, se ha propuesto considerar de manera separada la deformación térmica de la deformación por creep como se muestra en la ecuación (2.3), donde la deformación total es el resultado la suma de las deformaciones mencionadas [8].

$$\varepsilon_t = \varepsilon_c(t, \sigma) + \varepsilon_{Th}(T) \quad (2.3)$$

$$\varepsilon_{Th}(T) = \alpha\Delta(T - T_0) \quad (2.4)$$

Donde α es el coeficiente de expansión térmica del material, el cual debe ser determinado experimentalmente mediante ensayos de expansión térmica, obteniendo la pendiente de la curva de expansión. Además, T_0 corresponde a la temperatura inicial de la muestra al llegar a la carga máxima. En este caso, al tratarse de ensayos de creep la temperatura inicial corresponde a la temperatura máxima del ensayo.

2.7. Medición de deformación con sistema de correlación de imágenes (DIC)

Es sabido que la deformación en cerámicas corresponde a un pequeño porcentaje debido a las propiedades mecánicas de estos materiales. Al realizar ensayos de creep la deformación medida es aún menor al aplicar esfuerzos mucho menores al de ruptura, es por esto, que los métodos convencionales de medición de deformación, como lo son el uso de extensómetros, son poco fiables en este tipo de ensayos al no tener condiciones de carga uniformes, sin mencionar la aparición de vibraciones de las máquinas de ensayo y el ambiente.

En casos de pequeñas deformaciones, resulta ser atractiva la utilización de sistemas de correlación digital de imágenes (DIC), al no ser necesario tener un sensor de desplazamientos acoplado directamente a la muestra, sino que es posible medir la deformación de manera externa mediante un sistema de cámaras que captura imágenes a una frecuencia establecida por el usuario para luego ser procesadas en un software que sea capaz de determinar los desplazamientos del material en una superficie de dos dimensiones.

El procedimiento para la implementación de técnicas de correlación digital de imágenes toma en cuenta tres pasos fundamentales. En primer lugar, se debe crear un patrón moteado en la superficie de las muestras con variaciones aleatorias, de manera que sea capaz de portar y transmitir la información de deformación hacia el software que procesa las imágenes obtenidas [9].

El segundo paso corresponde a la adquisición de imágenes de la superficie de la muestra, dependiendo de la aplicación y la necesidad, realizando una correcta calibración previa del sistema con objetivos de calibración de las cámaras. Se pueden generar análisis de superficies planas con una sola cámara, también llamado 2D-DIC, o dos cámaras sincronizadas enfocando una misma muestra (estereo-DIC). El sistema de correlación digital de imágenes 2D-DIC entrega posibilidad de obtener como resultado un mapa de deformación 2D así como también archivos de datos de desplazamientos. Las imágenes son almacenadas en un computador o disco de datos para el posterior procesamiento [9].

El tercer paso corresponde al cálculo de desplazamientos y determinación del campo de deformación. En el caso de la utilización de un método 2D-DIC, el campo de desplazamientos es determinado directamente al comparar las imágenes digitales registradas de la muestra, identificando el desplazamiento de píxeles de la zona de interés, utilizando algoritmos basados en correlaciones globales, diferenciación numérica o análisis de elementos finitos [9].

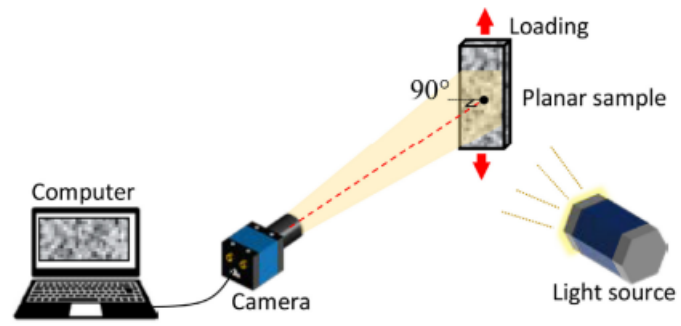


Figura 2.8: Esquema básico de sistema de correlación digital de imágenes para superficies planas. [9].

Capítulo 3

Metodología

En el presente trabajo se realizan ensayos de compresión en barras de LSCF, en los cuales se mide su deformación durante un periodo de tiempo, mientras son sometidas a esfuerzos y temperaturas constantes, con el objetivo de analizar y caracterizar el efecto de las diferentes temperaturas en el creep ferroelástico del material.

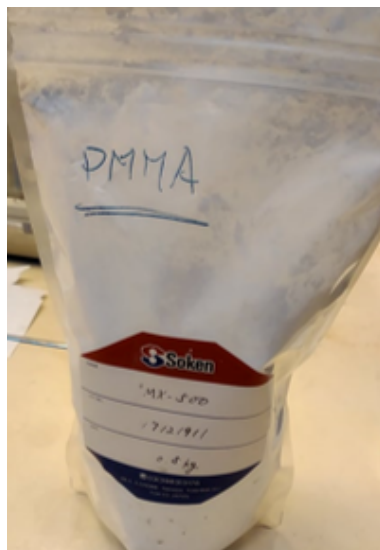
A continuación se presenta la metodología a seguir para lograr los objetivos del estudio.

3.1. Fabricación de barras de LSCF

Para la fabricación de muestras, los materiales necesarios corresponden a LSCF en forma de polvo, un material generador de porosidad, polimetilmetacrilato o PMMA y pegamento consolidador de la mezcla o PVA. Primero se decide el porcentaje en peso de polvo del material y el generador de porosidad, en este caso, los porcentajes utilizados son de 82 % LSCF y 18 % PMMA, correspondientes a un peso de 40 gramos de LSCF y 8,8 gramos de PMMA para obtener un máximo aproximado de 30 muestras en total. Los materiales mencionados se muestran en la Figura 3.1.



(a) Polvo LSCF



(b) Polvo PMMA

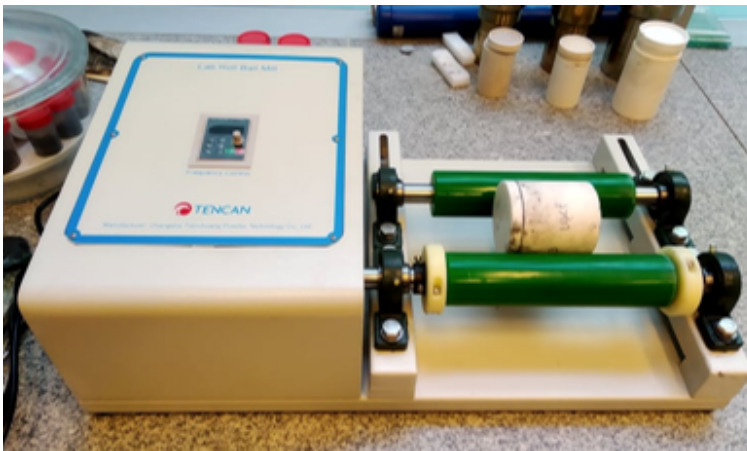


(c) PVA

Figura 3.1: Materiales para la preparación de polvos.

Luego, de manera que los polvos de LSCF y PMMA se mezclen de forma homogénea, se introducen en un recipiente cerámico con bolas en su interior, el cual se hace girar en una máquina de rodillos durante 24 horas.

El polvo resultante debe ser mezclado con pegamento PVA en proporción 5% en peso, correspondiente a 2,4 gramos. La nueva mezcla se incorpora revolviendo lentamente en un recipiente de ágata junto a un pistilo del mismo material hasta conseguir una mezcla homogénea. Luego, el polvo se vierte en tubos tipo Eppendorf, y se calcula la masa necesaria para la compactación de cada muestra según las dimensiones de las muestras requeridas. El polvo se debe verter en una matriz correspondientes a una forma de barra rectangular de $35 \times 6 \times 6$ [mm] aproximadamente, con lo cual se calcula una masa de polvo de LSCF de 3,1 gramos por barra como se muestra en la Figura 3.2.



(a) Máquina de rodillos



(b) Polvo resultante

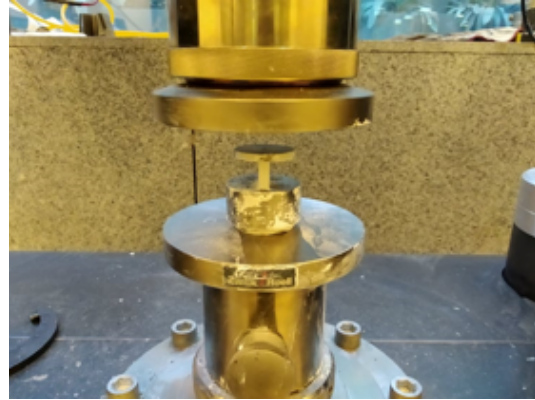
Figura 3.2: Materiales para la mezcla de polvos.

Para el proceso de compactación, los pasos a seguir corresponden, en primer lugar, a preparar la matriz metálica con la forma de las barras, aplicando a cada uno de sus componentes (Figura 3.3 (a)) un lubricante de zirconio sobre sus superficies, con el objetivo de que la muestra resultante no se adhiera a las paredes. Luego, la matriz se debe ensamblar y se procede a verter 3,1 gramos de polvo previamente preparado. El conjunto debe ser sometido a una carga de compresión uniaxial de 90 [MPa] durante un periodo de 1 minuto, para ello se utiliza la máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 presente en el laboratorio de ensayos mecánicos del Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Chile (Figura 3.3 (b)). De esta manera, se obtienen 4 barras de LSCF compactado de $35 \times 6 \times 6$ [mm] (Figura 3.3 (c)).

Posteriormente, las barras obtenidas son sinterizadas a 1200 °C, durante 3 horas con una tasa de calentamiento de 60 °C/hora y una tasa de enfriamiento de 30 °C/hora como se propone en la metodología de Akbari et al. [8]. Debido a este proceso, las dimensiones de las barras se reducen a $25 \times 4,7 \times 4,4$ [mm] aproximadamente.



(a) Matriz metálica



(b) Conjunto lubricado posicionado en máquina de ensayos.



(c) Barra de polvo de LSCF compactado.

Figura 3.3: Proceso de compactación de polvos.

Luego, cada barra es cortada en una pequeña sierra de banco, dando origen a 3 muestras de aproximadamente $8,3 \times 4,7 \times 4,3$ [mm]. En una siguiente etapa, se deben regularizar las caras de la muestra que están en contacto con la máquina de ensayos y también las caras que deben ser pintadas con patrones moteados, necesarios para la medición de deformación con los sistemas de correlación de imágenes. Para esto, se pulen las superficies de contacto, con lijas de número de grano 1500. De ser necesario un mejor acabado se pueden utilizar lijas con número de grano mayor, hasta lograr una superficie plana y paralela, sin pendientes que puedan afectar al ensayo de compresión.

3.2. Obtención de propiedades físicas

Después del proceso de fabricación de muestras, se deben obtener algunas de sus características físicas, tales como el porcentaje de porosidad y la densidad real. Para esto, se debe medir su masa y volumen.

Con estos datos, se calcula la densidad real a partir de la siguiente expresión:

$$\rho_R = \frac{m}{V} \quad (3.1)$$

Donde:

- m : Masa de la muestra [g].
- V : Volúmen de la muestra [cm^3].

Por otra parte, la porosidad está dada por la expresión:

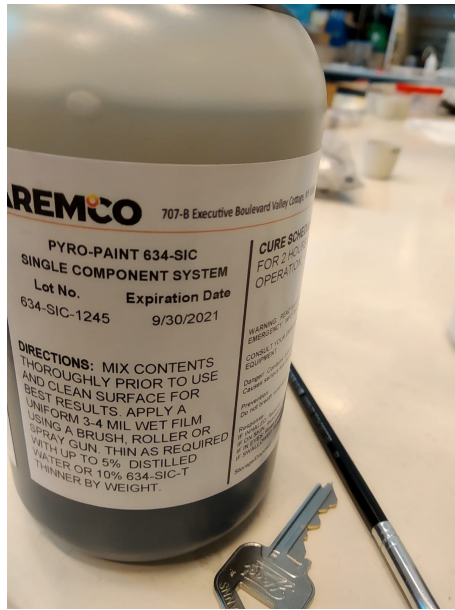
$$P_R = 1 - \frac{\rho_R}{\rho_T} \quad (3.2)$$

Donde:

- ρ_R : Densidad real de la muestra [g/cm^3].
- ρ_T : Densidad teórica del LSCF, $\rho_T = 6,3$ [g/cm^3].

3.3. Pintado de muestras

El pintado del patrón moteado sobre la superficie de las muestras es primordial para lograr una correcta medición mediante el uso de sistemas de correlación de imágenes. Además, se debe tener principal atención en utilizar materiales que sean capaces de soportar las condiciones de temperatura que ocurren durante los ensayos. Para esto, se considera una temperatura máxima de aproximadamente 800 °C. En una primera etapa se utiliza la pintura Pyro-PaintTM 634-AL, a base de Alúmina para cubrir las muestras con una película blanca que sea capaz de dar contraste. También se utiliza la pintura Pyro-PaintTM 634-SIC, a base de fosfato de aluminio y carburo de silicio, correspondiente a una pintura de color oscuro para realizar el moteado sobre la capa blanca anteriormente mencionada, las que se pueden ver en la Figura 3.4. Los materiales se encuentran presentes en el Advanced Materials Laboratory (AmLab) del Departamento de Ingeniería Civil Mecánica de la Universidad de Chile.



(a) Pyro-PaintTM 634-SIC (Oscura).



(b) Pyro-PaintTM 634-AL (Blanca).

Figura 3.4: Pinturas para patrón moteado de muestras.

Para realizar el pintado del patrón moteado, en primer lugar, se inicia con la pintura Pyro-PaintTM 634-AL (blanca) que se compone de dos fases, una sólida y una líquida, que deben ser mezcladas en proporción 3 a 1 respectivamente. Se aplica una capa de pintura sobre la muestra con un pincel fino de punta suave que no arañe la superficie de esta. Se debe dejar secar a temperatura ambiente durante 2 horas y luego realizar un proceso de curado en un horno a 94 °C durante 2 horas. El resultado de esta etapa se puede observar en la Figura 3.5.

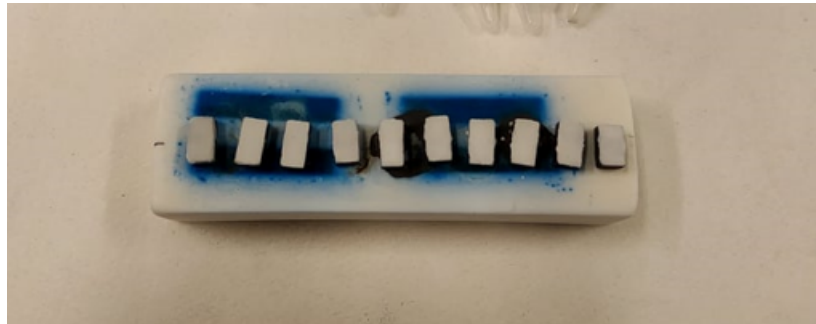


Figura 3.5: Capa de pintura blanca.

El siguiente paso del proceso corresponde al pintado del moteado oscuro sobre la superficie de las muestras, para ello se usa la pintura Pyro-PaintTM 634-SIC (oscura) de una fase. La pintura se aplica directamente a las muestras utilizando un método de salpicadura, el cual consiste en empapar con pintura los filamentos plásticos de un cepillo y moverlos para salpicar aleatoriamente las muestras. Previamente se debe quitar el exceso de pintura realizando la salpicadura sobre una superficie blanca hasta notar un tamaño consistente del patrón. Luego se aplica sobre las muestras. El resultado de esta etapa se observa en la Figura 3.6.



Figura 3.6: Moteado aleatorio con pintura oscura.

Después de aplicar el patrón de pintura oscura, se deja secar a temperatura ambiente durante 1 hora y luego realizar un proceso de curado en un horno a 426 °C durante 1 hora.

Cabe destacar, que después de la realización de cualquier ensayo es posible realizar un proceso de recocido para recuperar las muestras y que, de esta manera, vuelvan a su estado inicial para deshacerse de la deformación remanente generada por los ensayos de creep. Este proceso se lleva a cabo sometiendo a las muestras a una temperatura de 1100 °C durante 1 hora con una tasa de subida de 60 °C/hora y tasa de bajada de 30°C/hora.

Por otra parte, luego de una primera ronda de ensayos, se decidió eliminar el fondo de pintura blanco debido a que puede inducir a errores de medición de deformación por desprendimiento de la capa. De esta manera se decidió aprovechar el color oscuro propio del material como fondo y aplicar un patrón moteado con pintura blanca Pyro-PaintTM 634-AL, como se muestra en la Figura 3.7.



Figura 3.7: Nuevo patrón, fondo oscuro y moteado blanco.

3.4. Ensayos de creep y expansión térmica

Una vez se tienen las muestras preparadas, se deben realizar los ensayos de creep a diferentes temperaturas, acompañados por ensayos de expansión térmica. En cada caso, se utilizan sistemas de correlación digital de imágenes para obtener curvas de esfuerzo-deformación, expansión térmica y creep. La metodología a seguir para la realización de ensayos se detalla a continuación.

Los ensayos de creep se realizan en la máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 que se muestra en la Figura 3.8. Las muestras son situadas entre barras de alúmina y se utiliza una celda de carga Xforce HP de 5 [kN]. Se tiene un horno de alta temperatura que se puede instalar alrededor de las barras de alúmina para calentar y mantener la temperatura de manera programada en la zona donde se encuentra la muestra.

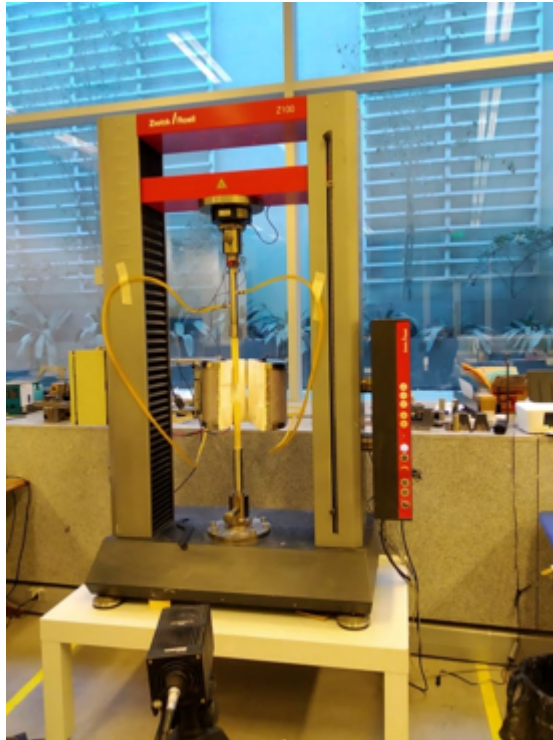


Figura 3.8: Máquina de ensayos ZWICK/ROEL Z100 y horno de alta temperatura.

Sumado a lo anterior, se utilizan algunos elementos para facilitar el proceso de medición y mejorar los resultados a obtener. Estos materiales corresponden a un ventilador de 5W para atenuar la nube de calor que se forma delante del horno, una mica cerámica delgada y transparente para aislar la temperatura al interior del horno y cubrir del calor a la cámara del sistema de correlación de imágenes, además una termocupla tipo K de alta temperatura junto a un registrador de temperatura de 4 canales para recopilar de manera precisa datos de temperatura en un archivo digital que pueda ser leído para su posterior procesamiento. Los materiales mencionados se muestran en la Figura 3.9.



(a) Ventilador 5W.



(b) Registrador de 4 canales con termocuplas.



(c) Mica cerámica aislante, filtro pasa banda Bi-440.

Figura 3.9: Materiales auxiliares en realización de ensayos.

Para la adquisición de imágenes se utiliza un sistema de correlación digital de imágenes, compuesto por equipos de adquisición e iluminación, que consisten en cámaras Phantom 450 de Dantec Dynamics acompañadas de focos LED Constellation 120. Es importante el hecho de que exista una fuente de luz artificial independiente a la sala en donde se encuentra realizando los ensayos, debido a que el cambio de intensidad de la luz puede afectar los resultados obtenidos al momento de realizar el procesamiento de los datos. Como se menciona anteriormente, se utiliza una mica cerámica para aislar la temperatura del horno y ayudar a eliminar la nube de calor frente al lente de la cámara, debido a que genera una distorsión en el aire que afecta los resultados obtenidos induciendo ruido en las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica. También se utiliza un filtro de pasa banda de manera de disminuir el efecto de radiación de cuerpo negro emitido por el horno y que pueda afectar en la calidad de las imágenes.

Los ensayos de creep se realizan a diferentes cargas y temperaturas. En principio se realizan ensayos con cargas aplicadas de 50 [MPa] y 25 [MPa] a temperaturas entre temperatura ambiente y 800 °C. Las velocidades de carga y descarga utilizadas son de 120 [N/min], mientras que la carga máxima es mantenida por un periodo de 3, 5 o 24 horas, considerando una carga mínima de 5 [N], siguiendo la metodología expuesta por Akbari et al. [8].

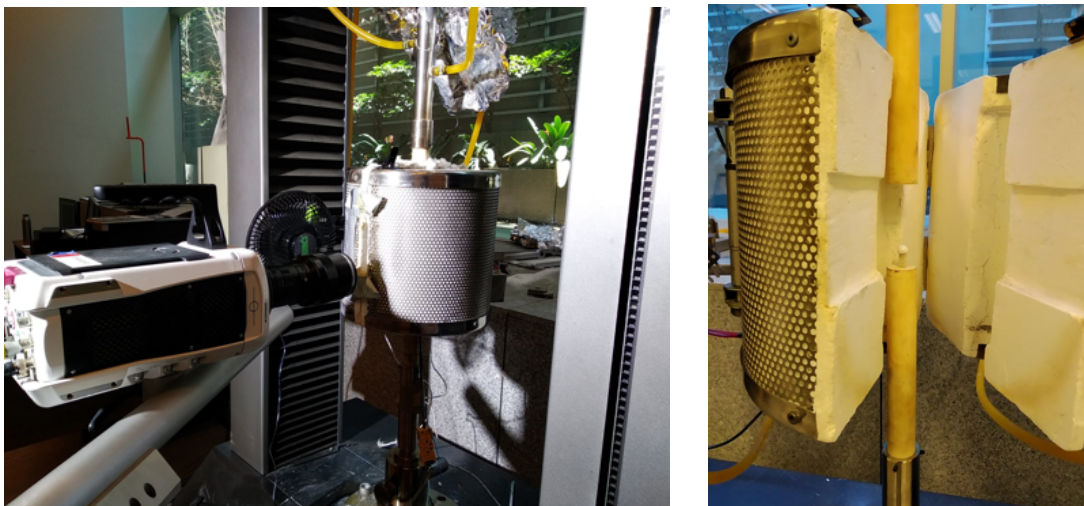
Los ensayos de expansión térmica se realizan antes de los ensayos de creep aprovechando que se debe elevar la temperatura desde la temperatura ambiental hasta la temperatura objetivo. Para ello, se programa el horno de manera que se eleve hasta la temperatura objetivo

en un periodo de 1 a 2 horas y luego se mantiene en ese valor durante 1 hora hasta que se establezca o estabilice alrededor de un valor en específico.

Para medir la deformación de las muestras, tanto en los ensayos de expansión como de creep, se utiliza un método de correlación de imágenes digitales o DIC por las siglas en inglés de Digital Image Correlation, con un sistema de cámaras. Lo anterior, con el objetivo de realizar las mediciones de deformación y desplazamiento de la muestra con un sistema que no necesite permanecer en contacto con esta, además de ofrecer ventajas en cuanto a precisión y bajos requerimientos de aislación de vibraciones, ideal para mediciones de creep en pruebas de larga duración.

La frecuencia de captura de las cámaras a utilizar es de una imagen por segundo, en facetas de 30 a 40 píxeles, con el objetivo de alivianar el volumen de datos en los procesos de análisis al estar realizando ensayos de creep de larga duración. El movimiento de las facetas mencionadas es utilizado para la obtención de los desplazamientos verticales y horizontales de la muestra [8].

A continuación, en la Figura 3.10, se muestra la configuración utilizada y una muestra posicionada dentro del horno de alta temperatura.



(a) Configuración para ensayos de expansión y creep.

(b) Posicionamiento de muestra dentro de horno.

Figura 3.10: Configuración de ensayos.

3.5. Caracterización del comportamiento ferroelástico y creep ferroelástico debido a la temperatura

Para las distintas temperaturas y cargas a las cuales se someten las muestras, se caracteriza tanto el comportamiento ferroelástico, como también el creep ferroelástico del material.

Mediante ensayos de compresión se obtienen curvas de esfuerzo-deformación a temperatura y esfuerzo constante durante un periodo de 24, 5 o 3 horas. La caracterización es obtenida mediante el método visto en los antecedentes de este estudio, utilizando un modelo matemático programado en Matlab cuyo uso es evaluado para pruebas a temperaturas mayores a las realizadas en estudios previos. El creep ferroelástico es evaluado para las cargas máximas aplicadas, correspondientes a 25 y 50 [MPa], con el objetivo de comparar los comportamientos existentes en el material y sus variaciones.

Capítulo 4

Resultados

En el presente capítulo se muestran los resultados obtenidos a partir del trabajo realizado. Los principales tópicos a tratar corresponden a las muestras fabricadas y sus propiedades físicas, coeficientes de expansión térmica, curvas de esfuerzo-deformación, curvas de creep y expansión térmica obtenidas mediante la aplicación de métodos de correlación digital de imágenes para medir la deformación y desplazamiento de las muestras.

4.1. Fabricación de muestras

La fabricación de muestras se realiza en dos ocasiones, debido a la necesidad de un mayor número de ensayos para consolidar resultados. A continuación, en la Tabla 4.1, se muestra la identificación, dimensiones, peso, volumen, densidad y porosidad de las muestras obtenidas en un primer proceso de fabricación.

Tabla 4.1: Propiedades físicas de muestras fabricadas, primera ronda.

