



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

**VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA PARA LA MEDICIÓN DE
DEFORMACIÓN TÉRMICA DE MATERIALES EMPLEANDO LA TÉCNICA
DE CORRELACIÓN DIGITAL DE IMÁGENES (DIC)**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL MECÁNICO

OCTAVIO FROILÁN LEAL ORTIZ

PROFESOR GUÍA:
ALI AKBARI FAKHRABADI

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
VIVIANA MERUANE NARANJO
RUBÉN FERNÁNDEZ URRUTIA

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por:
FONDECYT Regular No. 1200141

SANTIAGO DE CHILE
2022

VALIDACIÓN DE METODOLOGÍA PARA LA MEDICIÓN DE DEFORMACIÓN TÉRMICA DE MATERIALES EMPLEANDO LA TÉCNICA DE CORRELACIÓN DIGITAL DE IMÁGENES (DIC)

Las perovskitas son materiales de amplio interés por la variedad de propiedades y aplicaciones con las que cuentan. Dentro de estas se encuentra un subgrupo conocido como LSCF, materiales con amplia proyección en celdas de combustible solido, las cuales presentan un comportamiento ferroelástico, así como un grado de deformación a temperatura ambiente, esto los vuelve materiales no fáciles de estudiar y de los cuales no hay mucha información al respecto. Es propósito de este trabajo es ampliar el conocimiento en cuanto al comportamiento mecánico de estos.

Para esto se mide la deformación experimentada por tres materiales, en ausencia de carga externa y en un rango de 50°C por sobre la temperatura ambiente. Se busca desarrollar y validar una metodología de medición y posteriormente ajustar la deformación obtenida con ecuaciones de deformación térmica lineal conocidas, y así poder estimar un coeficiente de deformación térmica. Dos de los materiales estudiados son de referencia, uno de ellos es alúmina y el otro acero SAE 4340. Para la medición de la deformación se emplea la técnica de correlación digital de imágenes (DIC), la cual destaca por su amplio campo de aplicación, precisión y bajos requerimientos. La metodología de trabajo consiste de los pasos siguientes, preparación de las muestras, instalación y configuración del equipo, exportación de datos para su posterior análisis y ajuste en MATLAB.

Otro aspecto analizado es la influencia del rango de temperatura de estudio, donde se busca determinar en que medida afecta los valores de temperatura en el ajuste obtenido en un rango de 500°C, obteniéndose un coeficiente de deformación distinto. Respecto a los ajustes obtenidos para rangos en temperatura ambiente se observa que el ajuste no es del todo preciso para los materiales de referencia analizados, existiendo variaciones para las distintos tramos de las curvas de estudio, el material que más se acercó fue el acero. Otro aspecto importante a destacar es las diferencias entre la deformación axial y longitudinal, obteniéndose diferencias en los ajustes respectivos para las tres muestras. Finalmente para el caso específico del LSCF se propone un coeficiente de deformación térmica que resulta ser el con mejor comportamiento, difiriendo bastante de lo hallado en la literatura. Si bien la metodología empleada para las tres muestras fue la misma, existen diferencias en los ajustes obtenidos, por lo que se concluye que la metodología en particular empleada así como ecuaciones de deformación térmica lineal no son indicadas para ajustar el comportamiento de materiales del tipo LSCF o bien se requiere el repetir y depurar los pasos seguidos. Se propone el utilizar diferentes metodologías de medición, así como el dilucidar la causal en las diferencias del comportamiento axial y lateral registrados por la técnica. Más estudios a futuro son necesarios para poder seguir ahondando y entendiendo el comportamiento de estos materiales, así como la revisión del trabajo aquí realizado de forma de poder definir una metodología válida para distintas condiciones.

He tenido suerte de tener la familia que tengo, de haber tenido la oportunidad de educarme y de gozar de una buena salud, de esto me siento agradecido.

Agradecimientos

A mi familia, amigos y a mi profesor guía por todo el apoyo entregado para la realización de este trabajo. Hubieron varios altos y bajos en el camino, pero finalmente se pudo lograr.