Muestra	Peso [g]	Volumen [cm^3]	Densidad [g/cm^3]	Porosidad [%]
L1	0,715	0,166	4,32	31
L2	0,739	0,171	4,32	31
L3	0,778	0,179	4,36	31
L4	0,700	0,163	4,31	32
L5	0,763	0,179	4,26	32
L6	0,735	0,168	4,37	31
L7	0,739	0,172	4,30	32
L8	0,750	0,172	4,36	31
L9	0,722	0,169	4,27	32
L10	0,677	0,158	4,30	32
B13	0,738	0,165	4,57	27

Luego, en la tabla 4.2, la identificación, dimensiones, peso, volumen, densidad y porosidad de las muestras obtenidas en el segundo proceso de fabricación.

Tabla 4.2: Propiedades físicas de muestras fabricadas, segunda ronda.

Muestra	Peso [g]	Volumen [cm³]	Densidad [g/cm³]	Porosidad [%]
L11	0,798	0,187	4,27	32
L12	0,801	0,186	4,31	32
L13	0,812	0,188	4,33	31
L14	0,810	0,192	4,22	33
L15	0,825	0,194	4,27	32
L16	0,819	0,194	4,23	33
L17	0,794	0,185	4,29	32
L18	0,780	0,181	4,31	32
L19	0,761	0,177	4,30	32
L20	0,753	0,176	4,27	32

Luego de pesar y medir las dimensiones de cada muestra, se calcula la densidad real y porosidad de ellas con las expresiones (3.1) y (3.2) respectivamente, donde la densidad teórica del LSCF corresponde a 6,3 [g/cm³].

4.2. Ensayos

En esta sección se presentan los ensayos realizados, los cuales corresponden a 19 ensayos de compresión uniaxial. Los ensayos comprenden resultados de curvas de creep ferroelástico, de esfuerzo deformación y de expansión térmica. Los resultados se presentan en orden creciente de temperatura máxima alcanzada. Se realiza un total de 17 ensayos a una carga constante de 50 [MPa] y 2 ensayos a 25 [MPa]. Todos los ensayos de creep se llevan a cabo con un proceso de carga 120 [N/min] hasta la carga máxima y una descarga 120 [N/min] al finalizar el ensayo. Es importante mencionar que existen ensayos con errores de medición, algunos con una fácil y directa identificación debido a un comportamiento que se aleja del esperado en cuanto a la forma de las curvas de esfuerzo deformación y creep. Esto se debe principalmente a problemas en el proceso de medición, movimiento inesperado de muestras, nube de calor no controlada en frente del lente de la cámara, entre otros. También existen ensayos con errores difíciles de identificar, los que presentan valores no esperados de deformación máxima para la temperatura a la cual se someten, en los cuales se realiza una adquisición de resultados más profunda para validar su utilización en el análisis.

4.2.1. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 17 [°C]

En la Figura 4.1, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, con carga máxima de 50 [MPa] la cual se mantiene constante durante 24 horas y luego, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura en el ensayo de creep permanece constante a 17 [°C]. No se realiza ensayo de expansión térmica al corresponder a un ensayo a temperatura ambiente.

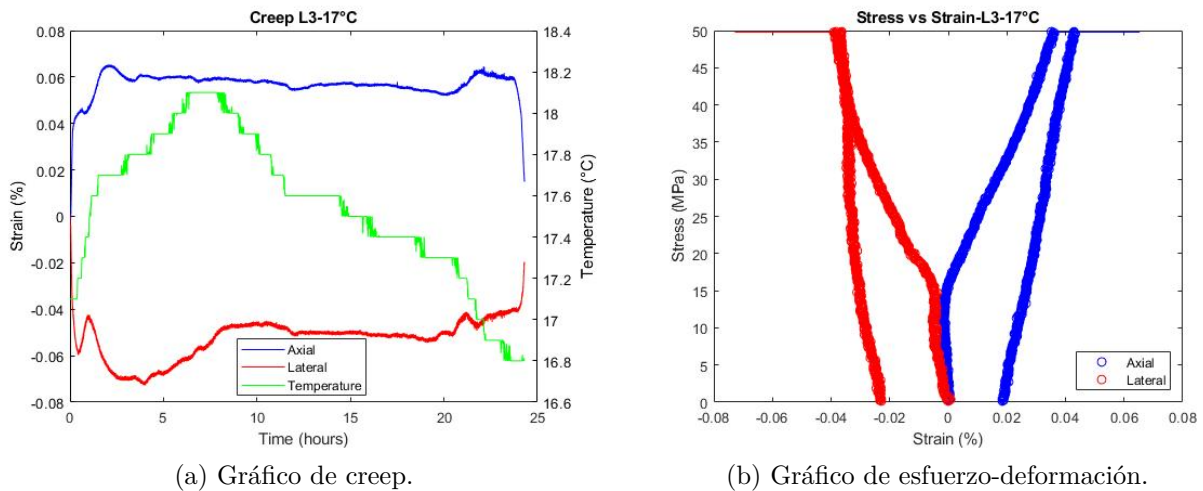
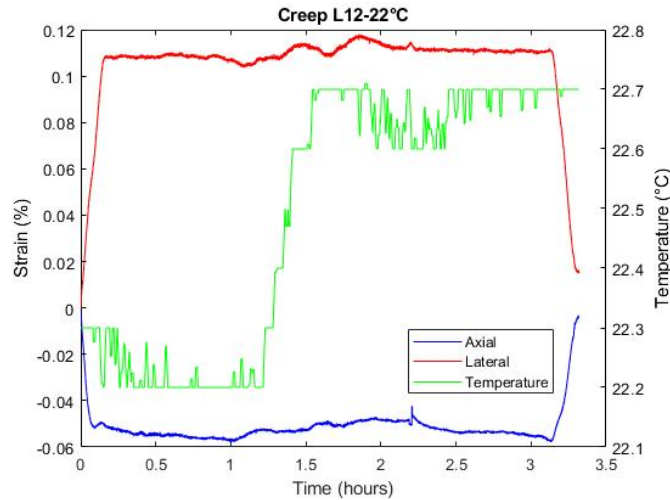


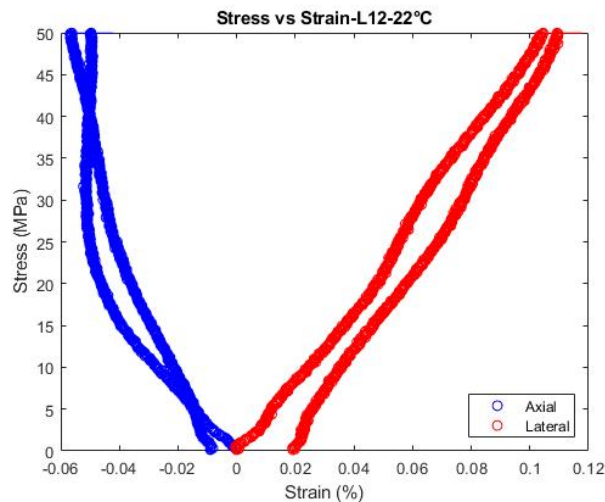
Figura 4.1: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 17°C, de muestra L3.

4.2.2. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 22 [°C]

En la Figura 4.2, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 22 [°C]. No se realiza ensayo de expansión térmica al corresponder a un ensayo a temperatura ambiente.



(a) Gráfico de creep.

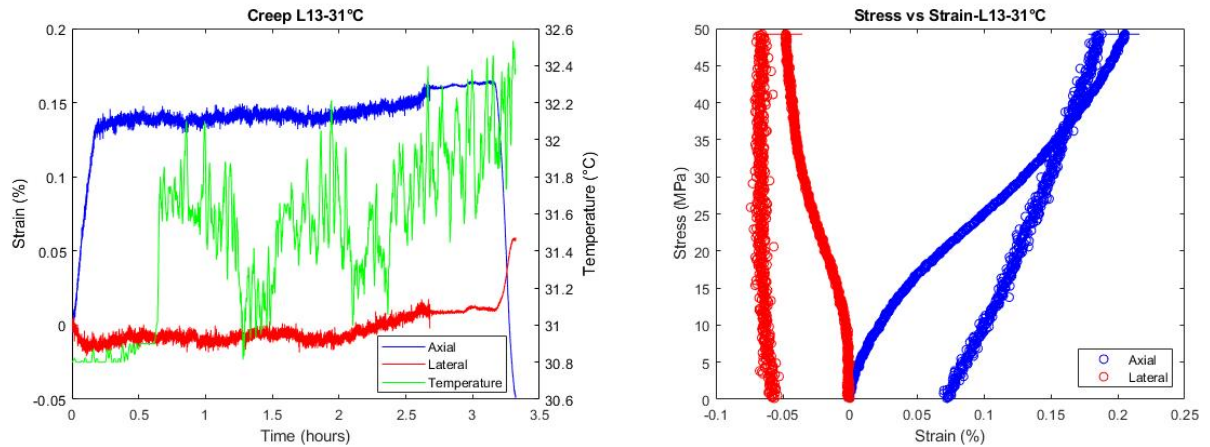


(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

Figura 4.2: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 22°C, de muestra L12.

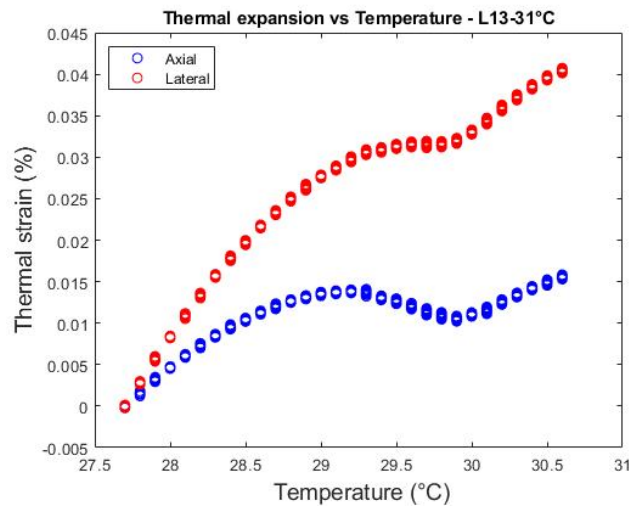
4.2.3. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 31 [°C]

En la Figura 4.3, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 31 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

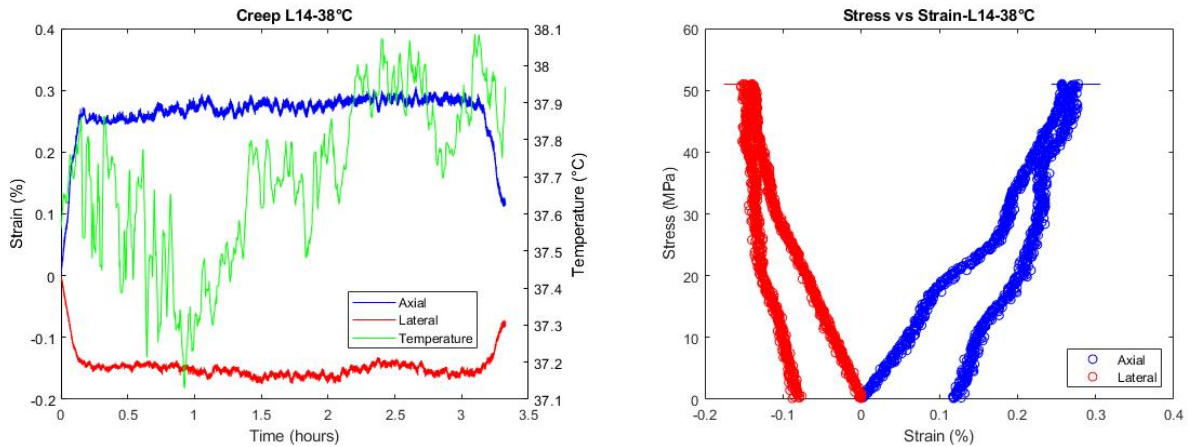


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.3: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 31°C y (c) expansión térmica de muestra L13.

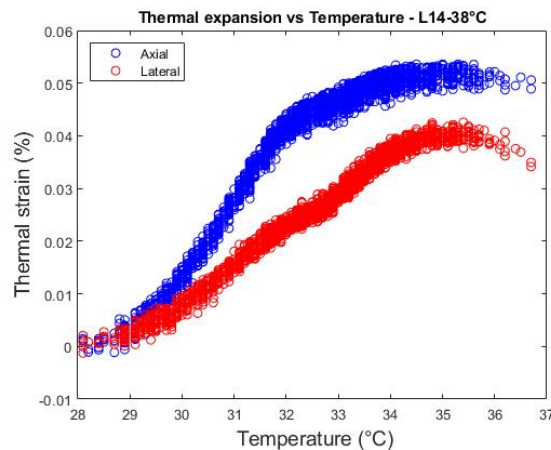
4.2.4. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 38 [°C]

En la Figura 4.4, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 38 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

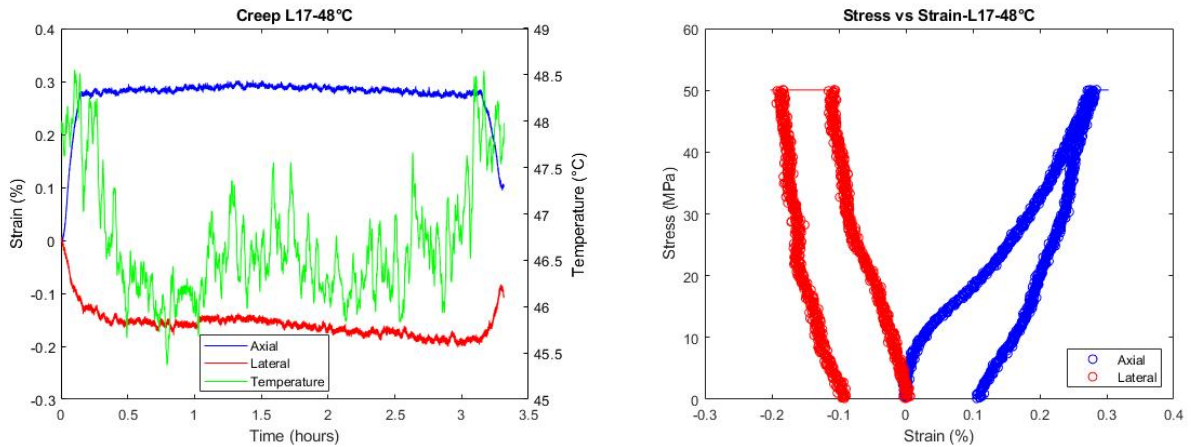


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.4: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T : 38°C y (c) expansión térmica de muestra L14.

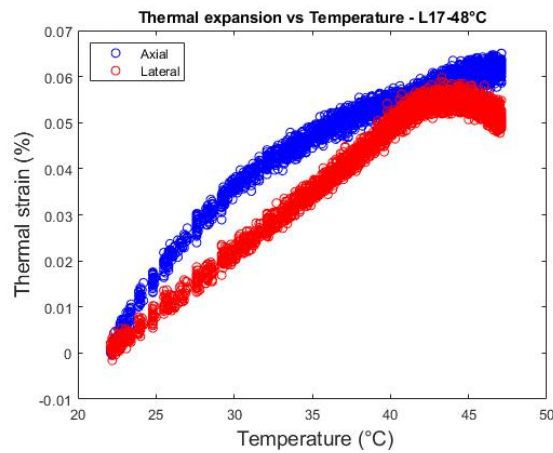
4.2.5. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 48 [°C]

En la Figura 4.5, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 48 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

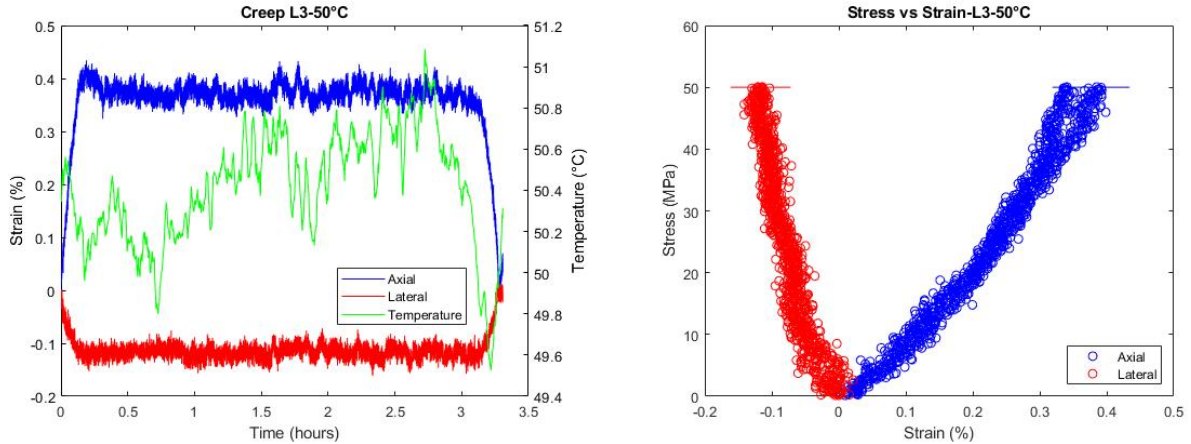


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.5: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T : 48°C y (c) expansión térmica de muestra L17.

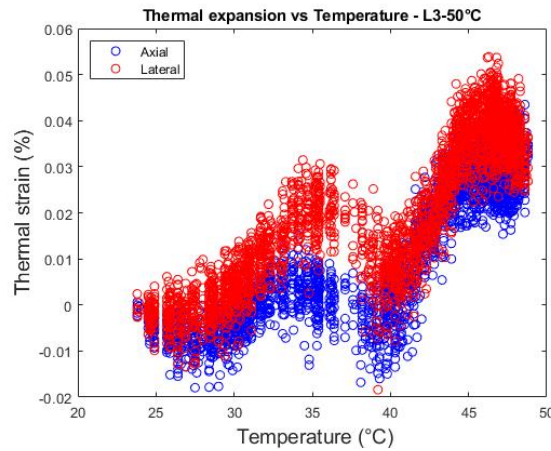
4.2.6. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 50 [°C]

En la Figura 4.6, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 50 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

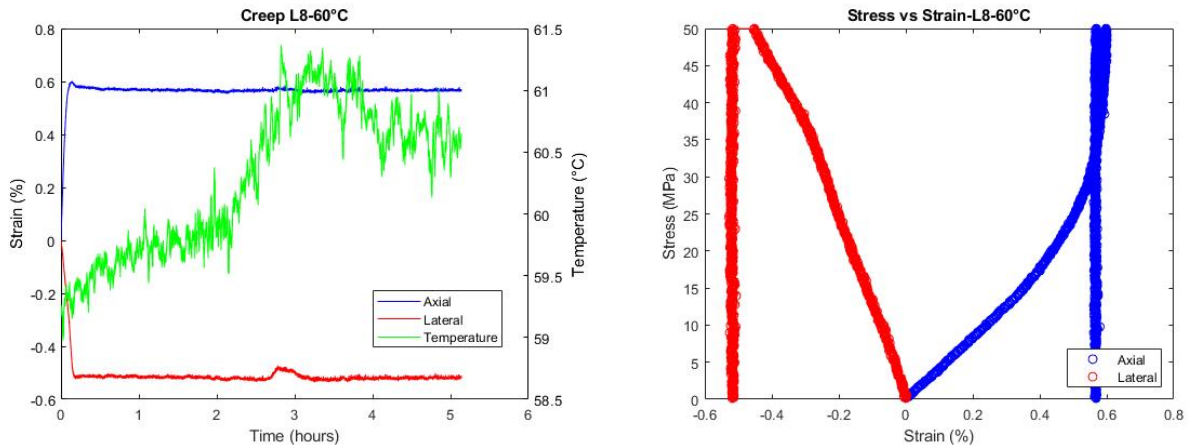


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.6: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 50°C y (c) expansión térmica de muestra L3.

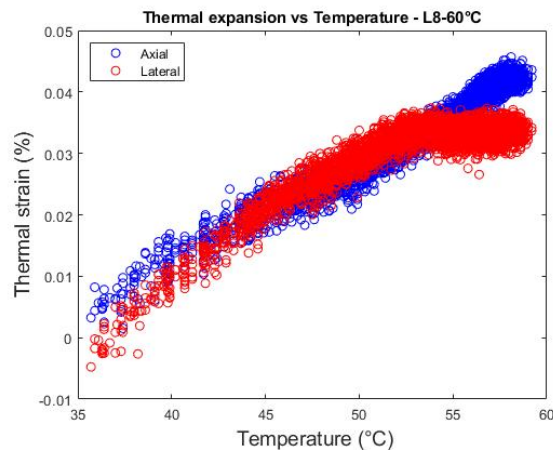
4.2.7. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 60 [°C]

En la Figura 4.7, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 5 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 60 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

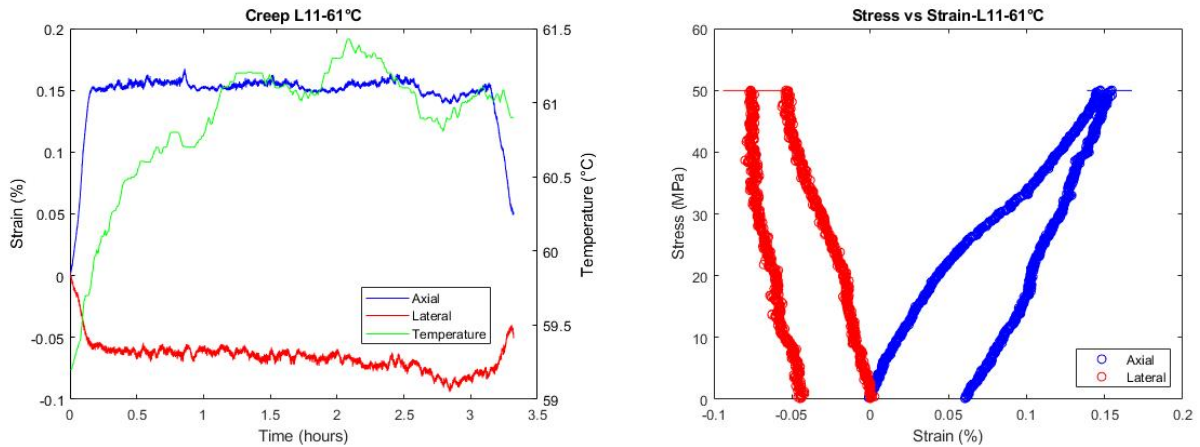


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.7: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T : 60°C y (c) expansión térmica de muestra L8.

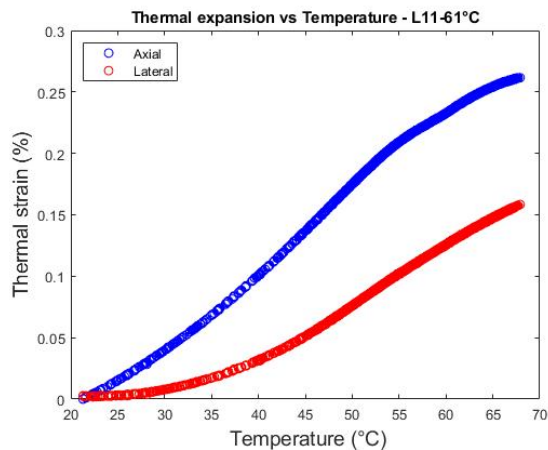
4.2.8. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 61 [°C]

En la Figura 4.8, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 61 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

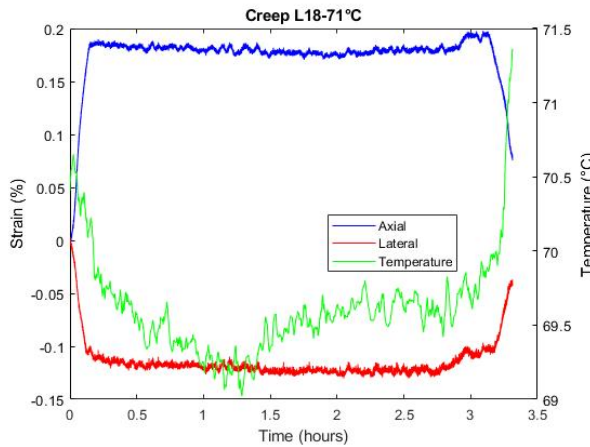


(c) Gráfico de expansión térmica.

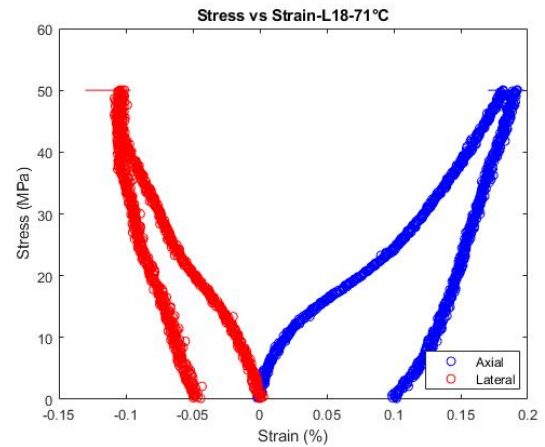
Figura 4.8: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T : 61°C y (c) expansión térmica de muestra L11.

4.2.9. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 71 [°C]

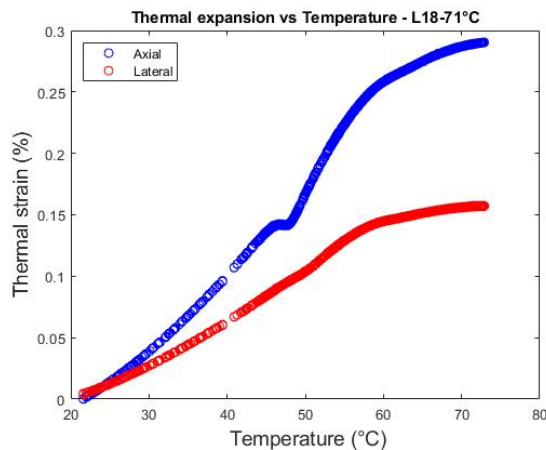
En la Figura 4.9, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 71 [°C].



(a) Gráfico de creep.



(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

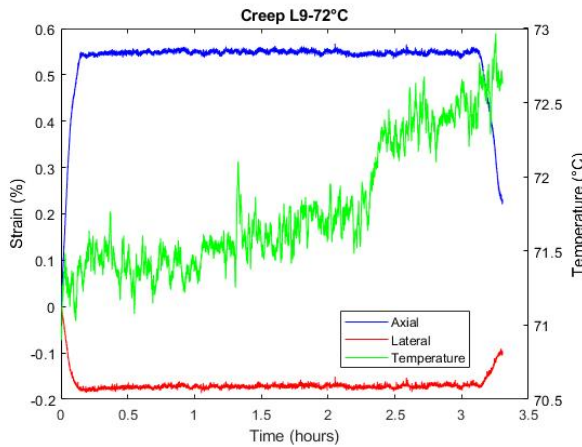


(c) Gráfico de expansión térmica.

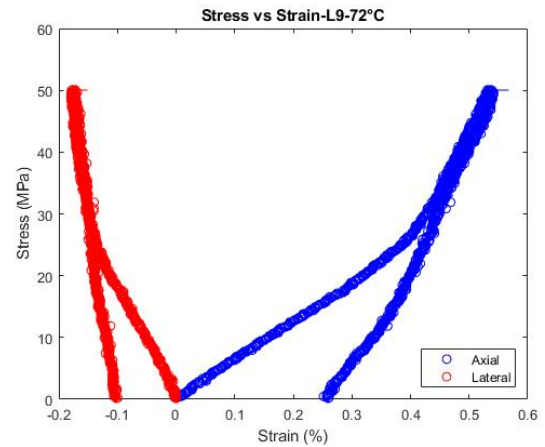
Figura 4.9: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de $\sigma : 50$ [MPa] a $T : 71$ °C y (c) expansión térmica de muestra L18.

4.2.10. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 72 [°C]

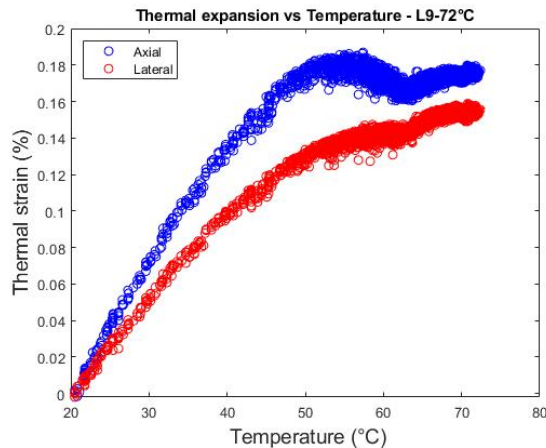
En la Figura 4.10, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 72 [°C].



(a) Gráfico de creep.



(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

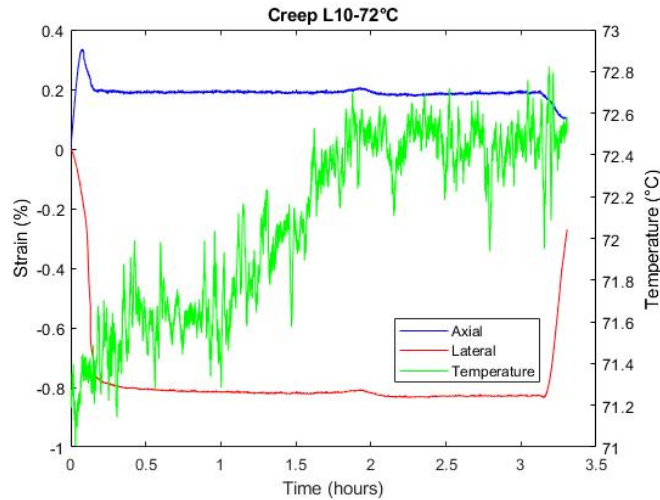


(c) Gráfico de expansión térmica.

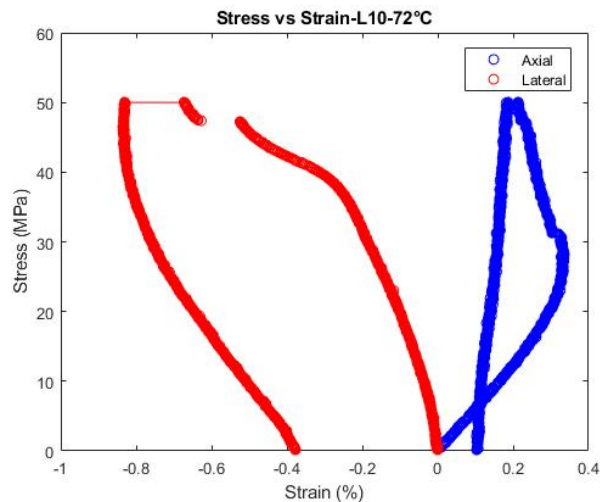
Figura 4.10: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 72°C y (c) expansión térmica de muestra L9.

4.2.11. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 72 [°C]

En la Figura 4.11, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 72 [°C]. No se consigue ensayo de expansión térmica al existir problemas en el proceso de adquisición de imágenes.



(a) Gráfico de creep.

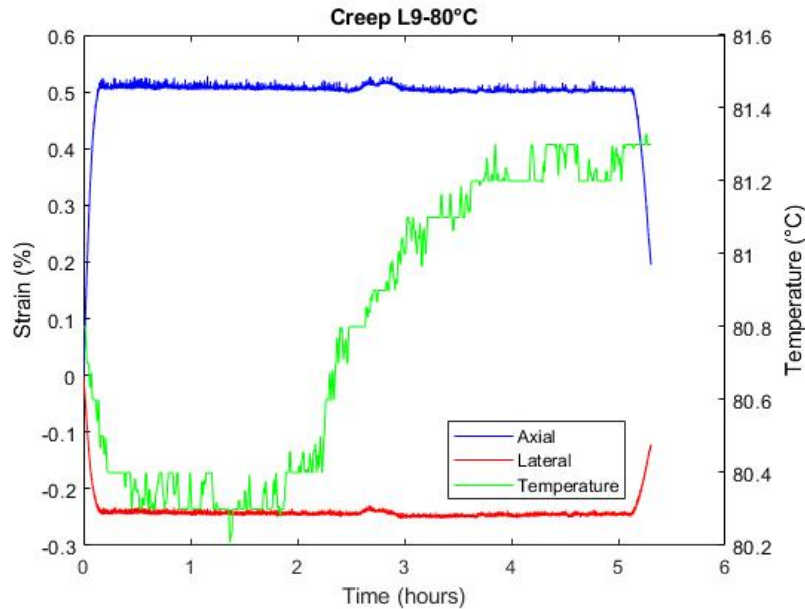


(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

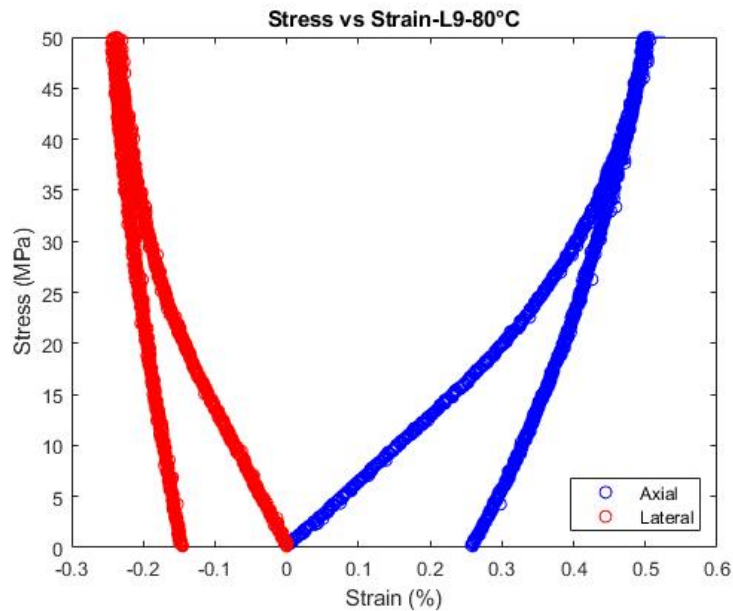
Figura 4.11: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 72°C, de muestra L10.

4.2.12. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 80 [°C]

En la Figura 4.12, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 5 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 80 [°C].



(a) Gráfico de creep.

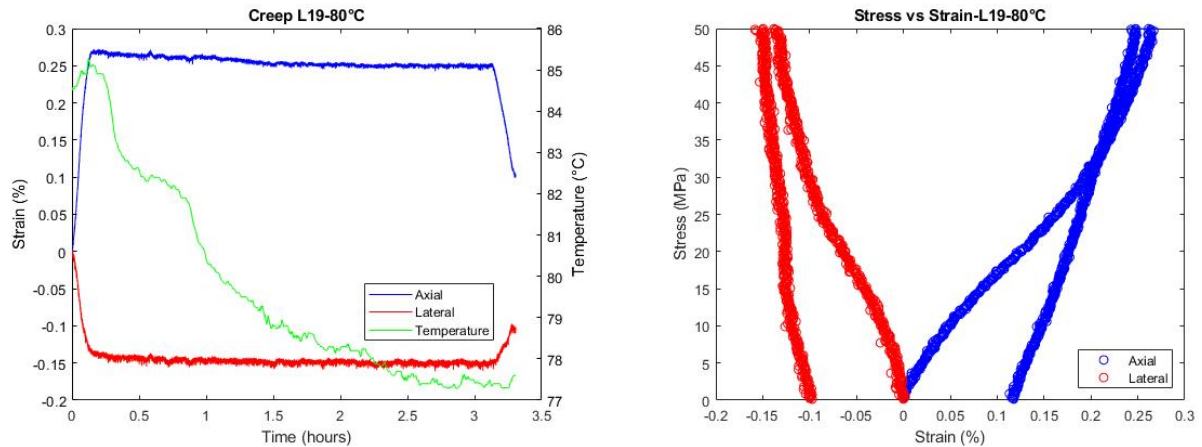


(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

Figura 4.12: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 80°C, de muestra L9.

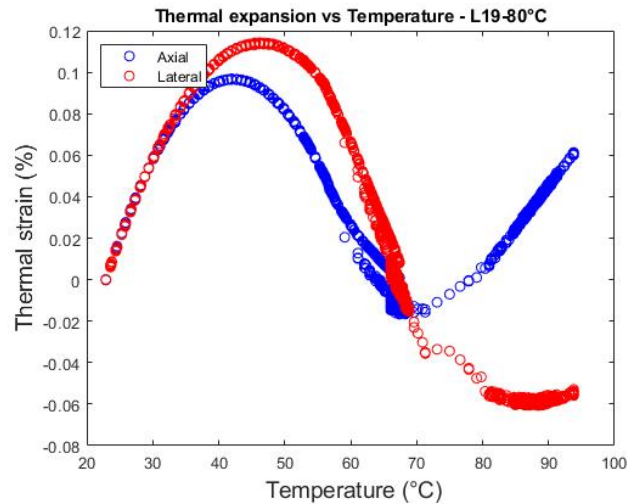
4.2.13. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 80 [°C]

En la Figura 4.13, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 80 [°C]. No se consigue ensayo de expansión térmica al existir problemas en el proceso de adquisición de imágenes.



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

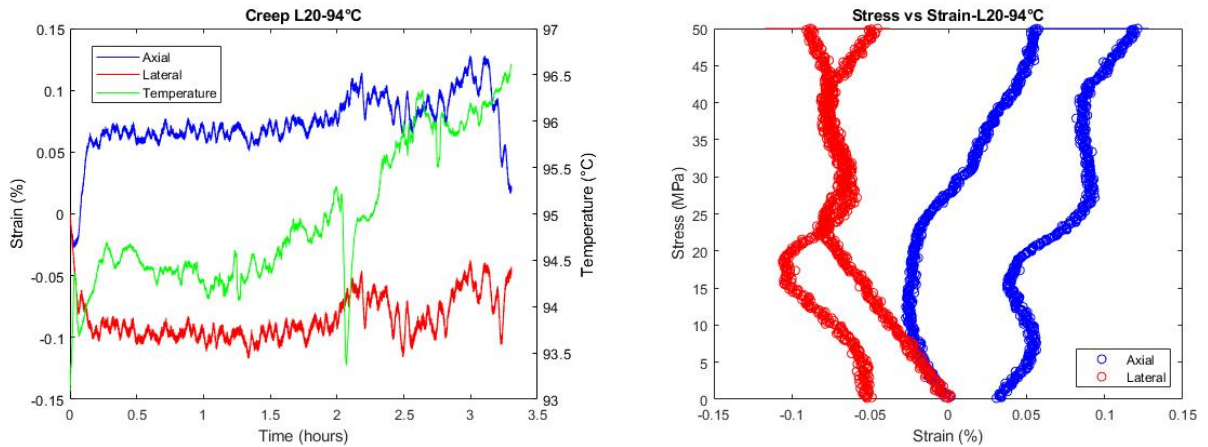


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.13: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 80°C y (c) expansión térmica de muestra L19.

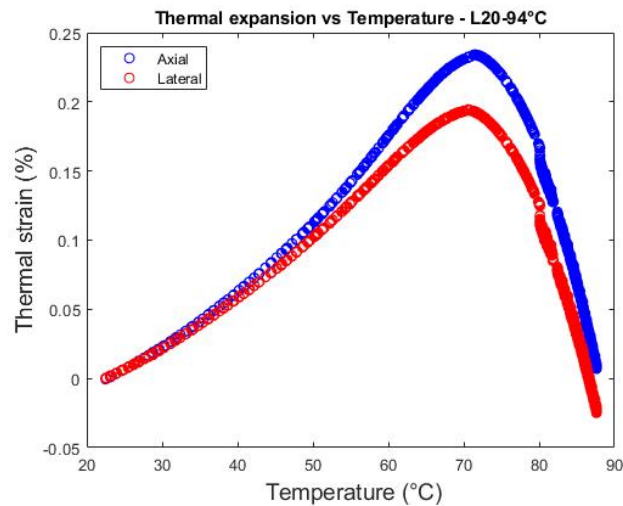
4.2.14. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 94 [°C]

En la Figura 4.14, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 94 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

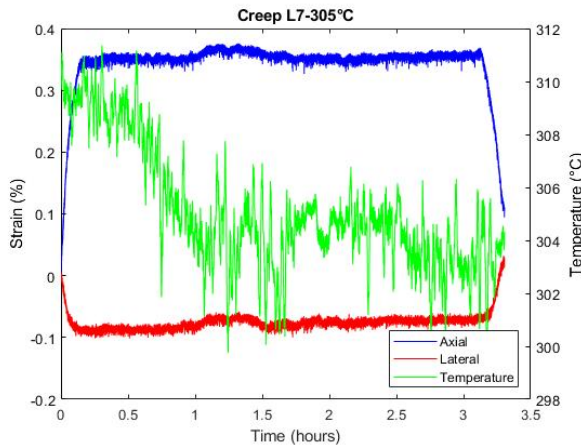


(c) Gráfico de expansión térmica.

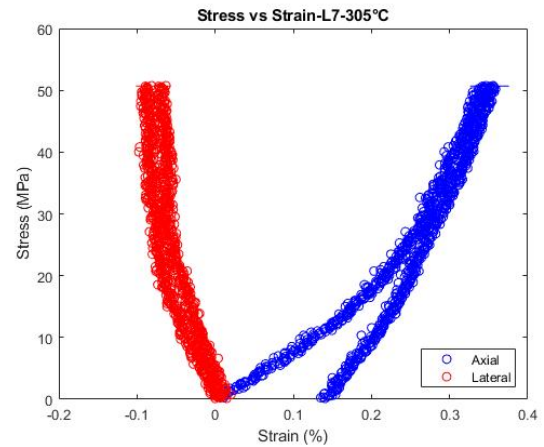
Figura 4.14: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 94°C y (c) expansión térmica de muestra L20.

4.2.15. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 305 [°C]

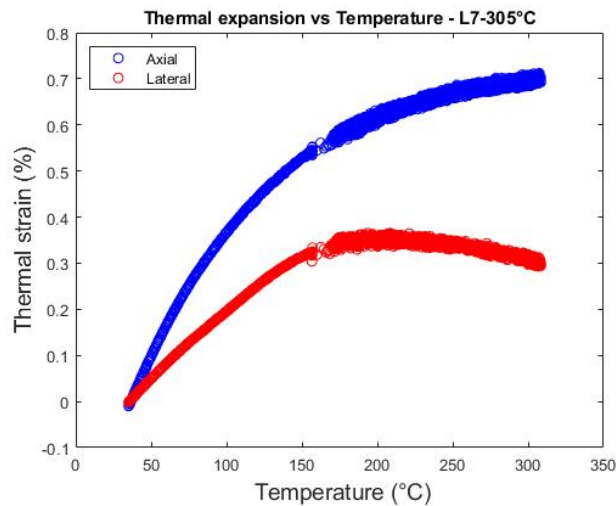
En la Figura 4.15, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 305 [°C].



(a) Gráfico de creep.



(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

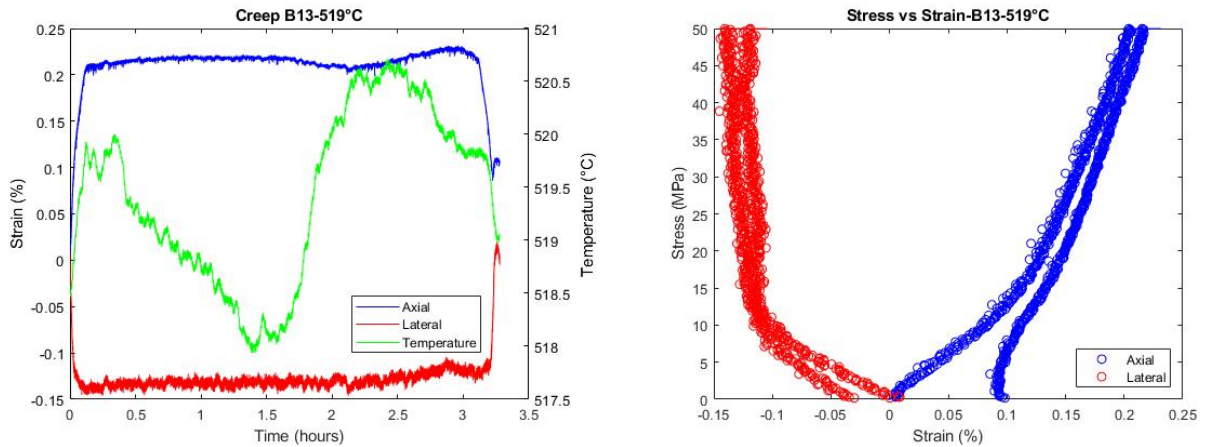


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.15: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 305°C y (c) expansión térmica de muestra L7.

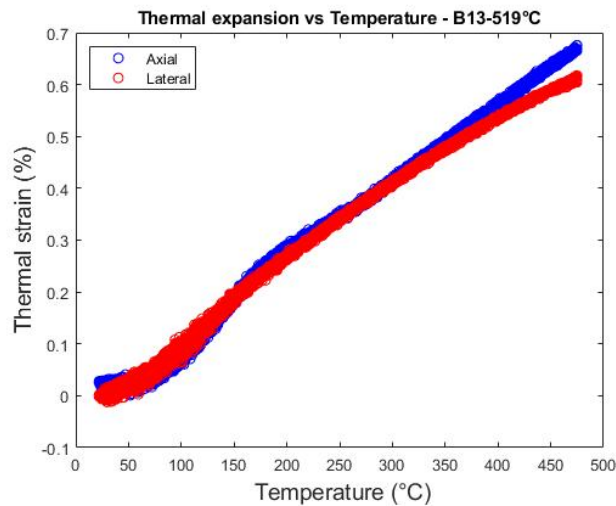
4.2.16. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 519 [°C]

En la Figura 4.16, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 519 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

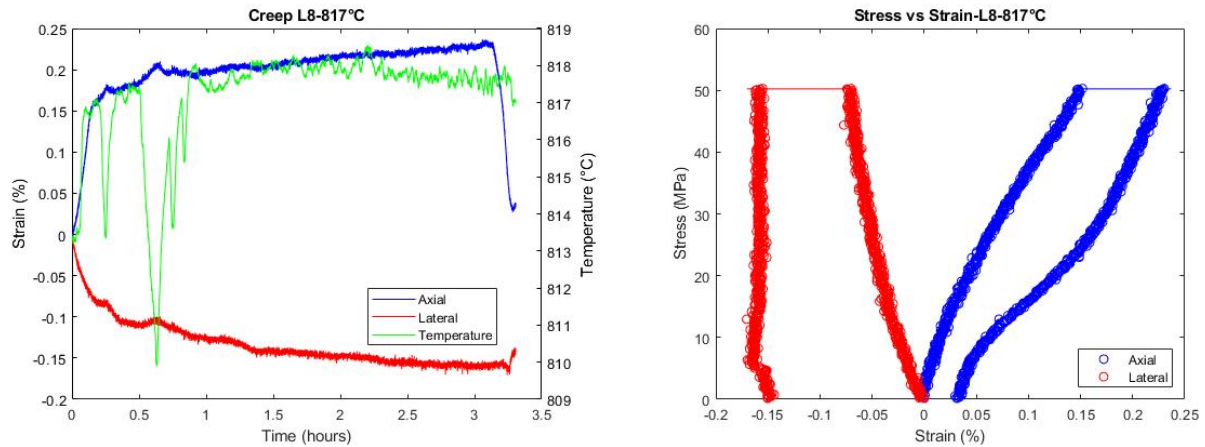


(c) Gráfico de expansión térmica.

Figura 4.16: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 519°C y (c) expansión térmica de muestra B13.

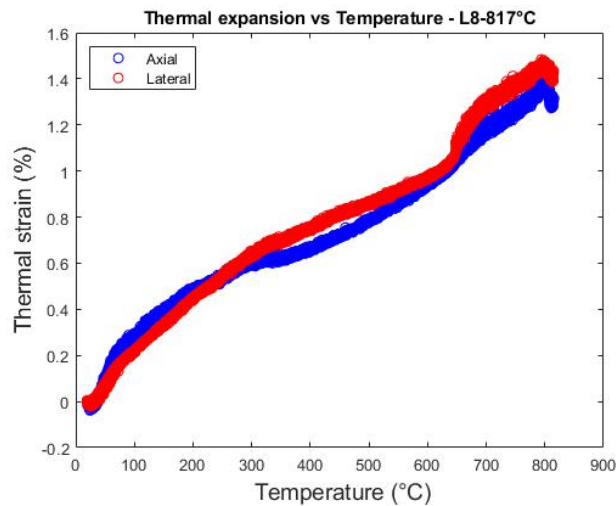
4.2.17. Ensayo de Creep: 50 [MPa], 817 [°C]

En la Figura 4.17, se presentan las curvas de creep, esfuerzo-deformación y expansión térmica obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 50 [MPa], el cual se mantiene constante durante 3 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 817 [°C].



(a) Gráfico de creep.

(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

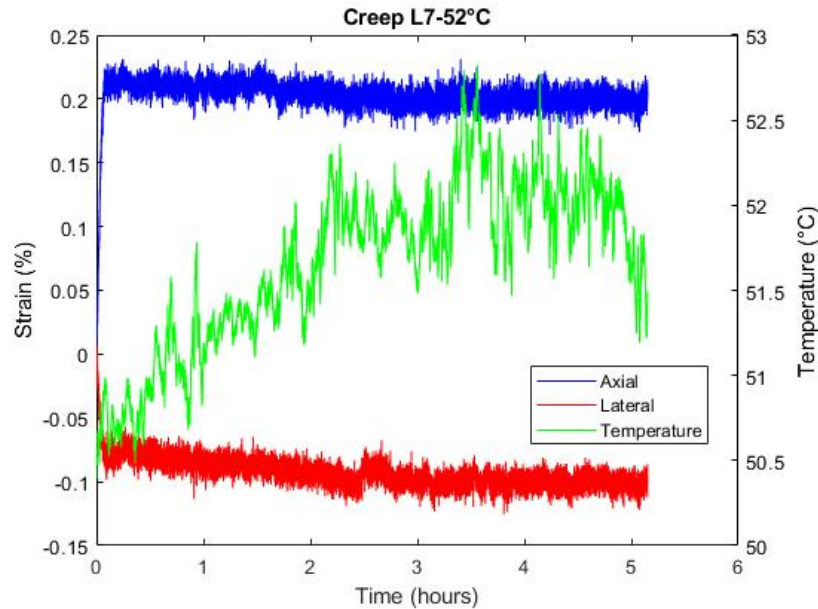


(c) Gráfico de expansión térmica.

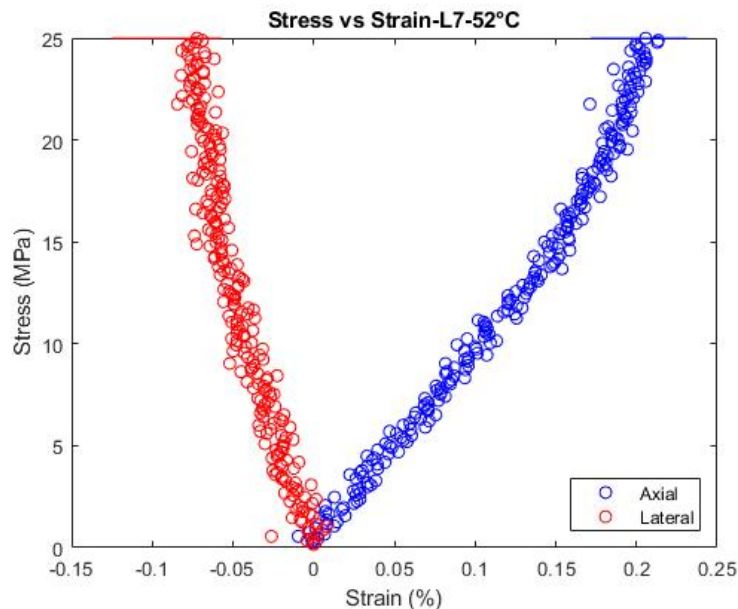
Figura 4.17: Gráficos de (a) creep, (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 50 [MPa] a T: 817°C y (c) expansión térmica de muestra L8.