Tabla de Contenidos

1. Introducción	1
1.1. Motivación	1
1.2. Objetivos	2
1.2.1. Generales	2
1.2.2. Específicos	2
2. Antecedentes	3
2.1. Perovskitas	3
2.1.1. Comportamiento ferroelástico	4
2.2. LSCF	6
2.2.1. Creep ferroelástico	7
2.2.2. Correlación digital de imágenes	11
3. Metodología	14
3.0.1. Montaje experimental	14
3.0.2. Correlación	16
3.0.3. Exportación de datos con ISTR4 4D	18
3.0.4. Análisis de datos en MATLAB	19
3.0.5. Equipo de medición	19
4. Resultados y discusiones	21
4.0.1. Mapa de deformación	21
4.0.1.1. Mallado o grid empleado	22
4.0.2. Ajustes de deformación térmica	24
4.0.2.1. Acero SAE 4340	24
4.0.2.1.1. Alúmina	26
4.0.2.1.2. LSCF	29
4.0.3. Estudio de deformación para rangos amplios de temperatura.	33
5. Conclusiones	35
5.1. Pasos a futuro	35
Bibliografía	36

Índice de Tablas

4.1.	Coeficiente de expansión térmica estimado y condiciones experimentales para acero SAE 4340.	26
4.2.	Coeficiente de expansión térmica estimado y condiciones experimentales para alúmina.	29

Índice de Ilustraciones

2.1.	Perovskitas halladas como mineral de forma natural.	3
2.2.	Estructura del Titanato de Calcio, estructura base de la familia de las perovskitas.	4
2.3.	Curva esfuerzo-deformación típica de materiales ferroelásticos.	5
2.4.	Curva esfuerzo-deformación típica de materiales ferroelásticos.	7
2.5.	Curva de deformación vs tiempo que define el creep para materiales a altas temperaturas [10].	8
2.6.	Curva de tasa de deformación o creep ferroelástico para materiales cerámicos ferroelásticos a temperatura ambiente [10].	8
2.7.	Deformación vs tiempo para una carga de 25 MPa, tiempo de aplicación de 3 horas, material LSCF-P5.	9
2.8.	Deformación vs tiempo para una carga de 50 MPa, tiempo de aplicación de 3 horas, material LSCF-P5.	10
2.9.	Ajuste de deformación por ecuación de deformación térmica. Caso sin carga, a temperatura ambiente.	10
2.10.	Tipo de patrón de alto contraste empleado en muestras para análisis con correlación digital de imágenes.	12
2.11.	Elementos principales que conforman equipo de medición.	12
2.12.	Imagen con componentes de análisis de técnica de correlación digital de imágenes.	13
3.1.	Montaje experimental de muestras para medición de deformación térmica. Se puede observar las tres muestras en posición y conectadas las termocuplas (amarillo) a la muestra de análisis en ese momento.	15
3.2.	Esquema de disposición de termocuplas en muestras.	15
3.3.	Equipo de medición Q-450 de Dantec Dynamics, en posición para realizar mediciones.	16
3.4.	Dispositivo empleado para realizar la calibración de las muestras. Permite definir un espaciado y distancias relativas.	17
3.5.	Muestra ya calibrada, con selección de contraste y brillo que permita distinguir patrón de alto contraste.	18
3.6.	Mapa de deformación de la muestra luego de un proceso exitoso de los datos recopilados.	19
4.1.	Ajuste experimental realizado para material de prueba alúmina.	22
4.2.	Mallado empleado para acero SAE 4340.	23
4.3.	Mallado empleado para alúmina.	23
4.4.	Mallado empleado para LSCF.	24
4.5.	Ajuste de deformación axial para material de referencia acero SAE 4340.	25
4.6.	Ajuste de deformación lateral para material de referencia acero SAE 4340.	26
4.7.	Comparación de componente axial y lateral medidas con técnica DIC.	27
4.8.	Ajuste de deformación lateral para material de referencia alúmina.	28