4.2.18. Ensayo de Creep: 25 [MPa], 52 [°C]

En la Figura 4.18, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 25 [MPa], el cual se mantiene constante durante 5 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 52 [°C]. No se consigue ensayo de expansión térmica al existir problemas en el proceso de adquisición de imágenes.



(a) Gráfico de creep.

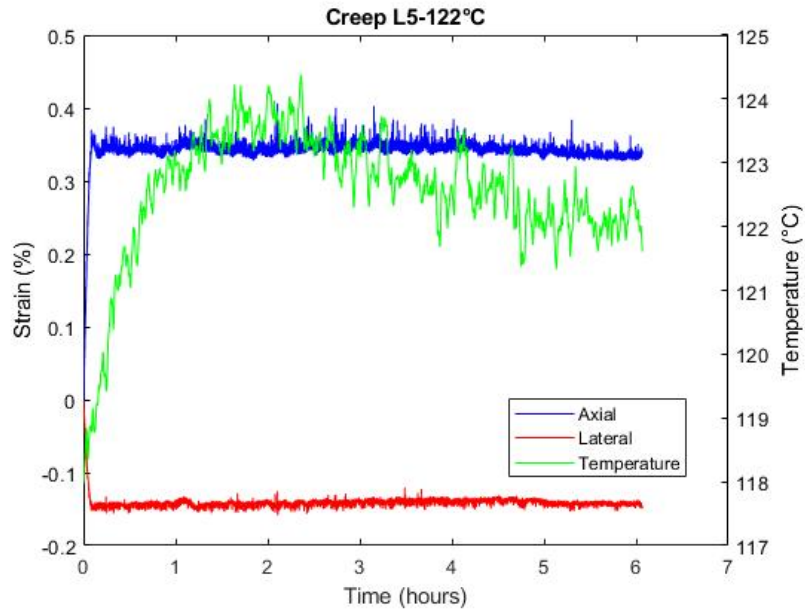


(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

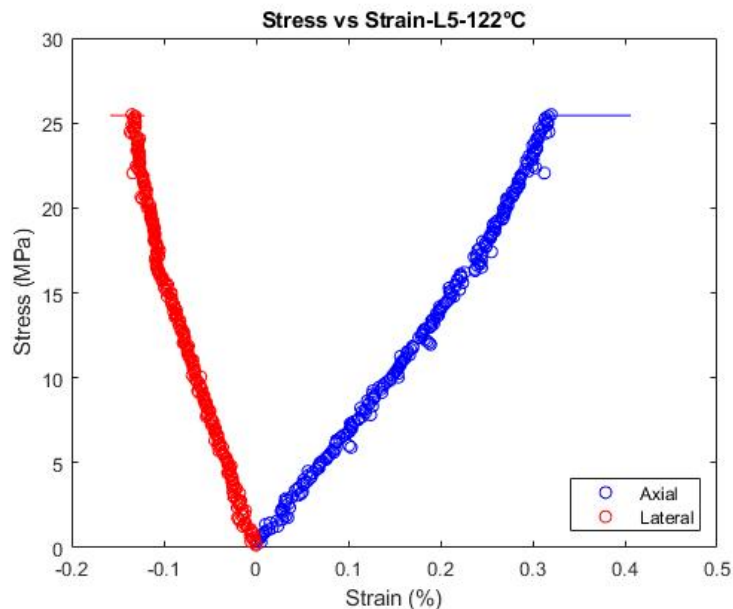
Figura 4.18: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con carga máxima de σ : 25 [MPa] a T : 52°C, de muestra L7.

4.2.19. Ensayo de Creep: 25 [MPa], 122 [°C]

En la Figura 4.19, se presentan las curvas de creep y esfuerzo-deformación obtenidas en los ensayos realizados sobre una de las muestras, la cual se somete a un proceso de carga de 120 [N/min] hasta alcanzar un esfuerzo de 25 [MPa], el cual se mantiene constante durante 6 horas y finalmente, se somete a un proceso de descarga de 120 [N/min]. La temperatura a la cual se realiza el ensayo permanece constante en 122 [°C]. No se consigue ensayo de expansión térmica al existir problemas en el proceso de adquisición de imágenes.



(a) Gráfico de creep.



(b) Gráfico de esfuerzo-deformación.

Figura 4.19: Gráficos de (a) creep y (b) esfuerzo-deformación con cara máxima de σ : 25 [MPa] a T: 122°C, de muestra L5.

4.3. Difracción de rayos X

Se realiza una adquisición de difracción de rayos X en algunas muestras fabricadas luego de ser sometidas a ensayos con un posterior recocido a 1100 °C, con el objetivo de verificar la intensidad de las direcciones de las estructuras cristalinas y confirmar si existe algún factor que pueda inducir a errores en la medición de los resultados obtenidos.

4.3.1. L1

En la Figura 4.20 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L1, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

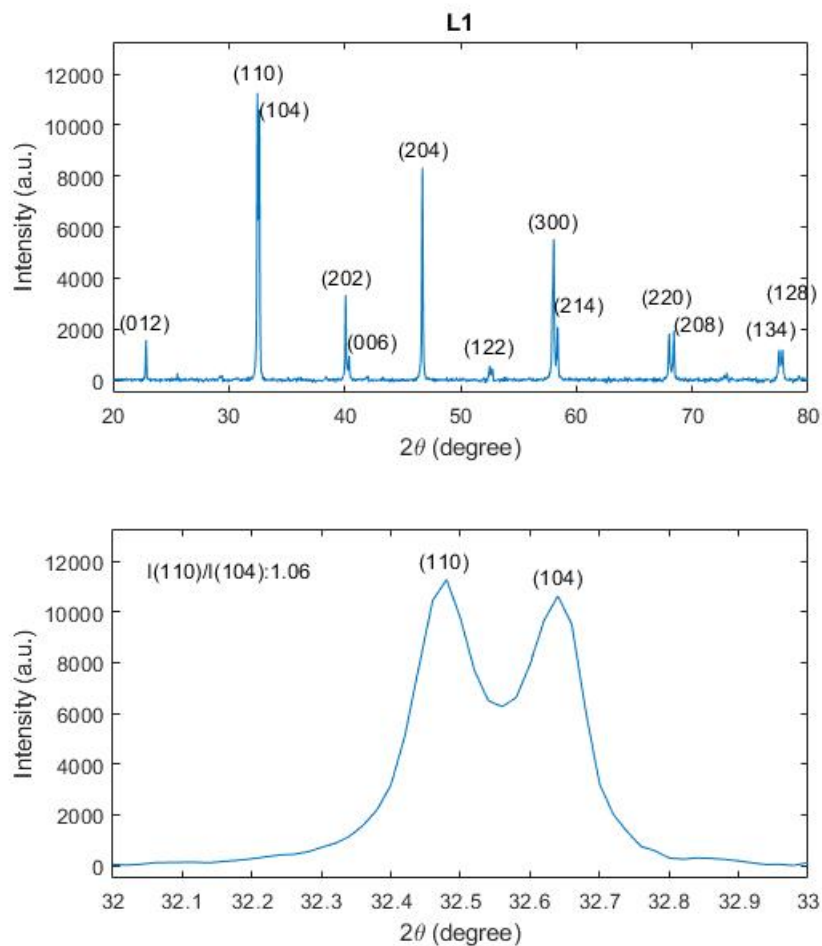


Figura 4.20: Difracción de rayos X en muestra L1.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,06.

4.3.2. L3

En la Figura 4.21 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L3, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

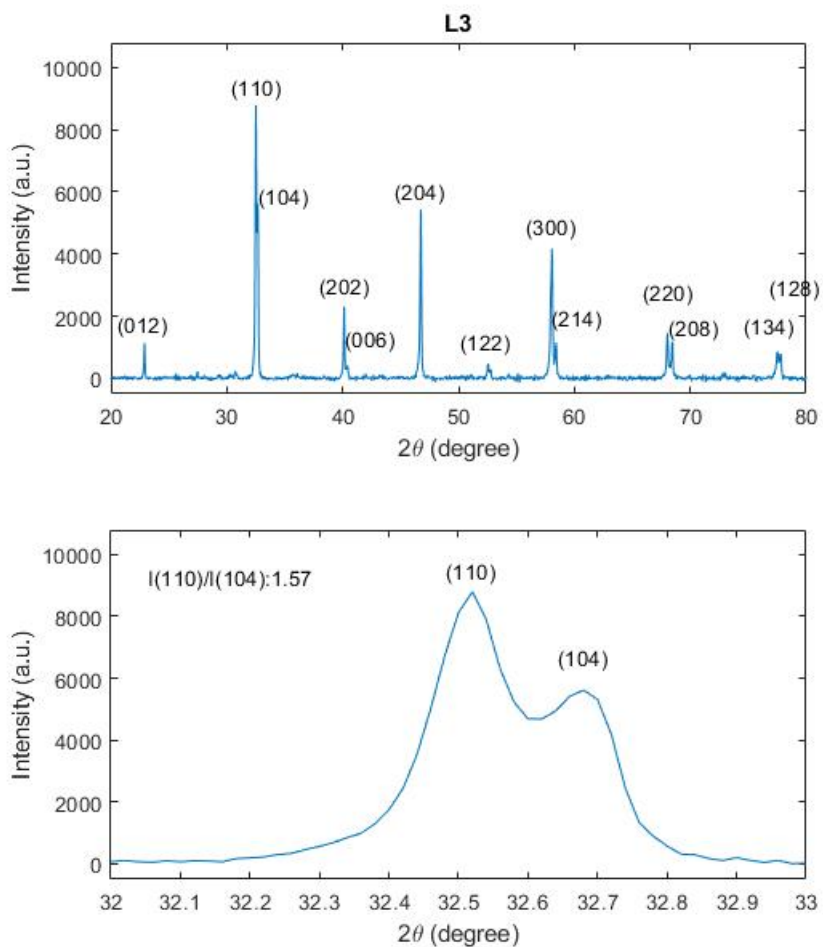


Figura 4.21: Difracción de rayos X en muestra L3.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,57.

4.3.3. L5

En la Figura 4.22 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L5, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

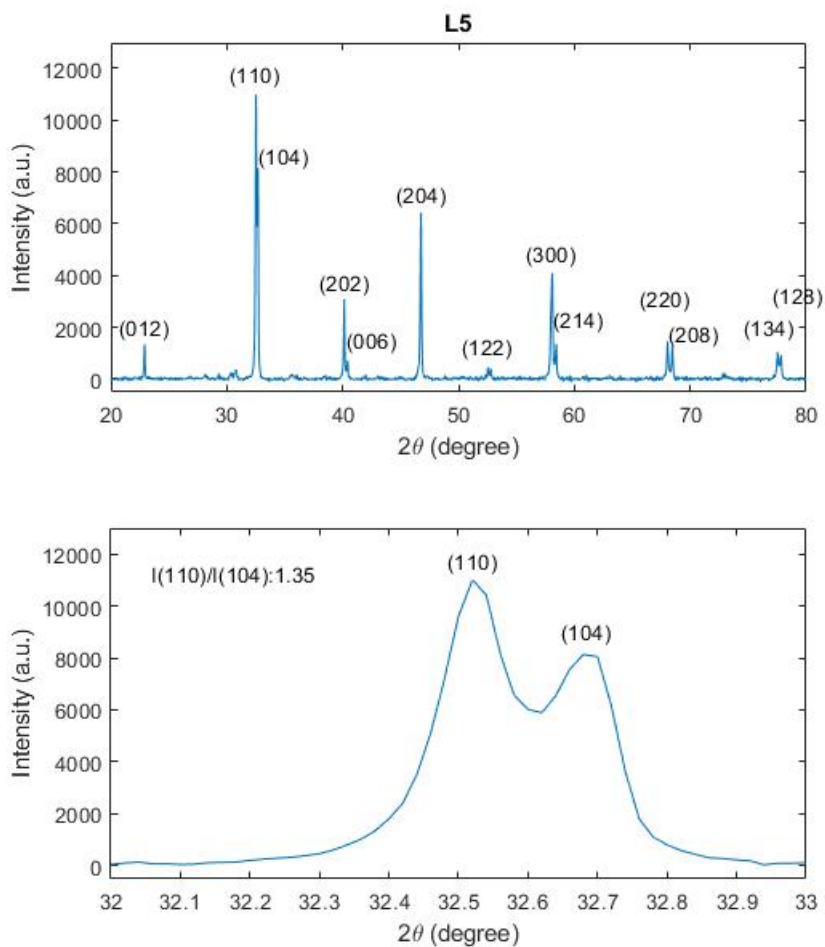


Figura 4.22: Difracción de rayos X en muestra L5.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,35.

4.3.4. L7

En la Figura 4.23 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L7, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

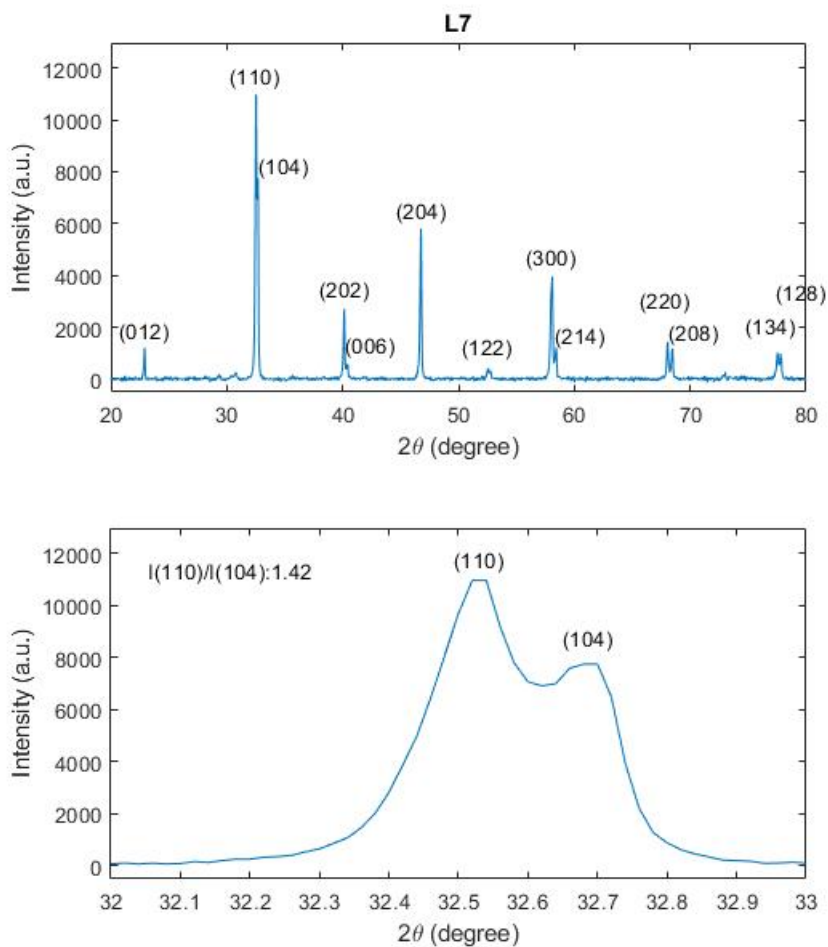


Figura 4.23: Difracción de rayos X en muestra L7.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,42.

4.3.5. L8

En la Figura 4.21 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L8, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

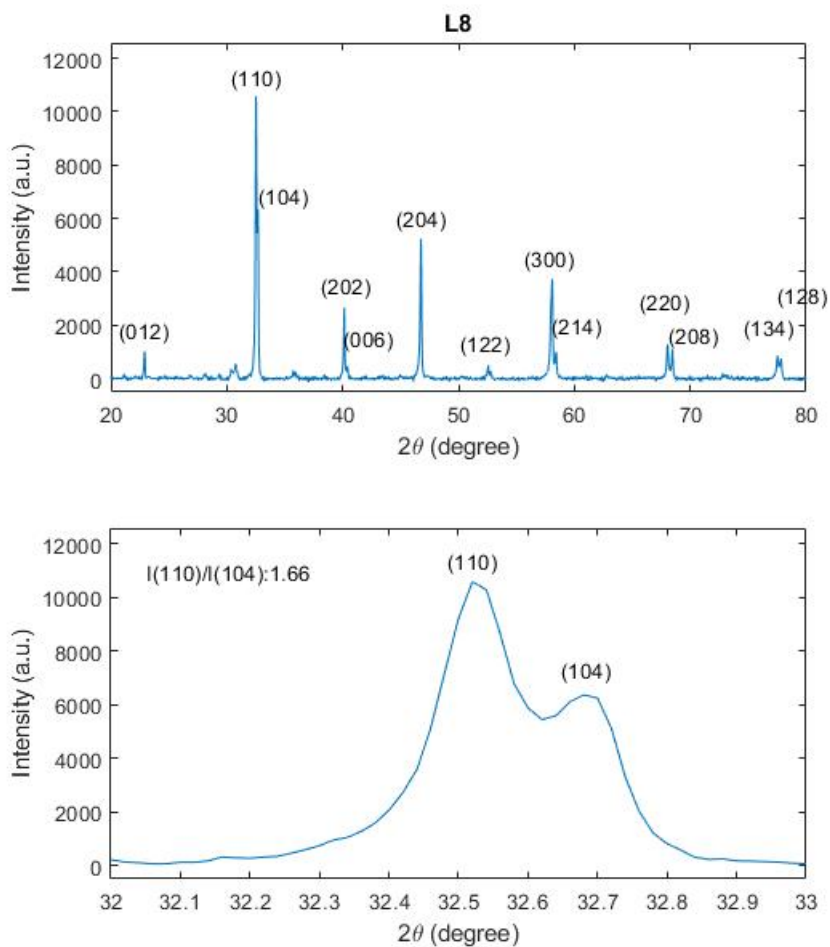


Figura 4.24: Difracción de rayos X en muestra L8.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,66.

4.3.6. L9

En la Figura 4.25 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L9, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

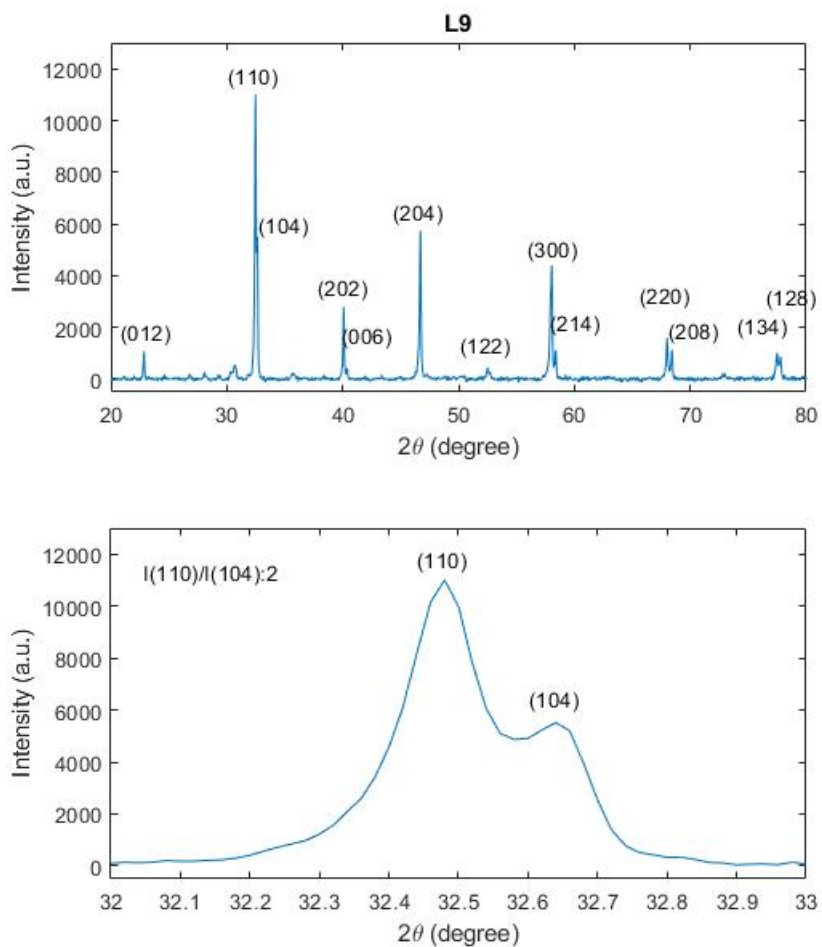


Figura 4.25: Difracción de rayos X en muestra L9.

Se observa una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 2.

4.3.7. L11

En la Figura 4.26 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L11, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

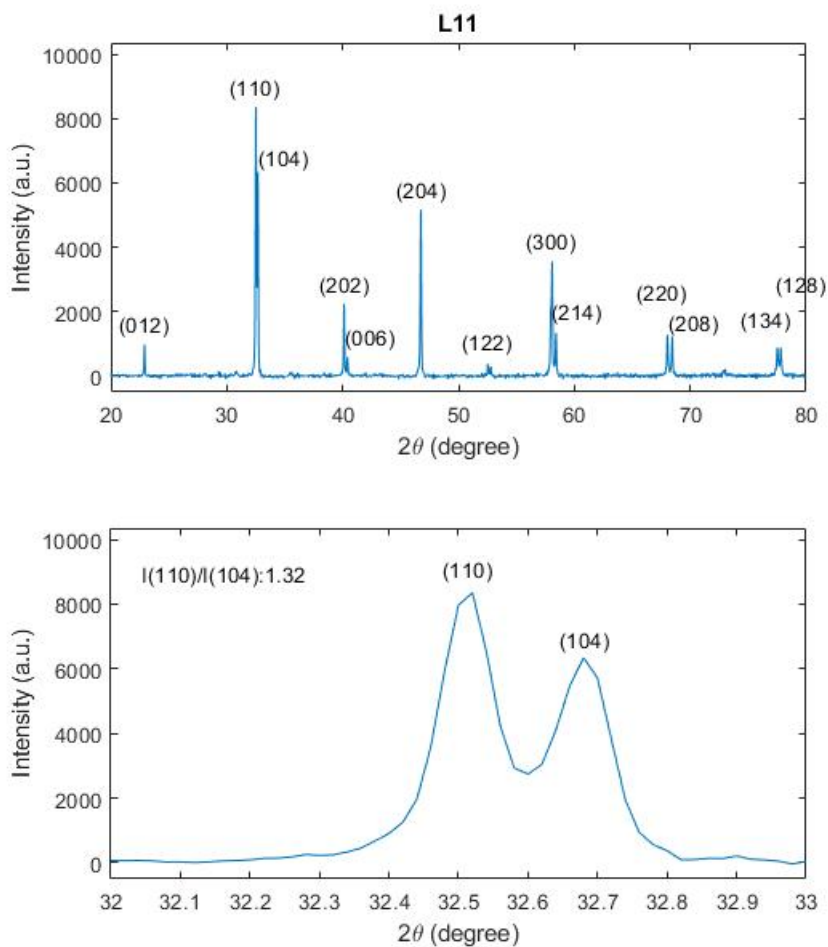


Figura 4.26: Difracción de rayos X en muestra L11.

Se observa una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,32.

4.3.8. L14

En la Figura 4.27 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L14, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

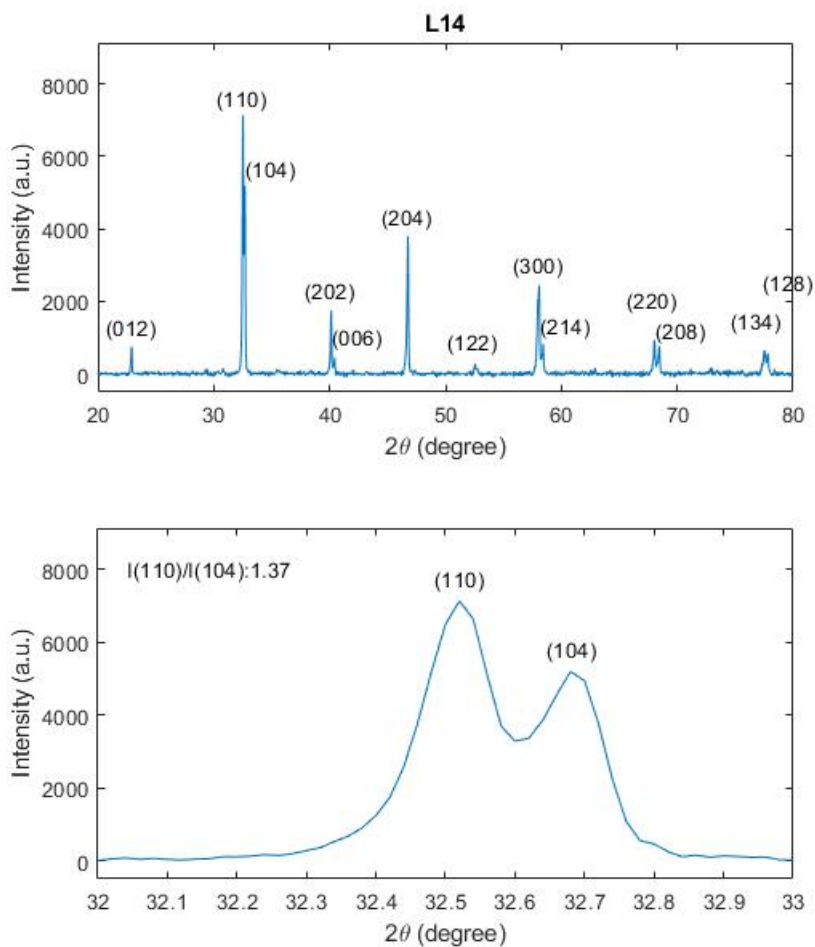


Figura 4.27: Difracción de rayos X en muestra L14.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,37.

4.3.9. L15

En la Figura 4.28 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L15, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

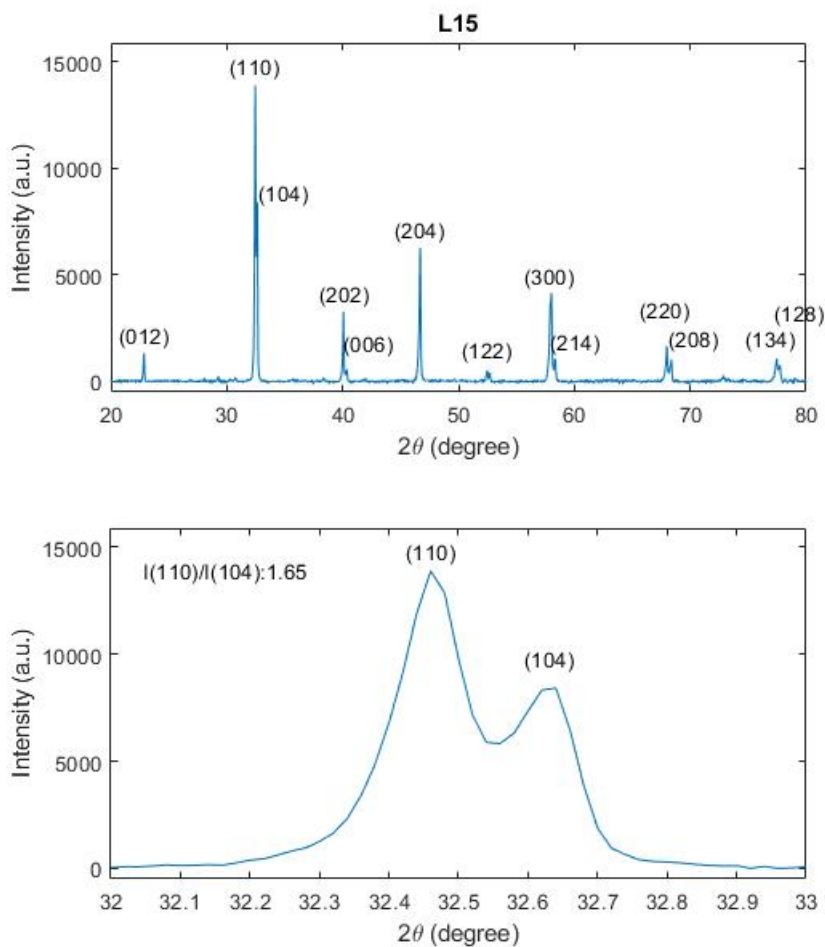


Figura 4.28: Difracción de rayos X en muestra L15.

Se observa una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,65.

4.3.10. L17

En la Figura 4.29 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L17, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

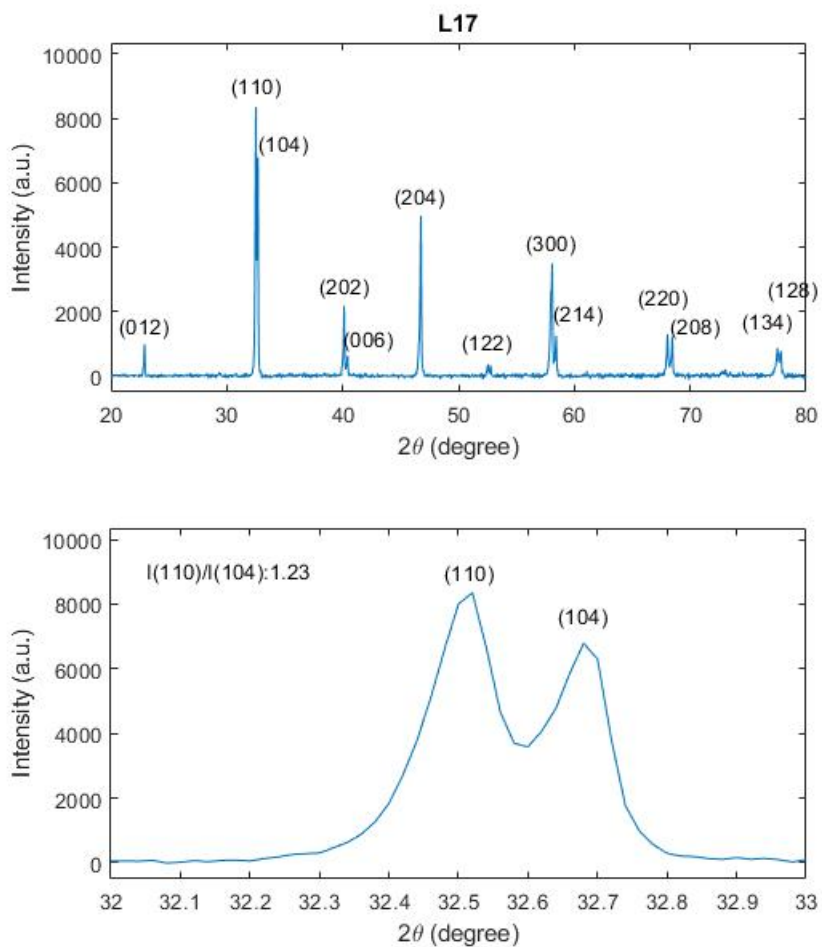


Figura 4.29: Difracción de rayos X en muestra L17.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,23.

4.3.11. L18

En la Figura 4.30 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L18, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

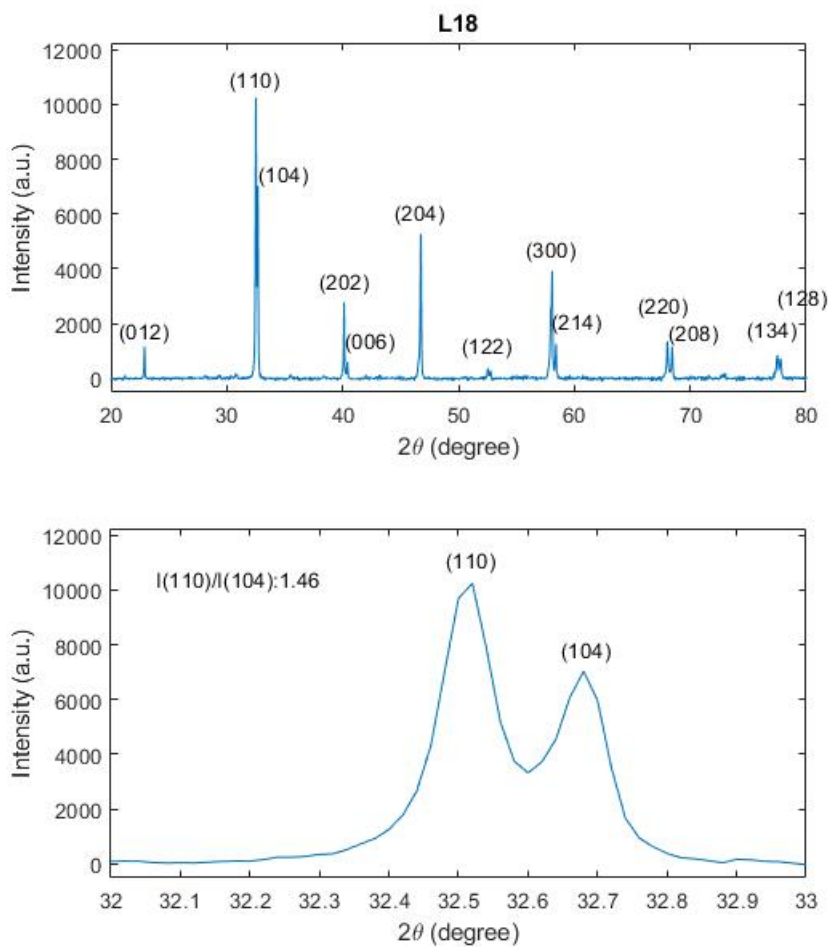


Figura 4.30: Difracción de rayos X en muestra L18.

Se puede notar una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,46.

4.3.12. L19

En la Figura 4.31 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L19, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

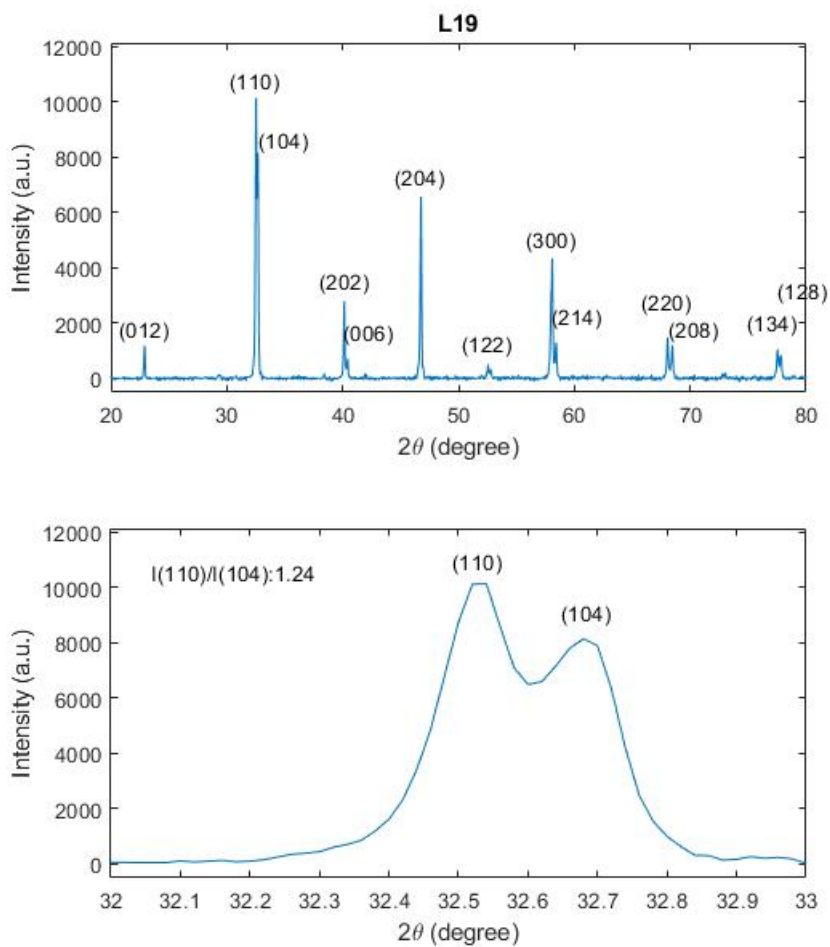


Figura 4.31: Difracción de rayos X en muestra L19.

Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,24.

4.3.13. L20

En la Figura 4.32 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a L20, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

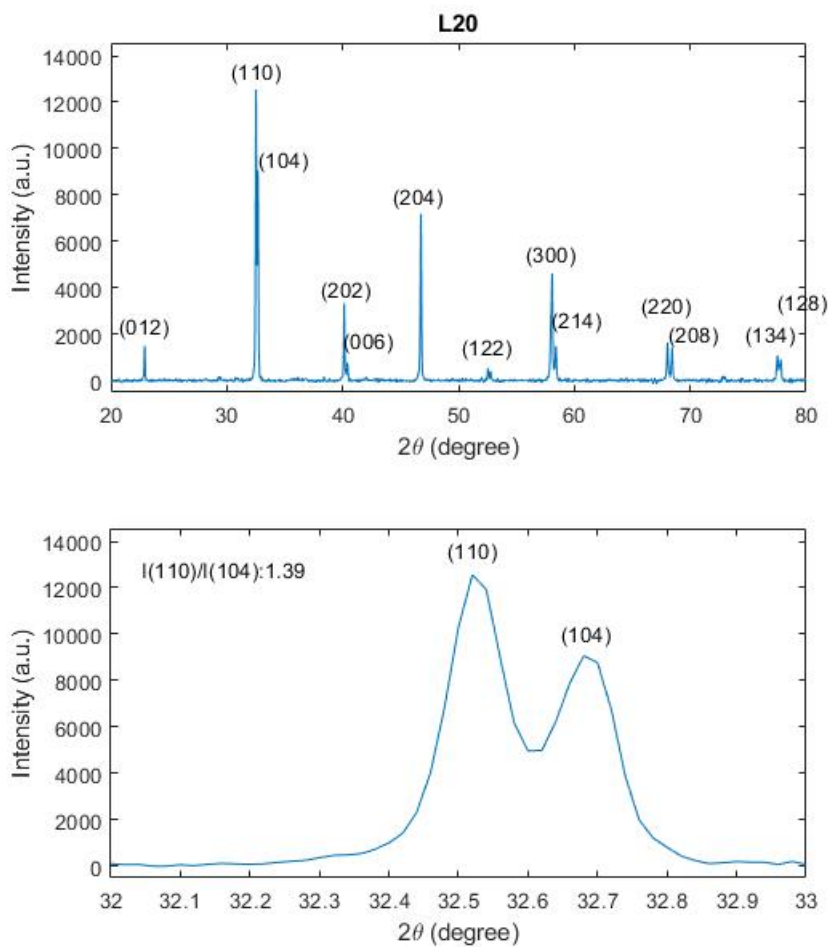


Figura 4.32: Difracción de rayos X en muestra L20.

Se observa una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,39.

4.3.14. B13

En la Figura 4.33 se presenta el patrón de difracción de rayos X (XRD), en la muestra rectangular de LSCF correspondiente a B13, con un acercamiento a los peak de difracción (110) y (104) para su posterior análisis.

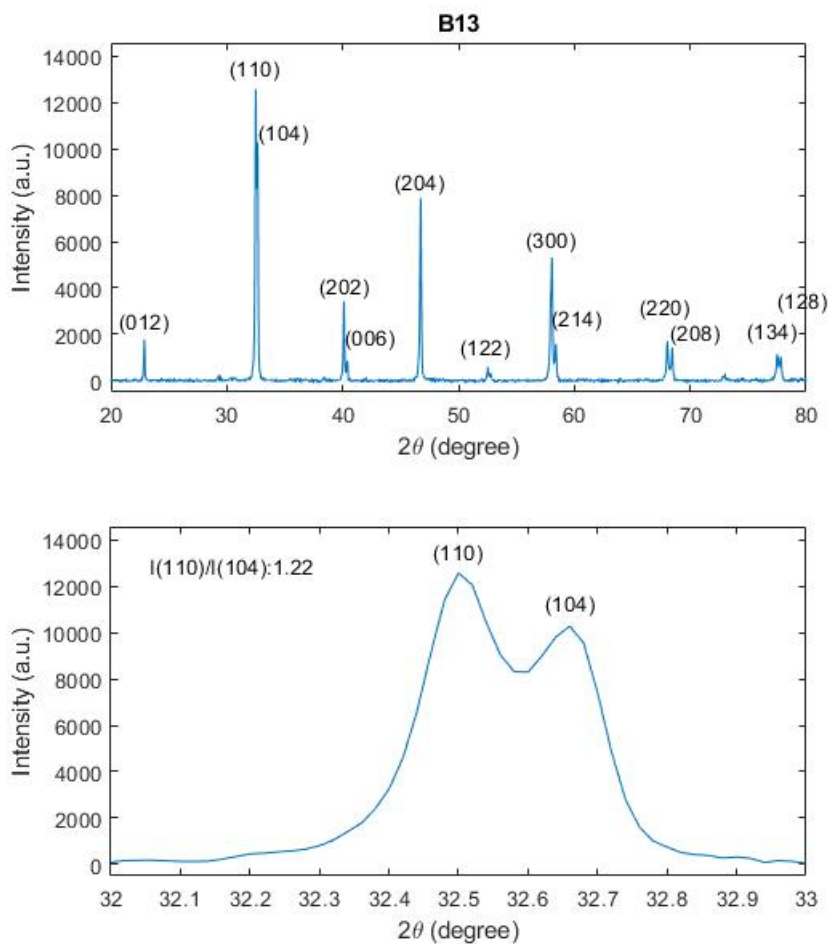
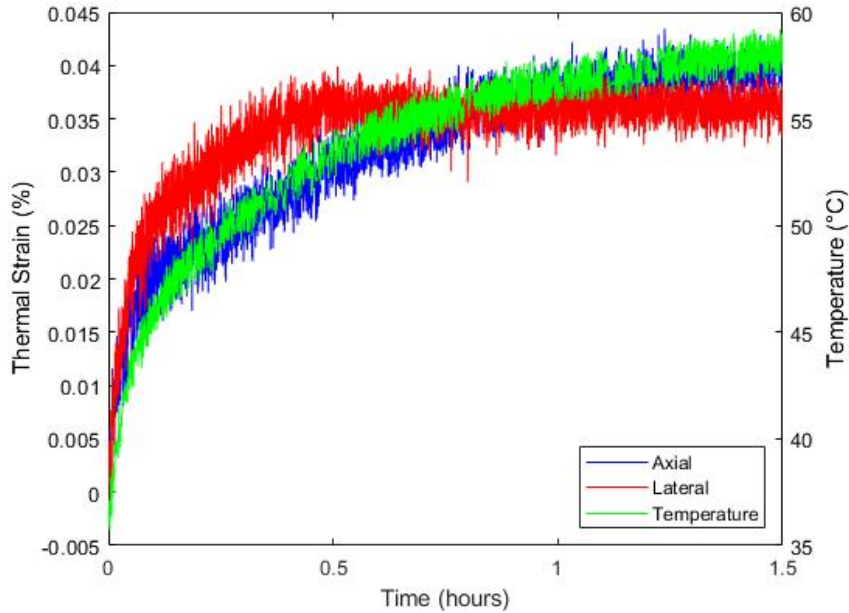


Figura 4.33: Difracción de rayos X en muestra B13.

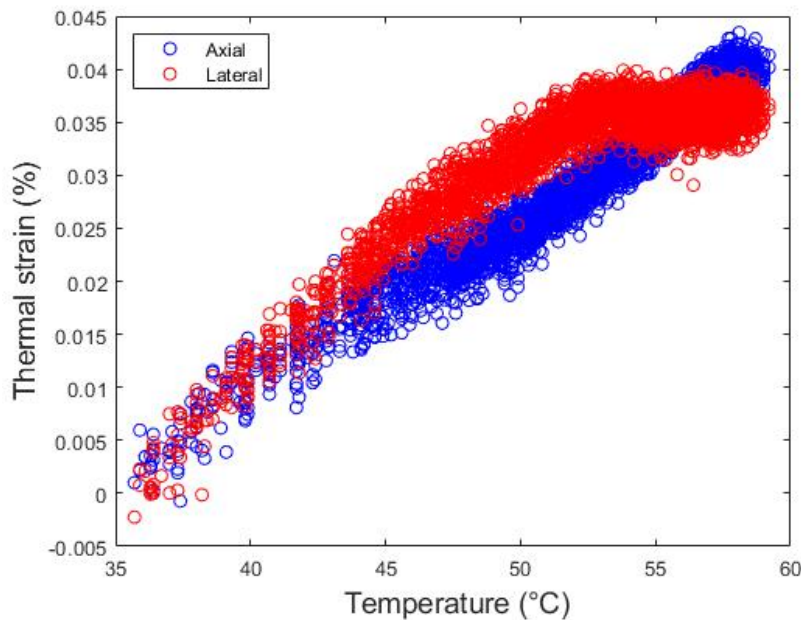
Se puede ver una relación del máximo de los peaks (110) y (104) de 1,22.

4.4. Ensayos de expansión térmica

A continuación, en la Figura 4.34 se muestran las curvas obtenidas para la deformación por expansión térmica en función del tiempo y del aumento de temperatura. El aumento de temperatura comprende entre la temperatura ambiente y la temperatura objetivo, que en este caso corresponde a 60°C.



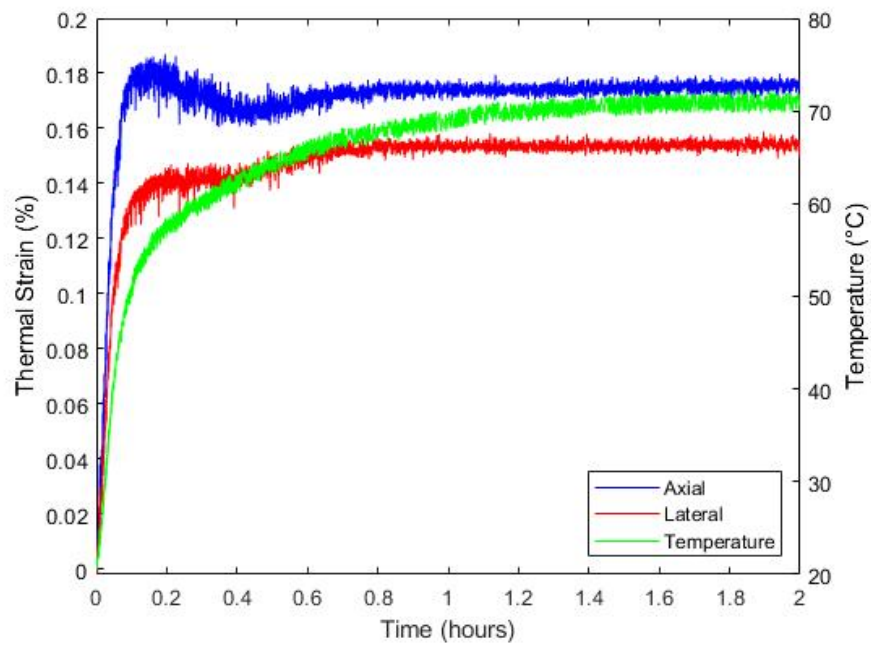
(a) Deformación térmica en función del tiempo.



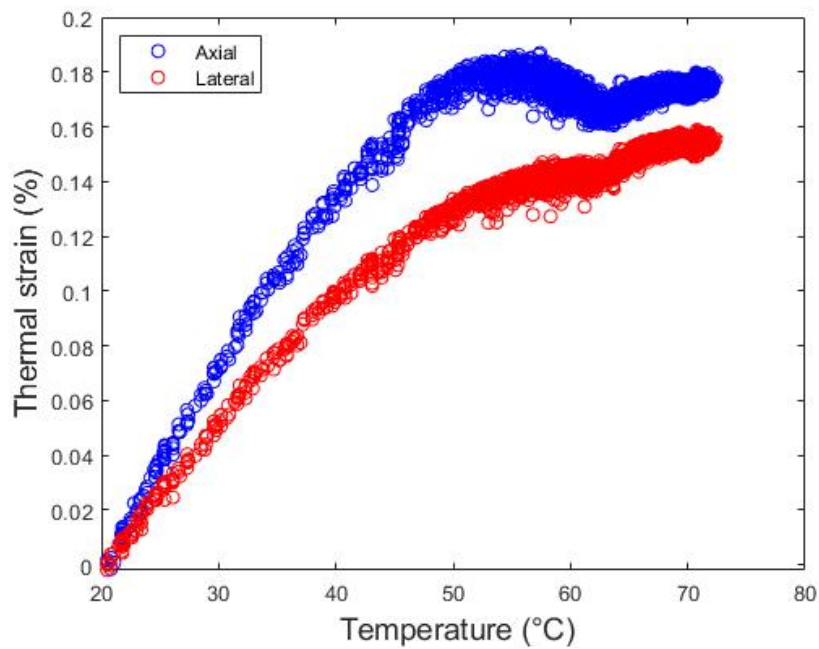
(b) Deformación térmica en función de temperatura.

Figura 4.34: Gráficos de expansión térmica, $T_{máx}$: 60°C.

Luego, en la Figura 4.35 se muestran las curvas obtenidas para la deformación por expansión termal en función del tiempo y del aumento de temperatura. El aumento de temperatura comprende entre la temperatura ambiente y la temperatura objetivo, que en este caso corresponde a 72°C.



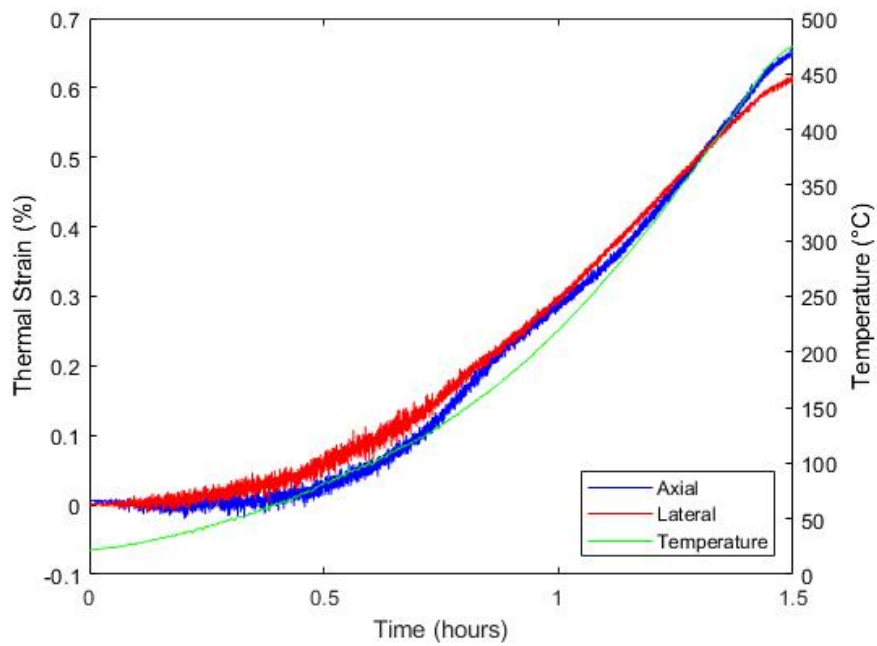
(a) Deformación térmica en función del tiempo.



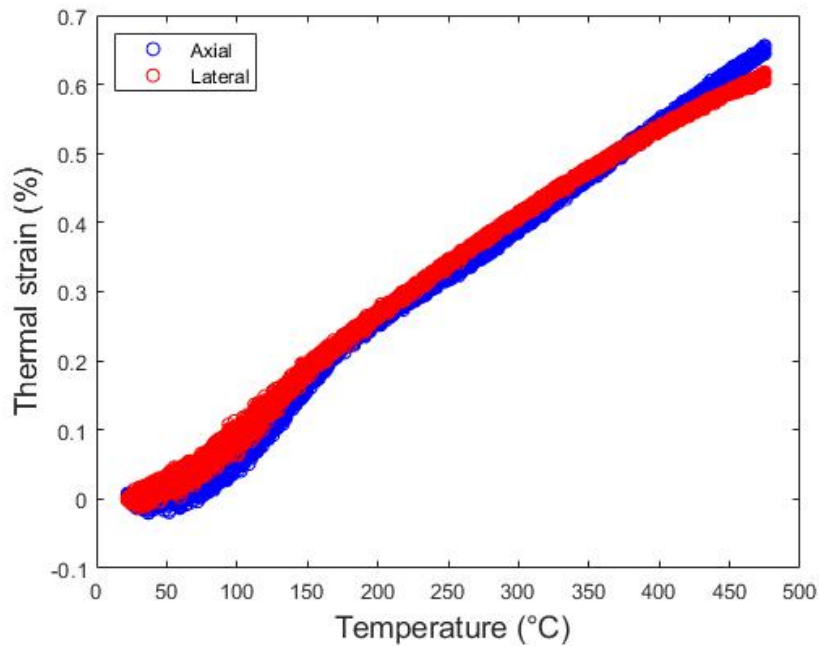
(b) Deformación térmica en función de temperatura.

Figura 4.35: Gráficos de expansión térmica, $T_{máx}$: 72°C.

En la Figura 4.36 se muestran las curvas obtenidas para la deformación por expansión termal en función del tiempo y del aumento de temperatura. El aumento de temperatura comprende entre la temperatura ambiente y la temperatura objetivo, que en este caso corresponde a 519°C.



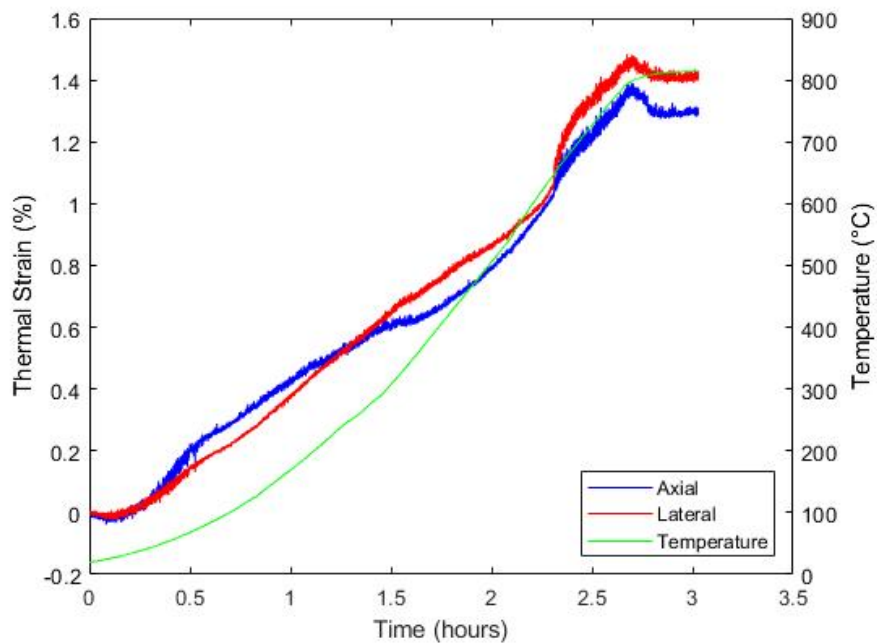
(a) Deformación térmica en función del tiempo.



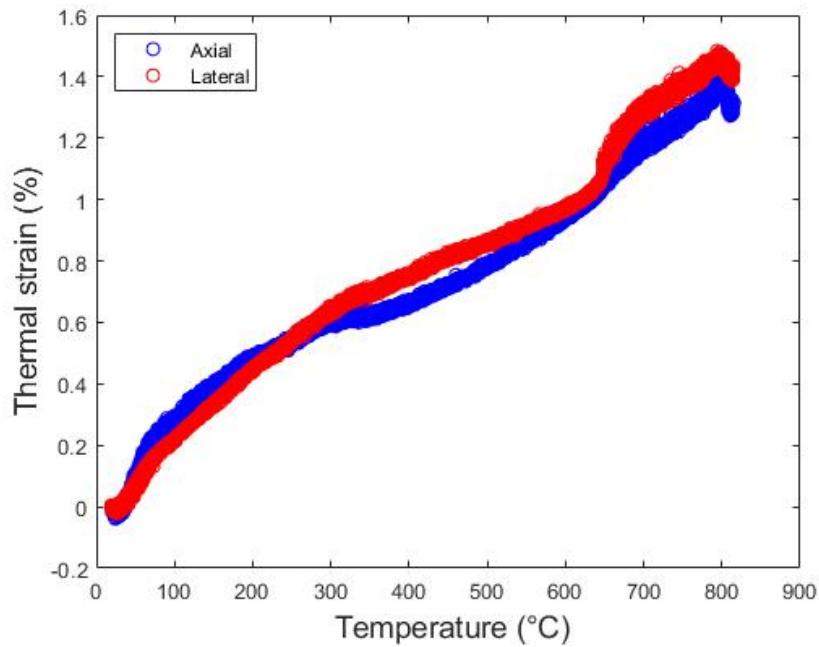
(b) Deformación térmica en función de temperatura.

Figura 4.36: Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 519°C.

Finalmente, en la Figura 4.37 se muestran las curvas obtenidas para la deformación por expansión termal en función del tiempo y del aumento de temperatura. El aumento de temperatura comprende entre la temperatura ambiente y la temperatura objetivo, que en este caso corresponde a 817°C.



(a) Deformación térmica en función del tiempo.



(b) Deformación térmica en función de temperatura.

Figura 4.37: Gráficos de expansión térmica, $T_{m\acute{a}x}$: 817°C.

Luego, gracias al comportamiento expuesto anteriormente, en la Figura 4.38 se muestra la obtención del coeficiente de expansión térmica del material para el ensayo a 519°C. Para ello se debe graficar la deformación térmica en función de la temperatura y realizar un ajuste lineal a la curva, donde su pendiente corresponde al coeficiente de expansión térmica α .

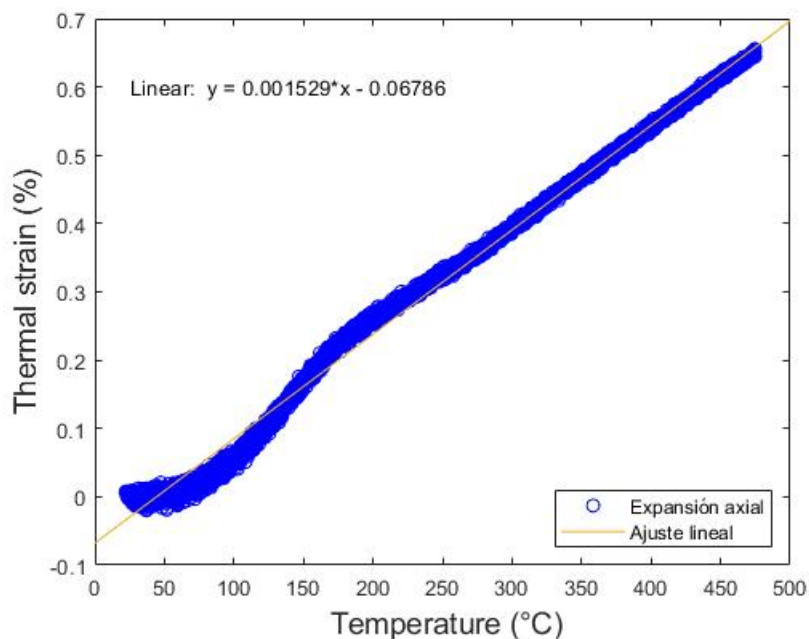


Figura 4.38: Curva para la obtención del coeficiente de expansión térmica de LSCF, $T_{m\acute{a}x}$: 519°C.

En la Tabla 4.3 se muestran los coeficientes de expansión térmica obtenidos a partir de los ensayos de expansión realizados con éxito en un amplio rango de temperaturas.

Tabla 4.3: Coeficientes de expansión térmica a diferentes temperaturas.

$T_{m\acute{a}x}$ [°C]	$\alpha \cdot 10^{-6}$ [1/°C]
60	16,86
72	16,47
517	15,29
819	15,34

Capítulo 5

Análisis

5.1. Fabricación de muestras

Se analizan en primer lugar las propiedades físicas de las muestras fabricadas con el objetivo de determinar la consistencia del proceso de fabricación, revisando y comparando tanto la densidad como porosidad de estas. En las tablas 4.1 y 4.2 se puede observar un valor promedio de densidad de las muestras de $4,29 [g/cm^3]$ con una desviación estándar de $0,04 [g/cm^3]$, valor típico para muestras fabricadas con la proporción de promotor de porosidad utilizado en este trabajo y también para el proceso de compactación de polvos que se decidió utilizar en este caso. Las muestras son similares a algunas utilizadas en el trabajo de Akbari et al. [8] fabricadas por carga uniaxial. Por otra parte, se tiene un valor de porosidad promedio de $31,8 [\%]$ con una desviación estándar de $0,61 [\%]$. La altura promedio de las muestras es de $8,69 [mm]$ y su ancho promedio de $4,68 [mm]$. Lo anterior muestra la regularidad de las muestras en cuanto a sus propiedades físicas para un correcto procedimiento de toma de datos posterior.

Cabe destacar que los procesos y métodos de compactación de polvos utilizados pueden significar un cambio considerable tanto en la distribución de densidad y porosidad de las muestras en cuanto al proceso de fabricación. Al momento de realizar el presente trabajo sólo se cuenta con el método de compactación por carga uniaxial, el cual puede generar una distribución poco uniforme de la densidad y estructura interna del material debido a la concentración de esfuerzos generada por la geometría de las muestras y a fricciones experimentadas durante el proceso de carga, lo cual conlleva a una medición de deformación interna que también puede ser poco uniforme y caracterizarse por contener de manera simultánea zonas de expansión y contracción. Un procedimiento de fabricación que provee de una mejor distribución interna de la densidad y tamaño de grano más prolijo corresponde a la compresión isostática en frío o CIP por sus siglas en inglés, en la cual la muestra puede ser preformada a baja presión para luego ser introducida en un aceite, siendo comprimida en todas sus direcciones, según muestra el estudio de Abdallah et al. [13] y también el estudio de C.C. Melo et al. [14], en los cuales se comparan ambos procesos.

5.2. Ensayos de expansión térmica

En las Figuras 4.34 (a), 4.35 (a), 4.36 (a) y 4.37 (a) correspondientes a las curvas de deformación en función del tiempo se puede observar la expansión térmica del material a medida que la temperatura aumenta. En el caso de los ensayos mostrados en las Figuras 4.34 (a) y 4.35 (a) se utiliza un tiempo de subida hasta la temperatura objetivo de 1 hora, para luego ser mantenida hasta que se estabilice o establezca en una temperatura de equilibrio. En ambos ensayos se puede observar que la cantidad de deformación se relaciona directamente con el aumento de temperatura en función del tiempo o también llamada tasa de aumento de temperatura. Las muestras se dejan de deformar cuando la temperatura se establece en un equilibrio.

En el caso de los ensayos correspondientes a las Figuras 4.36 (a) y 4.37 (a) se utiliza un tiempo de subida hasta la temperatura objetivo de 1,5 y 2,5 horas respectivamente, debido a las altas temperaturas que se deben alcanzar. En estos casos la deformación térmica se comporta de manera lineal guardando relación con el aumento lineal de la temperatura hasta el punto de equilibrio.

En los cuatro casos, tanto la deformación axial como lateral muestran un aumento similar y coordinado, lo cual es de esperar debido a que las muestras no se encuentran sometidas bajo ningún régimen de carga durante los ensayos de expansión térmica, con lo que su deformación debiese ser uniforme en todas las direcciones.

Por otra parte, en las Figuras 4.34 (b), 4.35 (b), 4.36 (b) y 4.37 (b), correspondientes a ensayos con temperatura objetivo de 60, 72, 519 y 817°C respectivamente, se tienen los gráficos de deformación térmica en función del aumento de temperatura, los cuales permiten obtener el coeficiente de expansión térmica a partir de la pendiente de la curva presente. En los cuatro casos se ve un aumento lineal de la deformación térmica a medida que aumenta la temperatura de las muestras, lo cual se condice con el comportamiento lineal de la expansión térmica del material supuesto en Akbari et al. [8]. Por otra parte, en la curva para el ensayo de 817°C se puede observar un cambio en el comportamiento de la pendiente, lo cual se debe a que ocurre un cambio de fase, desde la simetría cristalina romboédrica presente a bajas temperaturas, hacia la simetría cúbica presente a altas temperaturas. Este cambio de fase ocurre aproximadamente a los 650°C, lo cual coincide con el punto de cambio de pendiente del gráfico.

Los coeficientes de expansión térmica que se muestran en la Tabla 4.3, los cuales fueron obtenidos a diferentes temperaturas, tanto altas como bajas se condicen con valores presentes en la literatura previa, como se muestra en B.X. Huang et al. [11], los cuales corresponden a valores de coeficiente de expansión térmica α , entre $10 \cdot 10^{-6}$ y $16 \cdot 10^{-6}$ [1/°C], validando los valores obtenidos en los ensayos analizados.

5.3. Ensayos de creep

En primer lugar, para comprender los resultados de ensayos de creep ferroelástico en el material es importante mencionar el mecanismo interno que produce este comportamiento no lineal. En el estudio de Kang, W. et al. [16], se explica cómo afectan las cargas uniaxiales y campos eléctricos inducidos, tanto por separado como en conjunto, al comportamiento del cambio de dominios ferroelásticos y sus orientaciones. La Figura 5.1, presente en el trabajo de Kang, W. explica el mecanismo de movimiento atómico del catión B de una celda cristalina tetragonal de un material cerámico ferroelástico, que se puede aplicar también a materiales con estructura ortorrómbica y romboédrica como es en el caso del LSCF.

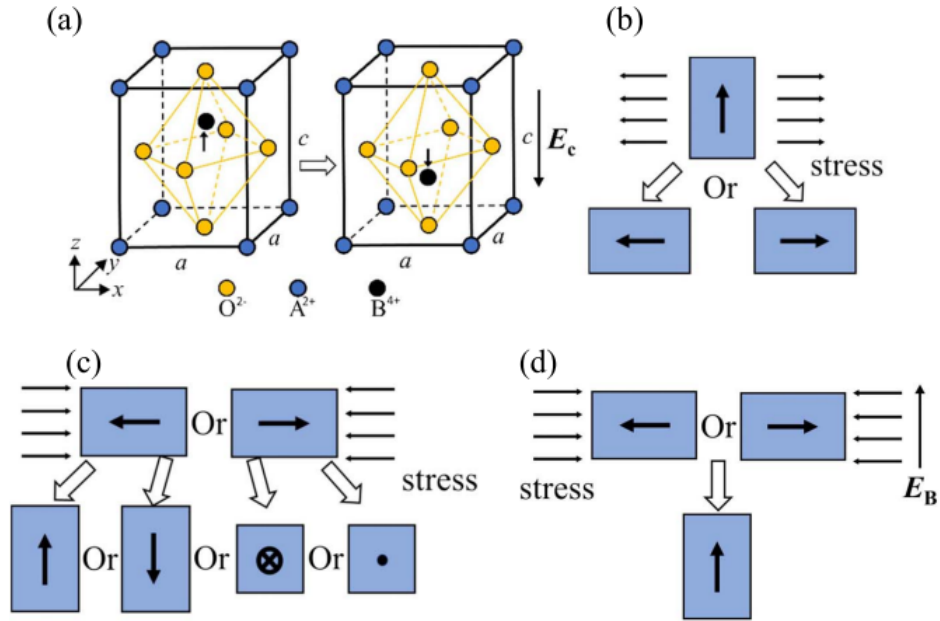


Figura 5.1: Comportamiento de celda unitaria de materiales cerámicos cristalinos ferroelásticos bajo carga [16].

En la Figura, se puede apreciar el caso de interés para el presente trabajo, el cual corresponde a la imagen (c), en la que se muestran las direcciones que toma el catión B de la celda unitaria al encontrarse sometida a un esfuerzo de compresión axial. Estas direcciones corresponden a la oposición de la carga aplicada con cuatro variaciones aleatorias de 90° perpendiculares a la carga, con igual probabilidad de ocurrencia [16].

Otra consideración interesante, como se vio en los antecedentes de este trabajo, corresponde a que los materiales ferroelásticos presentan dominios cristalinos, es decir, zonas del material con direcciones constantes, distribuidos de manera aleatoria [4], [5]. Estas direcciones varían al aplicar un esfuerzo superior al esfuerzo coercivo sobre el material y se comienzan a alinear. En el trabajo de Kang, W., se explica este mecanismo expresando el cambio de dominio ferroelástico en los granos del material, modelándolos como hexágonos, cada uno con su dirección cristalina aleatoria, la cual se redirecciona y ordena al aplicar un esfuerzo como se ven en la Figura 5.2.

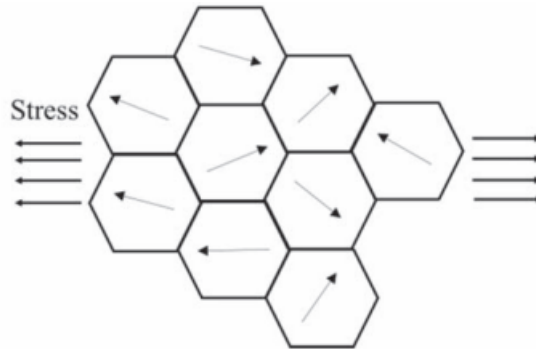


Figura 5.2: Comportamiento de direcciones en granos del material al aplicar un esfuerzo superior al esfuerzo coercivo [16].

Comprender este mecanismo de movimiento de las celdas unitarias y de las direcciones en los granos del material lleva a nuevas consideraciones para el caso de este trabajo, ya que se trabaja con LSCF poroso, cuya porosidad promedio es de 31,8 [%]. De esta manera, siguiendo la representación de una capa delgada de granos del material como lo hace Kang, en la Figura 5.3 se muestra una representación de LSCF poroso.

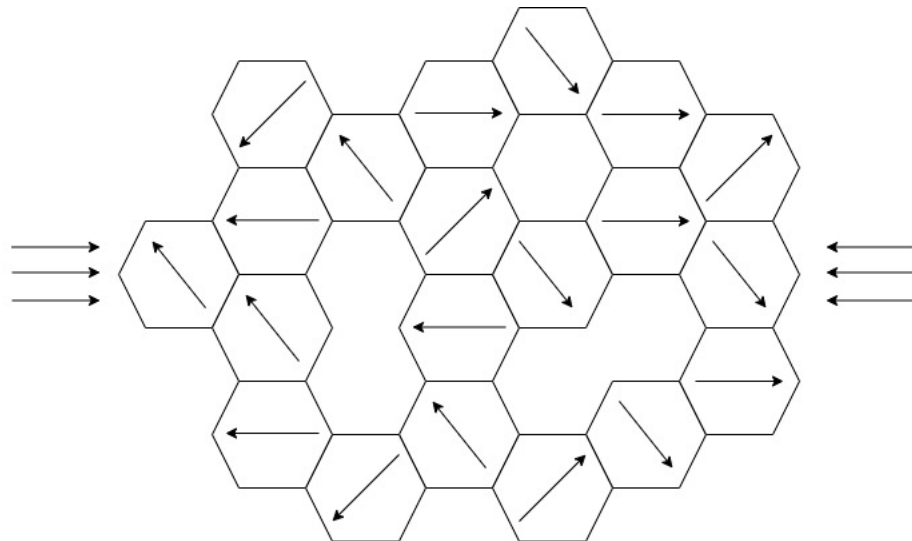


Figura 5.3: Representación de comportamiento de direcciones en LSCF poroso.

Como se ve en el ejemplo, en LSCF poroso las direcciones de orientación de los granos que se encuentran adyacentes a zonas con ausencia de material no tienen una barrera límite con la cual interactuar, por lo cual los granos contiguos reciben una mayor fuerza transmitida desde el grano anterior. Esto, sumado a la aleatoriedad de las direcciones mencionada anteriormente, (las cuales corresponden al sentido de la carga, con variaciones aleatorias de 90°), generan una mayor deformación en el material y diferencias en la deformación si la porosidad del material no se encuentra distribuida uniformemente, como lo confirma Abdallah et al. [13] y C.C. Melo et al. [14] para carga uniaxial, con lo que es posible que los resultados de deformación a cargas iguales y temperaturas iguales posean diferencias entre sí.

En la Figura 5.4, se puede ver una representación real del ejemplo mostrado, la cual corresponde a una muestra con 35 [%] de porosidad del trabajo de Akbari, A. et al.[8]. Se puede ver una estructura porosa interconectada, con poros de 1,7 [μm] de diámetro.

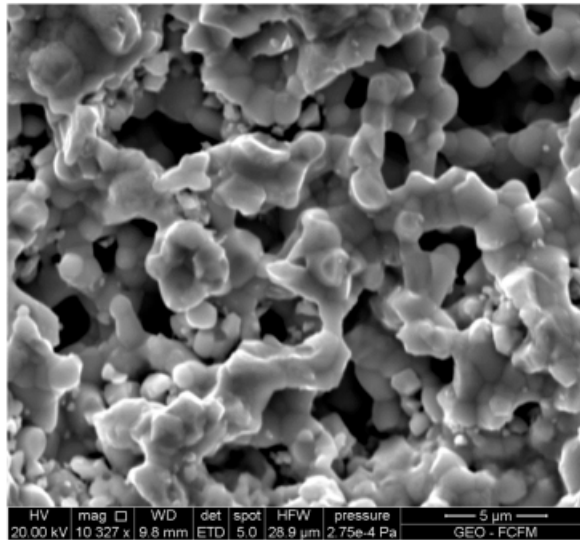


Figura 5.4: Imágen SEM de la superficie de una muestra porosa [8].

Con esta información, suponiendo poros esféricos de 1,7 [μm], sumado a que el recuadro de la imagen es de 29 [μm] de ancho y alto, con una porosidad promedio de las muestras fabricadas en este trabajo de 31,8 [%], altura promedio de las muestras de 8,69 [mm] y ancho promedio de 4,68 [mm] se tiene un aproximado de $1,222 \cdot 10^{11}$ poros con direcciones de orientación posibles en la superficie evaluada de los ensayos.

5.3.1. Análisis de fuentes de error en ensayos y muestras

Previo a realizar un análisis de los resultados obtenidos, se realiza un estudio de posibles errores tanto en el proceso de medición como en la estructura cristalina de las muestras, con el objetivo de analizar aquellos ensayos con un comportamiento correcto. En primer lugar, se realiza un análisis de errores en el proceso de medición, el cual se caracteriza por la ocurrencia de errores aleatorios al realizar el ensayo, los cuales derivan en deterioro parcial, destrucción o movimientos inesperados de las muestras, lo cual produce valores erróneos de deformación.

5.3.1.1. Errores asociados a problemas de medición

Los ensayos realizados a temperaturas de 17, 22, 31, 50, 72, 80 y 94 [°C] presentan inconsistencias en el comportamiento de creep ferroelástico y esfuerzo deformación, con lo cual a continuación se analiza cada caso.

Es importante mencionar, que el comportamiento en creep ferroelástico esperado corresponde a una curva que crece de manera exponencialmente amortiguada a medida que la muestra se va sometiendo a al proceso de carga hasta alcanzar la carga máxima. En carga máxima, la deformación se detiene y se mantiene constante dado que se alcanza un punto de saturación en el cambio de dominios ferroelásticos, luego al producirse la descarga del material, se espera que la deformación disminuya de manera amortiguada hasta una deformación remanente de equilibrio debido a las características ferroicas del material, presentando histéresis [7]. La curva típica de creep se muestra en la Figura 2.6. Por otra parte, se espera que la curva de esfuerzo deformación se comporte con una subida o proceso de carga no lineal debido a cambios de dominios hasta alcanzar un máximo y luego mantenerse, para después ser descargada, mostrando nuevamente el comportamiento no lineal debido a que algunos dominios vuelven a sus orientaciones previas. La curva típica se muestra en Figura la 2.4 [5], [6].

En el ensayo de 17 [°C] (Figura 4.1) se puede observar una clara inconsistencia en el comportamiento del creep ferroelástico (a), lo cual se explica por dificultades que suelen ocurrir al realizar ensayos de larga duración. Se puede ver una variación que no se condice con comportamiento típico de creep en materiales ferroelásticos mostrado en la sección de antecedentes, la cual corresponde al estudio de Orlovskaya et al. [7].

El ensayo de 22 [°C] (Figura 4.2) presenta inconsistencias en el comportamiento ferroelástico y de esfuerzo deformación similares al caso anterior. Existe una alta variación en la deformación a lo largo de la realización del ensayo, alejándose del comportamiento de creep ferroelástico propuesto por Orlovskaya et al. [7] y de esfuerzo deformación típico que se observa en publicaciones de Araki et al. [5], [6], Akbari et al. [8].

Para el ensayo de 31 [°C] (Figura 4.3) se observa un comportamiento de creep que aumenta con el transcurso del tiempo. Lo anterior no coincide con el comportamiento esperado y en este caso, se observa un aumento progresivo de la temperatura a lo largo del ensayo, lo cual genera un leve aumento, también progresivo, en la deformación de la muestra.

Para el ensayo de 50 [°C] (Figura 4.6) se observa ruido considerable en los datos obtenidos

aún después de realizar un proceso de suavizado de la señal obtenida. Además, este ruido produce que no se distinga de buena manera el proceso de descarga, mostrando una deformación remanente nula al finalizar el ensayo, lo cual no es posible dadas las características ferroicas del material.

En el ensayo de 72 [°C] (Figura 4.11) se ven claros problemas en el proceso de medición, con lo cual los resultados obtenidos son erróneos y se alejan del comportamiento esperado tanto en creep ferroelástico como en el comportamiento de esfuerzo deformación, teniendo en cuenta los trabajos de Orlovskaya et al. [7] y Araki et al. [5] con respecto al comportamiento ferroelástico típico de perovskitas. El error ocurre por deslizamiento de la muestra durante el ensayo.

Luego, en el ensayo de 80 [°C] (Figura 4.13) se muestra un comportamiento de creep que disminuye levemente con el transcurso del tiempo. Lo anterior no coincide con el comportamiento esperado y en este caso, se observa una disminución progresiva de la temperatura a lo largo del ensayo, lo cual genera una leve disminución, también progresiva, en la deformación de la muestra.

El ensayo de 94 [°C] (Figura 4.14) se aleja del comportamiento esperado para creep y esfuerzo deformación esperados, debido al ruido presente en la deformación adquirida. Es probable que la fuente de error corresponda a una mala aislación de la nube de calor que se genera entre el lente de la cámara y el horno, generando distorsión en las imágenes adquiridas.

5.3.1.2. Diferencias en microestructura de muestras

En algunos casos las muestras presentan un comportamiento diferente al esperado a temperaturas bajas. Es por esto, que se realiza XRD o difracción de rayos X para identificar diferencias en la estructura cristalina y la intensidad de sus direcciones. A continuación, se analiza de manera general los resultados de difracción de rayos X explicando las diferencias entre muestras.

En las Figuras de la sección 4.3, desde L1 (4.20) a L20 (4.32) se observa un patrón de peaks que corresponde a LSCF coincidente con lo que se puede ver en la Figura fig.1 del estudio de Akbari et al. [17], validando la composición del material y estructura a grandes rasgos.

Luego, es importante notar la relación de los peaks (110) y (104), los cuales corresponden a direcciones perpendiculares entre sí en la estructura cristalina romboédrica del material a temperatura ambiente. La intensidad de cada uno de estos dos peaks presenta información sobre qué dirección predomina en los dominios ferroelásticos de cada muestra. La dirección con mayor intensidad en LSCF por norma general es (110). En el estudio de Faaland, S. et al. [18], se observa un comportamiento del peak (104) que aumenta su intensidad al ser medido en caras perpendiculares a la carga ejercida, con lo cual la relación $I(110)/I(104)$ disminuye cercano a 1.

A continuación, se presenta una tabla resumen de la relación $I(110)/I(104)$ en las muestras

analizadas, donde se puede notar que en algunas la relación es baja, mientras que en otras es mucho mayor. Esto quiere decir que en muestras con una relación $I(110)/I(104)$ menor, la intensidad de las direcciones se equipara. El peak (110) corresponde a una dirección paralela al largo de la celda unitaria de una estructura romboédrica, mientras que el peak (104) corresponde a una dirección perpendicular a (110). Al aplicar carga sobre una muestra, las direcciones se van a alinear al esfuerzo, en donde la más propensa a alinearse es la dirección representada por (104), con lo cual aumentaría su intensidad en un XRD.

Tabla 5.1: Relación $I(110)/I(104)$ en muestras.

Muestra	$I(110)/I(104)$
L1	1,06
L3	1,57
L5	1,35
L7	1,42
L8	1,66
L9	2
L11	1,32
L14	1,37
L15	1,65
L17	1,23
L18	1,46
L19	1,24
L20	1,39
B13	1,22

Establecido lo anterior, tenemos que los patrones XRD de las muestras son obtenidos después de realizar ensayos y un posterior recocido, con lo cual las direcciones de los dominios cristalinos remanentes que no pudieron volver al estado inicial durante el ensayo, son capaces de volver. Es así que se tienen muestras listas para volver a ser utilizadas en ensayos próximos, sin deformaciones remanentes. De esta forma, la relación $I(110)/I(104)$ presentada en la tabla corresponde a la distribución de direcciones en un estado de ausencia de esfuerzos remanentes en cada muestra. Esto, sumado a la información provista por Faaland, S. et al. [18], quiere decir que una muestra con una relación $I(110)/I(104)$ pequeña tiene una menor capacidad de deformación que una muestra con una relación más amplia, debido a que previo al proceso de carga, ya existe un menor rango de posibilidad de cambio en los dominios dado por la dirección (104).

Sabiendo esto, sólo las muestras que presentan una relación $I(110)/I(104)$ similar pueden ser comparadas entre sí, teniendo cuidado de que las temperaturas en las cuales se evalúen también sean similares, ya que la temperatura juega un rol importante en el comportamiento de la deformación de muestras. Con esto, sería pertinente comparar muestras a baja

temperatura con una relación $I(110)/I(104)$ alta y similar entre sí, mientras que para altas temperaturas lo anterior no es tan relevante, ya que el material deja su comportamiento ferroelástico y comienza a comportarse de manera lineal, con un creep de alta temperatura típico.

La realización de XRD en las muestras fue una consecuencia de la identificación de un comportamiento anómalo en la deformación máxima alcanzada para ensayos de baja temperatura, por lo cual se necesitó una explicación a aquellos comportamientos para realizar posteriores análisis comparativos pertinentes.

A partir de lo anterior, las muestras L1, L11, L14, L17, L18, L19 y L20 no deberían utilizarse para analizar el comportamiento de creep ferroelástico del material a bajas temperaturas. Por consiguiente, se descartan del análisis los ensayos correspondientes a las temperaturas de 38°C (L14), 48°C (L17), 61°C (L11), 71°C (L18), 80°C (L19) y 94°C (L20).

5.3.1.3. Comparación de deformación en zonas laterales

En los resultados presentados en la sección 4.2, se observan en las Figuras (a) el creep axial y lateral promedio de las muestras. A continuación, se analiza en mayor detalle el comportamiento para creep axial, que es el más significativo, evaluando zonas laterales (izquierda y derecha) de la superficie rectangular frontal en cada muestra.

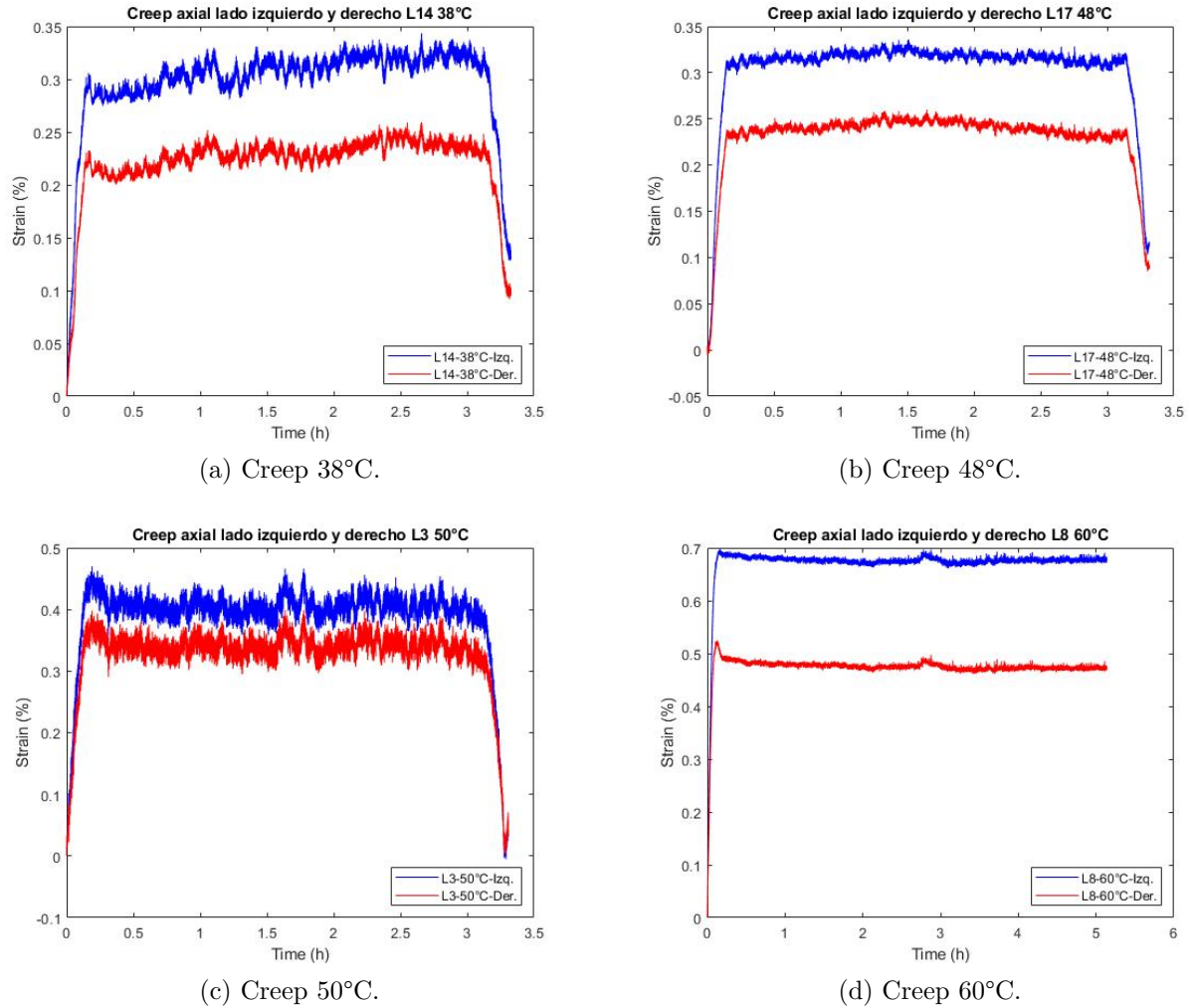


Figura 5.5: Gráficos de creep bordes izquierdo y derecho de cara frontal.

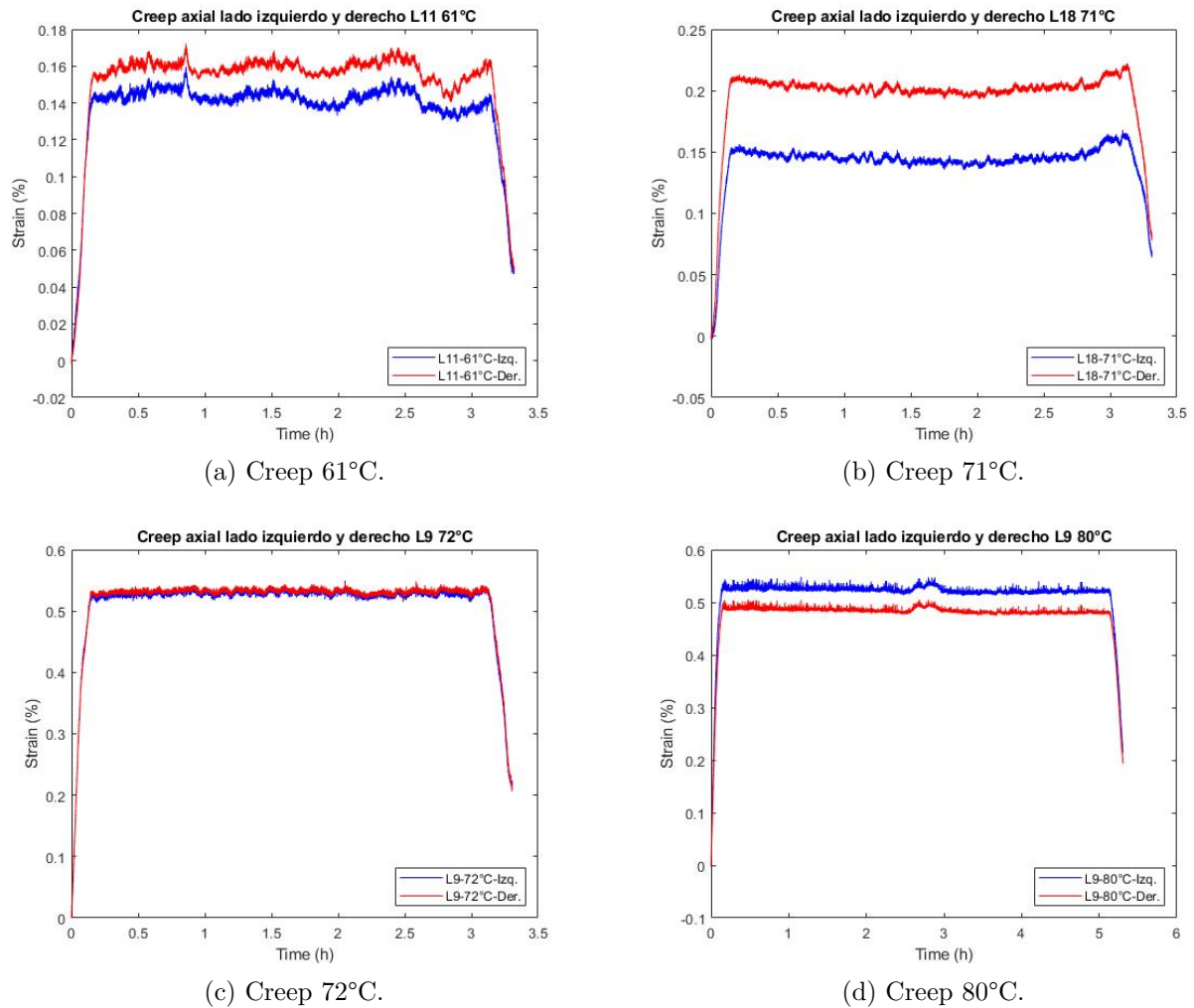


Figura 5.6: Gráficos de creep bordes izquierdo y derecho de cara frontal.

En las Figuras 5.5 y 5.6 se aprecia la deformación en los lados izquierdo y derecho de la cara frontal de la muestra durante ensayos a diferentes temperaturas. Se puede observar que los ensayos de L14 a 38°C, L17 a 48°C, L8 a 60°C y 18 a 71°C, muestran una diferencia significativa en la deformación del extremo izquierdo en comparación al derecho. Esto se debe principalmente a que las superficies superior e inferior de las muestras son pulidas manualmente sobre lijas de diferentes tamaños de grano para lograr una superficie pareja. Este método no es preciso, además de ser complicado de regular la cantidad de material que se extrae de las muestras. Si bien se notan diferencias de deformación en los gráficos, el creep a lo largo del ensayo en todos los casos presentados muestra un comportamiento idéntico tanto en el extremo izquierdo como en el derecho de las muestras, con lo cual no se puede asociar un error en el comportamiento ferroelástico del material, pero sí un error en la cantidad de deformación máxima que este alcanza. De todas maneras se puede decir con seguridad que la deformación máxima real se encuentra entre las bandas de deformación presentes en los gráficos de las Figuras 5.5 y 5.6, las cuales corresponden a un límite inferior o superior de deformación según corresponda en cada caso.

5.3.1.4. Comparación de muestras en diferentes ensayos

A continuación se muestra una comparación de los resultados ya obtenidos en muestras L8 y L9, en diferentes ensayos a diferentes temperaturas, entre las cuales se realiza un proceso de recocido a 1100°C para eliminar deformación remanente y cambio de dominios producidos en ensayos previos.

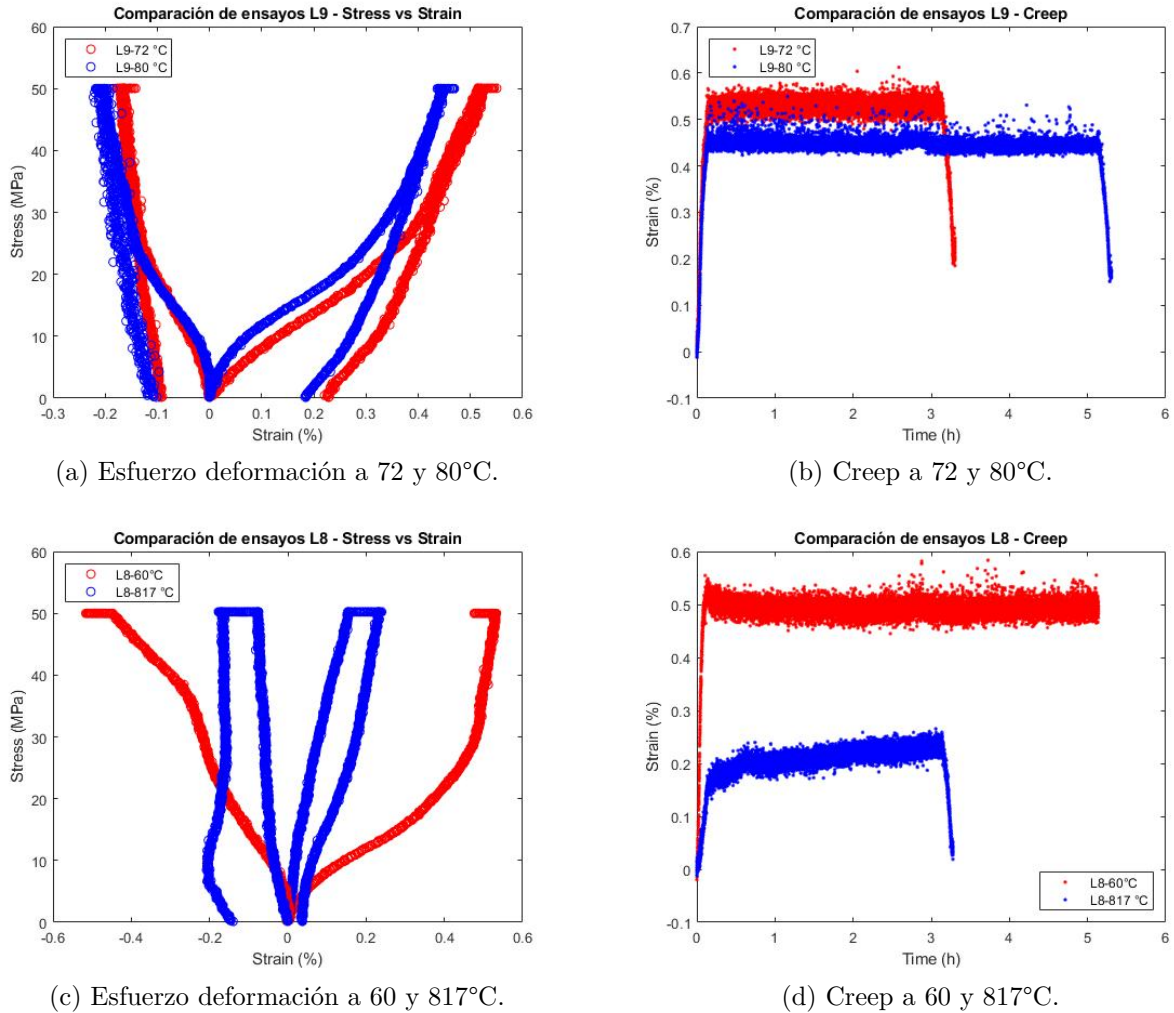


Figura 5.7: Comparación de muestras en diferentes temperaturas.

Como se ve en la Figura 5.7, se puede notar que el comportamiento a diferentes temperaturas es consistente. La muestra L9 en esfuerzo deformación y creep posee el mismo comportamiento a 72°C y a 80°C, con una leve disminución de la deformación experimentada por razones que se explican en la sección siguiente. En las curvas de creep (b) en el ensayo de 80°C, se puede notar que incluso los procesos de carga y descarga son similares con una deformación remanente disminuida por efectos de la temperatura. Para el ensayo de L8 la explicación es análoga con excepción de que el comportamiento del creep a 817°C (Figura 5.7 (d)) es creciente, lo cual se debe a que a temperaturas muy altas el material pierde su comportamiento ferroelástico y comienza a experimentar creep convencional.

5.3.2. Análisis de ensayos de creep y esfuerzo deformación, 50 [MPa]

Del análisis realizado en las secciones anteriores, se tiene que los ensayos de creep cuyo comportamiento puede ser analizado sin mayores errores corresponden a los ensayos de 60°C (Sección 4.2.7), 72°C (Sección 4.2.10), 80°C (Sección 4.2.12), 305°C (Sección 4.2.15), 519°C (Sección 4.2.16) y 817°C (Sección 4.2.17).

En los ensayo de creep con una carga de 50 [MPa] y de baja temperatura, correspondientes a 60°C, 72°C y 80°C los cuales se pueden observar en las Figuras 4.7 (a), 4.10 (a) y 4.12 (a) respectivamente, se puede notar el comportamiento típico de materiales ferroelásticos, con una subida exponencialmente amortiguada de la deformación hasta un punto de equilibrio, en donde la deformación alcanza un máximo constante que se mantiene en el tiempo [7]. Luego, la descarga ocurre de manera exponencialmente amortiguada hasta una deformación remanente de equilibrio [7], debido a la histéresis que presentan los materiales ferroicos. El esfuerzo deformación en las Figuras 4.7 (b), 4.10 (b) y 4.12 (b) en la subida de la parte axial, se puede notar el claro comportamiento no lineal característico de materiales ferroelásticos. Este comportamiento se explica por cambio de dominios ferroelásticos que ocurren mientras el material es sometido a un esfuerzo [5]. Los dominios ferroelásticos cambian su orientación (domain switching) alineándose a la dirección de la carga, generando esfuerzos internos que se oponen a la misma, produciendo un comportamiento complejo que deriva en la no linealidad de la deformación. Por otra parte, se observa creep lateral negativo, el cual es de esperar debido a la porosidad de las muestras, la cual corresponde a 31,8 [%], valor similar al encontrado en el estudio de Akbari et al. [8], en donde se detecta creep negativo en muestras con porosidad de 35 [%]. En la zona de descarga de esfuerzo deformación para las muestras mencionadas, se puede ver que la pendiente del comportamiento es más pronunciada que la pendiente de carga aunque se logra observar un comportamiento no lineal, el cual es explicado por un retroceso de cambio de dominios ferroelásticos (domain back-switching) [5], los cuales al dejar de ser sometidos a una carga, pueden volver a direcciones previas. No todos los dominios logran generar este retroceso, con lo cual se observa deformación remanente al finalizar el proceso de descarga.

Para los ensayos de creep con carga de 50 [MPa] y alta temperatura, los que corresponden a 305°C, 519°C y 817°C cuyos resultados se muestran en las Figuras 4.15 (a), 4.16 (a) y 4.17 (a) respectivamente se logra ver el comportamiento del creep esperando en materiales ferroelásticos [7], aunque con un leve aumento progresivo durante el ensayo, esto se debe a que a alta temperatura el material comienza a experimentar creep convencional, al saturarse los dominios ferroelásticos. Lo anterior también se puede notar en las curvas de esfuerzo deformación en las Figuras 4.15 (b), 4.16 (b) y 4.17 (b), donde se puede ver que la zona no lineal es cada vez menor y termina a un esfuerzo menor cada vez que se aumenta la temperatura. Los dos fenómenos presentados anteriormente se explican debido a que al aumentar la temperatura disminuye considerablemente el esfuerzo crítico [5], [10], en el cual se saturan los dominios ferroelásticos, es decir, a partir de ese punto no hay más lugar a que ocurra cambio de dominios, con lo cual, lo que comienza a suceder corresponde a creep convencional de alta temperatura, es por ello que se puede observar un comportamiento casi lineal del esfuerzo deformación al aumentar la temperatura [11]. Por otra parte, como se expresa en Akbari et

al. [8], el esfuerzo y porosidad del material tienen un impacto en la deformación del mismo. Debido a la porosidad en el material, las paredes de los dominios no se pueden mantener en posiciones de equilibrio, por lo que sus deformaciones oscilan generando creep positivo y negativo oscilante. La porosidad permite nucleación de dominios debido a que entrega zonas libres en la superficie de los poros, con lo cual al aumentar la porosidad el esfuerzo crítico disminuye [8], [15], con lo que este puede caer incluso a cero.

En la tabla 5.2 se presenta la deformación máxima y la deformación remanente en cada muestra expuesta anteriormente. Se puede ver que la deformación máxima alcanzada disminuye con la temperatura y por otro lado, la deformación remanente también disminuye.

Tabla 5.2: Deformación máxima y remanente en cada ensayo.

Muestra	Temperatura [°C]	$\epsilon_{m\acute{a}x}$ [%]	ϵ_{rem} [%]
L8	60	0,567	X
L9	72	0,551	0,221
L9	80	0,505	0,258
L7	305	0,348	0,141
B13	519	0,216	0,085
L8	817	0,233	0,027

El comportamiento ferroelástico de las muestras en carga se puede ver de mejor manera en la Figura 5.8.

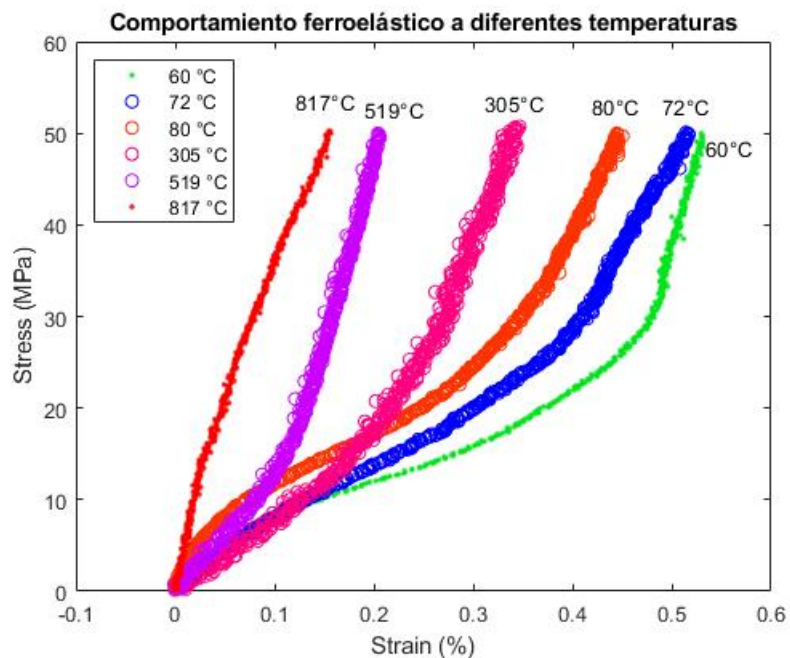


Figura 5.8: Efecto de temperatura en creep ferroelástico de LSCF.

En la comparación mostrada en la Figura 5.8 se observa que al aumentar la temperatura la deformación máxima disminuye, lo cual coincide con numerosos estudios realizados previamente [5], [10], [11]. La razón de este comportamiento no es explicada en la literatura, pero luego del estudio realizado en el presente trabajo se presume que la conjunción de los efectos de temperatura y alta porosidad permiten que el esfuerzo crítico disminuya considerablemente. Como se ve en la figura, los efectos ferroelásticos son apenas visibles a alta temperatura y disminuyen de manera considerable con respecto a los efectos ferroelásticos en baja temperatura. Esto se explica debido a que, al poseer un esfuerzo crítico cercano a cero, se produce cambio de dominios en el material mientras este es calentado, esto debido a que aumenta la difusión atómica interna, por lo que una parte del comportamiento ferroelástico se pierde en el proceso de elevación de temperatura. Al momento que se realizan las mediciones de creep con temperatura constante el material ya ha experimentado gran parte de los cambios de dominios. Se debe recordar que en materiales ferroelásticos las curvas nunca son completamente lineales, una explicación de la pérdida de comportamiento ferroelástico puede explicarse también por un aumento en la energía de activación para la difusión en el límite de grano del material al aumentar la temperatura [12]. Por otra parte, a baja temperatura el material se encuentra alejado del esfuerzo crítico, por lo que el cambio de dominios se experimenta durante todo el proceso de carga, para saturarse luego de alcanzar el esfuerzo crítico. De esta manera la cantidad de dominios cambiados es mayor a baja temperatura con respecto a un ensayo de creep de alta temperatura, generando una mayor deformación.

Otro comportamiento interesante es el de la disminución de deformación remanente al aumentar la temperatura. Este efecto se puede explicar por un aumento en el módulo de descarga del material (E_{untd}) al aumentar la temperatura, generando una pendiente más pronunciada para la disminución de esfuerzo cuando se está descargando la muestra, que en el caso de 817°C es casi cero. Una experiencia posible de realizar correspondería a llevar a cabo un ensayo a alta temperatura y mantener la medición de deformación incluso después de que termine la descarga de la muestra, de manera de observar si el material consigue una deformación remanente igual a cero, resultado interesante a obtener en trabajos posteriores.

5.3.3. Análisis de ensayos de creep y esfuerzo deformación, 25 [MPa]

Si bien no se realiza un gran número de ensayos de creep y esfuerzo deformación para cargas constantes de 25 [MPa], en las Figuras 4.18 y 4.19, las cuales sólo presentan procesos de carga y creep, con ausencia de proceso de descarga por errores de medición, se puede notar que la deformación aumenta con el aumento de temperatura, esto se explica debido a que la carga de 25 [MPa] se encuentra lejana al esfuerzo crítico, con lo cual, como se ve en las curvas de esfuerzo deformación (Figuras 4.18 (b) y 4.19 (b)), el comportamiento no lineal es casi imperceptible, porque la carga utilizada no es suficiente para saturar los dominios ferroelásticos. Es necesaria una carga mayor para alcanzar dicha saturación.

Capítulo 6

Conclusiones y recomendaciones

En el presente trabajo se logró el objetivo general planteado, se miden y analizan los efectos de la temperatura en el creep ferroelástico de $(\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4})_{0,95}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF), los cuales corresponden a un comportamiento de disminución de la deformación máxima y disminución progresiva del comportamiento ferroelástico con el aumento de temperatura.

La acción conjunta de los efectos de alta temperatura y alta porosidad permiten que el esfuerzo crítico del material disminuya considerablemente. Con un esfuerzo crítico bajo, se produce cambio de dominios en el material mientras este es calentado, esto debido a que aumenta la difusión atómica interna con nucleación y por lo tanto, disminución de cantidad de dominios, por lo que una parte del comportamiento ferroelástico se pierde en el proceso de elevación de temperatura. Sumado a esto, cuando el material llega a su temperatura máxima y comienza el ensayo de creep, se alcanza rápidamente el esfuerzo crítico, produciéndose la saturación de dominios y el inmediato comportamiento de creep convencional por alta temperatura, deformándose a un ratio menor.

En temperaturas bajas, el esfuerzo crítico del material se mantiene alto, con lo cual, en el proceso de carga el material se experimenta un gran número de cambios de dominios hasta alcanzar la saturación, de manera que se deforma en mayor medida.

Al someter al material a esfuerzos menores al esfuerzo crítico, no se alcanza la saturación de dominios, por lo que no se logra un comportamiento ferroelástico pleno. En este caso, a mayor temperatura existe mayor deformación, como se ve en ensayos de 25 [MPa].

Se fabrican muestras de LSCF capaces de ser sometidas a ensayos de compresión y se utilizan métodos de recocido propuestos en trabajos anteriores para reutilizar muestras.

Se utiliza un método de correlación digital de imágenes DIC para medir la deformación y creep de muestras de LSCF a diferentes temperaturas y cargas, con una metodología propuesta por trabajos de alumnos realizados anteriormente. Se realizan modificaciones al proceso de adquisición y materiales utilizados, para mejorar la calidad de los resultados.

Se utilizan códigos escritos en el software Matlab para el procesamiento de datos y obtención de curvas de creep, esfuerzo deformación y expansión térmica para realizar un análisis

de los efectos de temperatura y creep ferroelástico del material.

Para eliminar errores en el análisis, se realiza un proceso de validación y análisis de fuentes de error en los ensayos y muestras que corresponden a evaluación de deformación en bordes izquierdos y derechos de muestras, análisis de difracción de rayos X e identificación de problemas en el proceso de medición. A partir de estos, se recomienda realizar difracción de rayos X o XRD una vez fabricadas las muestras y antes del proceso de medición, para llevar a cabo ensayos comparables entre sí debido a la microestructura e intensidad de direcciones presente en ellas.

Es recomendable el diseño de un método que permita pulir las superficies las muestras que están en contacto con la máquina de ensayos, de manera que estas sean lo más paralelas y parejas posible, para disminuir errores de deformación y pérdida de muestras por una distribución superficial dispereja de la carga.

Se recomienda utilizar las muestras fabricadas en este trabajo para estudios posteriores, además de la realización de ensayos a alta temperatura manteniendo la adquisición de datos de deformación aún después de terminado el proceso de descarga de la muestra, con el objetivo de identificar si la deformación remanente llega a cero.

Bibliografia

- [1] Askeland, D. R. (2010). The science and engineering of materials. Monterey, CA: Brooks/Cole Engineering Division.
- [2] Bhalla, A. S., Guo, R., Roy, R. (2000). The perovskite structure—a review of its role in ceramic science and technology. *Materials Research Innovations*, 4(1), 3–26. DOI: 10.1007/s100190000062
- [3] Levy, M. R. (2005). Crystal structure and defect property predictions in ceramic materials (Doctoral dissertation, University of London).
- [4] V.K.Wadhawan. Introduction to Ferroic Materials. Gordon and Breach Science Publishers, India, 2000.
- [5] Araki, W., & Malzbender, J. (2013). Ferroelastic deformation of $\text{La}_{0.58}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3\delta}$ under uniaxial compressive loading. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(4), 805–812. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.10.035
- [6] Araki, W., Takeda, K., & Arai, Y. (2016). Mechanical behaviour of ferroelastic lanthanum metal oxides LaMO_3 (M= Co, Al, Ga, Fe). *Journal of the European Ceramic Society*, 36(16), 4089–4094. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2016.0
- [7] Orlovskaya, N., Lugovy, M., Slyunyayev, V., Verbylo, D., & Reece, M. J. (2008). Room-temperature creep of LaCoO_3 -based perovskites: Equilibrium strain under compression. *Physical Review B*, 78(2), 024107. DOI: 10.1103/physrevb.78.024107
- [8] Arnauda, B., Akbari-Fakhrabadi, A., Orlovskaya, N., Meruane, V., & Araki, W. (2020). Room Temperature Ferroelastic Creep Behavior of Porous $(\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4})_{0.95}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$. *Processes*, 8(11), 1346.
- [9] Pan, B. (2018). Digital image correlation for surface deformation measurement: historical developments, recent advances and future goals. *Measurement Science and Technology*, 29(8), 082001. DOI: 10.1088/1361-6501/aac55b
- [10] W. Araki, T. Abe, and Y. Arai. Anomalous variation of the mechanical behaviour of ferroelastic $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ the ferro-to-paramagnetic transition, *Scripta Mater.* 99 (2015) 9–12. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.11.014
- [11] Huang, B. X., Malzbender, J., Steinbrech, R. W., Wessel, E., Penkalla, H. J., Singheiser, L. (2010). Mechanical aspects of ferro-elastic behavior and phase composition of $\text{La}_{0.58}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3\delta}$. *Journal of Membrane Science*, 349(1-2), 183–188. DOI: 10.1016/j.memsci.2009.11.047
- [12] Huang, B. X., Steinbrech, R. W., Baumann, S., Malzbender, J. (2012). Creep behavior and its correlation with defect chemistry of $\text{La}_{0.58}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_3$. *Acta Materialia*,

60(6-7), 2479–2484. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.12.025

- [13] Abdallah, A. S., Fayed, A., Abdo, G. M., Sallam, M. T. (2017, April). Effect of Effect of Cold Isostatic Pressing on the Physical and Mechanical Properties of Tungsten Heavy Alloys. In International Conference on Aerospace Sciences and Aviation Technology (Vol. 17, No. AEROSPACE SCIENCES AVIATION TECHNOLOGY, ASAT-17–April 11-13, 2017, pp. 1-12). The Military Technical College. DOI: 10.21608/ASAT.2017.22789
- [14] Melo, C. C., Moraes, A. L. I., Rocco, F. O., Montilha, F. S., Canto, R. B. (2018). A validation procedure for numerical models of ceramic powder pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 38(8), 2928–2936. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.01.009
- [15] Islam, M. N., Araki, W., Arai, Y. (2017). Mechanical behavior of ferroelastic porous $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ prepared with different pore formers. *Ceramics International*, 43(17), 14989–14995. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.08.02
- [16] Kang, W., Huber, J. (2018). Prospects for energy harvesting using ferroelectric/ferroelastic switching. *Smart Materials and Structures*. DOI: 10.1088/1361-665x/aaf4c6
- [17] Akbari-Fakhrabadi, A., Sathishkumar, P., Ramam, K., Palma, R., Mangalaraja, R. V. (2015). Low frequency ultrasound assisted synthesis of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_3$ (LSCF) perovskite nanostructures. *Powder Technology*, 276, 200–203. DOI: 10.1016/j.powtec.2015.02.043
- [18] Faaland, S., Grande, T., Einarsrud, M.-A., Vullum, P. E., Holmestad, R. (2005). Stress-Strain Behavior During Compression of Polycrystalline $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{CoO}_3$ Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 88(3), 726–730. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2005.00165.x

Anexos

Anexo A

Código 6.1: Código en Matlab para obtención de gráficos de creep y esfuerzo deformación.

```
1 % Se crea gráfico
2 clear
3 clc
4 close all
5
6 % Data from Thermometer .....
7 [ Ch0, Ch1, Ch2, Ch3, timeT ] = tempread();
8
9 % Data from Camera, sample and testing -----
10 load ('processed_DIC_L20_50MPa_94°C');
11
12 % excel test info -----
13 tinfo = xlsread('L20', 'testinfo', 'c1:c9');
14
15 a = tinfo (1);           % sample dimension: a(mm)
16 b = tinfo (2);           % b(mm)
17 h = tinfo (3);           % h(mm)
18 Fmax = tinfo (4);        % Maximum applied load(N)
19 creepTime = tinfo (5);   % Holding time at maximum load (seconds)
20 LR = tinfo (6);          % Loading rate (N/S)
21 Fs = tinfo (7);          % Shut frequency
22 CN = tinfo (8);          % Number of Cycles
23 Fmas = tinfo (9);        % Increases load per cycle
24
25
26 %Graficar puntos.....
27 figure
28 subplot(1,2,1);
29 set(gcf,'Position',[100 100 500 700]) % gcf: graphical current figure
30 for i=1:length(cx)
31 plot(cx(i),cy(i),'.')
32 hold on
33 text(cx(i),cy(i),[num2str(i)],'FontSize',7,'FontWeight','bold');
34 end
35 axis equal
36 set(gca,'Xtick',[]);
```

```

37 set(gca,'Ytick',[]);
38 box off
39 axis off
40 NaNf = isnan(Y);
41 NaN_sum = sum(NaNf, 2);
42 Nanx = (1:i);
43 Nanx = Nanx';
44 subplot(1,2,2);
45 plot (Nanx, NaN_sum);
46
47
48 shutsize =size(t);
49 shutsize=shutsize(2);
50
51 gridinfo = struct ();
52 sizeX = size(X);
53
54 gridinfo.gridsize = size (Cx); % grid size (axial , lateral)
55 gridinfo.shutnum = sizeX (2); % the number of total shuts
56 gridinfo.gleft = 1:gridinfo.gridsize(1); % points at left side
57 gridinfo.gright = (1:gridinfo.gridsize(1))+ ...
58     gridinfo.gridsize(1)*(gridinfo.gridsize(2)-1); % points at right side
59
60 gridinfo.gtop = ones(1,gridinfo.gridsize(2)-1); % points at top side
61 for g = 1: gridinfo.gridsize(2)-1;
62     gridinfo.gtop (g+1) = g*gridinfo.gridsize(1)+1;
63 end
64 gridinfo.gbottom = gridinfo.gtop + gridinfo.gridsize(1)-1; % points at bottom side
65
66
67 shuti = 1; % test start
68 shutf = gridinfo.shutnum; % test finished
69 shutiL = shuti; % initiation of Loading
70 shutfL = (Fmax/LR)*Fs; % final of Loading
71
72 shutiC = shutfL+1; % initiation of Holding
73 shutfC = shutiC + creepTime*Fs; % final of Holding
74 shutiU = shutfC; % initiation of Unloading
75 shutfU = shutiU + (Fmax/LR)*Fs; % final of Unloading
76
77 stressL = ((t(1:(Fs*Fmax/LR))*LR)+3)/(a*b); % MPa
78 stressU = ((t(1:(Fs*Fmax/LR))*LR)+3)/(a*b) ; % MPa
79 stressU = fliplr(stressU);
80 stressC = (ones (shutfC- shutiC , 1)*(Fmax/(a*b)))';
81
82 % strain axial .....
83 strainA = zeros(gridinfo.gridsize(2), gridinfo.shutnum);
84 for k = 1:gridinfo.gridsize(2)
85     strainA(k, :) = -(Y(gridinfo.gtop(k),shuti:shutf)-Y(gridinfo.gbottom(k),...
86     shuti:shutf))/(cy(gridinfo.gtop(k))-cy(gridinfo.gbottom(k)))*100;
87 end
88

```

```

89 strainAxiAv = (mean(strainA(:,:)));
90 MA = mean(strainAxiAv (1:20));
91 strainAxiAv = strainAxiAv - MA;
92 % strain lateral .....
93 strainLat = zeros(gridinfo.gridsize(1), gridinfo.shutnum);
94 for p = 1:gridinfo.gridsize(1)
95     strainLat(p, :) = -(X(gridinfo.gright(p),shuti:shutf)-X(gridinfo.gleft(p),shuti:shutf))/(cx(
        ↪ gridinfo.gright(p))-cx(gridinfo.gleft(p)))*100;
96 end
97
98 strainLatAv = (mean(strainLat(:,:)));
99 ML = mean(strainLatAv (1:20));
100 strainLatAv = strainLatAv - ML;
101
102 %times ....
103 tL = t (shutiL:shutfL); %Loading time
104 tC = t (shutiC:end); %creep time
105 tU = t (shutiU:end); % Unloading time
106
107 % Temp ....
108 Temp = Ch0;
109 [s1,s2] = size (strainAxiAv);
110 T = Temp(1:s2);
111 Tc = Temp(shutiC:s2);
112
113 T_s = smoothdata (T, 'movmean', 100);
114
115 % Thermal expansion calculation ...
116 CTE = 50 *10^-6;
117 TE = -(CTE * (Tc-Tc(1))*100)';
118
119 % smoothing .....
120 % Axial
121 strainAxiAv_s = smooth(strainAxiAv,0.02,'rloess');
122 strainAxiAv_s = strainAxiAv_s';
123
124 noise = strainAxiAv - strainAxiAv_s;
125 StrainAxialS = strainAxiAv_s+ noise*0.1;
126 zA = StrainAxialS (1);
127 StrainAxialS = StrainAxialS - zA;
128 strainAxiAv = strainAxiAv - zA;
129 %Lateral
130 strainLatAv_s = smooth(strainLatAv,0.02,'rloess');
131 strainLatAv_s = strainLatAv_s';
132
133 noiseL = strainLatAv - strainLatAv_s;
134 StrainLateralS = strainLatAv_s+ noiseL*0.1;
135 zL = StrainLateralS (1);
136 StrainLateralS = StrainLateralS - zL;
137 strainLatAv = strainLatAv - zL;
138
139 strainAxiL = strainAxiAv (shutiL:shutfL);

```

```

140 strainLatL = strainLatAv (shutiL:shutfL);
141
142 strainAxiC = strainAxiAv (shutiC:shutfC-1);
143 strainLatC = strainLatAv (shutiC:shutfC-1);
144
145 strainAxiU = strainAxiAv (shutiU:shutfU-1);
146 strainLatU = strainLatAv (shutiU:shutfU-1);
147
148 strainAxiLs = StrainAxialS (shutiL:shutfL);
149 strainLatLs = StrainLateralS (shutiL:shutfL);
150
151 strainAxiCs = StrainAxialS (shutiC:shutfC-1);
152 strainLatCs = StrainLateralS (shutiC:shutfC-1);
153
154 strainAxiUs = StrainAxialS (shutiU:shutfU-1);
155 strainLatUs = StrainLateralS (shutiU:shutfU-1);
156
157 %%
158 % graphs ...
159 figure
160 plot (t, strainAxiAv, 'b');
161 hold on
162 plot (t, strainLatAv, 'r');
163 hold on
164 plot (t, StrainAxialS, 'g');
165 hold on
166 plot (t, StrainLateralS, 'g');
167 ylabel('Strain (%)');
168 hold on;
169 xlabel('Time (hours)');
170 legend('Axial','Lateral', 'Smoothing','Location','SE')
171 box on;
172
173 figure;
174 plot (strainAxiL, stressL, 'b', ...
175      strainLatL, stressL, 'r', ...
176      strainAxiC, stressC, 'b', ...
177      strainAxiU, stressU, 'b', ...
178      strainLatC, stressC, 'r', ...
179      strainLatU, stressU, 'r');
180
181 hold on
182 plot (strainAxiLs, stressL, 'g', ...
183      strainLatLs, stressL, 'g', ...
184      strainAxiCs, stressC, 'g', ...
185      strainAxiUs, stressU, 'g', ...
186      strainLatCs, stressC, 'g', ...
187      strainLatUs, stressU, 'g');
188
189 ylabel('Stress (MPa)');
190 xlabel('Strain (%)');
191 legend('Axial', 'Lateral', 'Location', 'SE');

```

```

192 title ('Stress vs Strain-L20-94°C');
193 box on;
194
195 left_color = [0 0 0];
196 right_color = [0 0 0];
197 set(figure,'defaultAxesColorOrder',[left_color; right_color]);
198 plot (t/3600, StrainAxialS, 'b');
199 hold on
200 plot (t/3600, StrainLateralS, 'r');
201
202 ylabel('Strain (%)');
203 hold on;
204 yyaxis right
205 plot(t/3600,T_s, 'g');
206 fontsize = 18;
207 ylabel('Temperature (°C)');
208 xlabel('Time (hours)');
209 legend('Axial','Lateral', 'Temperature','Location','SE')
210 box on;
211
212
213 figure
214 scatter (strainAxiLs,stressL, 'b')
215 hold on
216 scatter (strainLatLs,stressL, 'r')
217 hold on
218 plot (strainAxiCs, stressC, 'b')
219 hold on
220 scatter (strainAxiUs, stressU,'b')
221 hold on
222 plot (strainLatCs, stressC, 'r')
223 hold on
224 scatter (strainLatUs, stressU,'r');
225
226 ylabel('Stress (MPa)');
227 xlabel('Strain (%)');
228 legend('Axial', 'Lateral', 'Location','SE');
229 title ('Stress vs Strain-L20-94°C');
230 box on;

```

Anexo B

Código 6.2: Código en Matlab para obtención de gráficos de expansión térmica.

```
1 % Se crea gráfico
2 clear all;
3 clc;
4 close all;
5
6 % Data from Thermometer .....
7 [ Ch0, Ch1, Ch2, Ch3, timeT ] = tempread();
8
9 % Data from Camera -----
10 load ('processed_DIC_L20_expansion');
11
12 %%
13 %Graficar puntos.....
14 figure
15 subplot(1,2,1);
16 set(gcf,'Position',[100 100 500 700]) % gcf: graphical current figure
17 for i=1:length(cx)
18 plot(cx(i),cy(i),'.')
19 hold on
20 text(cx(i),cy(i),[num2str(i)],'FontSize',7,'FontWeight','bold');
21 end
22 axis equal
23 set(gca,'Xtick',[]);
24 set(gca,'Ytick',[]);
25 box off
26 axis off
27 NaNf = isnan(Y);
28 NaN_sum = sum(NaNf, 2);
29 Nanx = (1:i);
30 Nanx = Nanx';
31 subplot(1,2,2);
32 plot (Nanx, NaN_sum);
33
34
35 shutsize =size(t);
36 shutsize=shutsize(2);
37
38 %%
39 gridinfo = struct ();
40 sizeX = size(X);
41
42 gridinfo.gridsize = size (Cx); % grid size (axial , lateral)
43 gridinfo.shutnum = sizeX (2); % the number of total shuts
44 gridinfo.gleft = 1:gridinfo.gridsize(1); % points at left side
45 gridinfo.gright = (1:gridinfo.gridsize(1))+ ...
46 gridinfo.gridsize(1)*(gridinfo.gridsize(2)-1); % points at right side
```



```

47
48 gridinfo.gtop = ones(1,gridinfo.gridsize(2)-1);    % points at top side
49 for g = 1: gridinfo.gridsize(2)-1;
50   gridinfo.gtop (g+1) = g*gridinfo.gridsize(1)+1;
51 end
52 gridinfo.gbottom = gridinfo.gtop + gridinfo.gridsize(1)-1;    % points at bottom side
53
54 shuti = 1;                                % test start
55 shutf = gridinfo.shutnum;                  % test finished
56 %%
57 % strain axial .....
58 strainA = zeros(gridinfo.gridsize(2), gridinfo.shutnum);
59 for k = 1:gridinfo.gridsize(2)
60   strainA(k, :) = (Y(gridinfo.gtop(k),shuti:shutf)-Y(gridinfo.gbottom(k),...
61   shuti:shutf))/(cy(gridinfo.gtop(k))-cy(gridinfo.gbottom(k)))*100;
62 end
63
64 strainAxiAv = (mean(strainA(:,:)));
65
66 % strain lateral .....
67 strainLat = zeros(gridinfo.gridsize(1), gridinfo.shutnum);
68 for p = 1:gridinfo.gridsize(1)
69   strainLat(p, :) = (X(gridinfo.gright(p),shuti:shutf)-X(gridinfo.gleft(p),shuti:shutf))/(cx(
   ↪ gridinfo.gright(p))-cx(gridinfo.gleft(p)))*100;
70 end
71
72 strainLatAv = (mean(strainLat(:,:)));
73 %%
74 % Data from Thermometer
75 size= size (strainAxiAv);
76 [ Ch0, Ch1, Ch2, Ch3, timeT ] = tempread();
77 T = Ch0(1:size(2));
78 dTl= (T-T(1));
79 tTermo = timeT (1:size(2));
80 %%
81 strainAxiAv_s = smooth(T,strainAxiAv,0.7,'rloess');
82 strainAxiAv_s = strainAxiAv_s';
83
84 noise = strainAxiAv - strainAxiAv_s;
85 ExpansionA = strainAxiAv_s+ noise*0.05;
86
87 strainLatAv_s = smooth(T,strainLatAv,0.7,'rloess');
88 strainLatAv_s = strainLatAv_s';
89
90 noiseL = strainLatAv - strainLatAv_s;
91 ExpansionL = strainLatAv_s+ noiseL*0.05;
92 %%
93 % Graph.....
94 figure;
95 scatter (T, ExpansionA, 'b');
96 hold on
97 scatter (T, ExpansionL, 'r');

```

```

98 xlabel(' Temperature (°C)', 'FontSize', 14);
99 ylabel('Thermal strain (%)', 'FontSize', 14);
100 legend('Axial', 'Lateral', 'Location', 'NW');
101 title('Thermal expansion vs Temperature - L20-94°C')
102 box on;
103
104 left_color = [0 0 0];
105 right_color = [0 0 0];
106 set(gcf, 'defaultAxesColorOrder', [left_color; right_color]);
107 plot(tTermo/3600, ExpansionA, 'b');
108 hold on
109 plot(tTermo/3600, ExpansionL, 'r');
110
111 ylabel('Thermal Strain (%)');
112 hold on;
113 yyaxis right
114 plot(tTermo/3600, T, 'g');
115 fontsize = 18;
116 ylabel('Temperature (°C)');
117 xlabel('Time (hours)');
118 legend('Axial', 'Lateral', 'Temperature', 'Location', 'SE')

```