4.9.	Ajuste de deformación lateral para material de referencia alúmina.	28
4.10.	Componente axial y lateral para LSCF en función de la temperatura.	29
4.11.	Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 40 * 10^{-6}C^{-1}$	30
4.12.	Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 40 * 10^{-6}C^{-1}$	30
4.13.	Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 50 * 10^{-6}C^{-1}$	31
4.14.	Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 50 * 10^{-6}C^{-1}$	31
4.15.	Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 60 * 10^{-6}C^{-1}$	32
4.16.	Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 60 * 10^{-6}C^{-1}$	32
4.17.	Ajuste experimental realizado para material de estudio LSCF. Se puede observar que no existe correlación con el estado actual de los datos obtenidos.	34

Capítulo 1

Introducción

En un mundo en constante desarrollo y en busca de nuevas y más eficientes tecnologías, es cada vez de mayor interés el conocer nuevos materiales; esto es, sus propiedades, aplicaciones y características principales; por lo que constantemente se están realizando pruebas y ensayos para lograrlo. En este último tiempo una de las prioridades radica en emplear fuentes energéticas cada vez más eficientes y más amigables con el medio ambiente. Una de las tecnologías de conversión energética que más promete son las celdas de combustible de oxígeno sólido (SOFC por sus siglas en inglés), la cual se caracteriza por transformar la energía química de otros combustibles en electricidad de forma eficiente y con bajas emisiones, sin embargo existen algunas limitaciones o aspectos a mejorar, tales como la disminución de la temperatura de operación y dar mayor estabilidad a las reacciones involucradas, lo cual significaría un aumento de la durabilidad, capacidad térmica y reducción de costos. Dentro de los materiales llamados a hacer estos cambios están las perovskitas de la familia LSCF [[1]], las cuales se caracterizan por sus propiedades mixtas de conductividad iónica y electrónica, las que las sitúan como un material idóneo, sin embargo este se viene estudiando desde hace poco por lo que más información al respecto es necesaria. Es propósito de este trabajo el ampliar el conocimiento que existe de estos materiales, en particular con la validación de una metodología de medición empleando la técnica de correlación digital de imágenes (DIC), la cual se caracteriza por ser de fácil uso, altamente precisa y versátil, además de no requerir contacto directo con el material de estudio, y dado que estos análisis son para rangos de temperaturas acotados esto es un factor determinante para así asegurar una medición precisa de la deformación.

1.1. Motivación

El ampliar el conocimiento de nuevos materiales que pueden ser de gran provecho para el desarrollo de nueva tecnologías, y en particular las perovskitas, las cuales se caracterizan por ser relativamente nuevas en estudio y con un amplio abanico de propiedades es un gran incentivo para la realización de este trabajo. Por otro lado no menos importante es el trabajar con una técnica de medición que se viene perfeccionando a lo largo de los años, tanto en precisión como en aplicación, caracterizándose por su facilidad de uso y no requerir contacto alguno con el objeto de estudio.

1.2. Objetivos

1.2.1. Generales

Validar una metodología de obtención de deformación térmica para materiales haciendo uso de la correlación digital de imágenes.

1.2.2. Específicos

- Realizar montaje experimental
- Mediciones de prueba en material de referencia para familiarizarse con equipo de medición
- Realizar mediciones iniciales en materiales de referencia
- Obtener mediciones para material de estudio (LSCF)
- Determinar deformación en las muestras en función de la temperatura haciendo uso de la técnica de correlación digital de imágenes
- Análisis y ajuste de datos empleando MATLAB y posterior estimación de coeficiente de deformación térmica

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Perovskitas

Las perovskitas son aquellos materiales cuya estructura cristalina es como la presentada por el Titanato de Calcio ($CaTiO_3$), es decir un patrón del tipo ABO_3 , siendo A y B cationes de distinto tamaño, donde A es el de mayor tamaño y B es un catión de tamaño medio. A suele ser un alcalino, alcalino térreo o lantánido (La, Sr, Ba, etc) y se encuentra ubicado en las esquinas de la celda con un número de coordinación de doce y B comúnmente es un metal de transición (Co, Ni, Mn, etc) que se ubica en el centro de la celda, cuyo número de coordinación es de seis, esto en el caso ideal de configuración cristalina. Se encuentran de forma natural como un oxido mineral, tal como se puede apreciar en la figura 2.1.



Figura 2.1: Perovskitas halladas como mineral de forma natural.

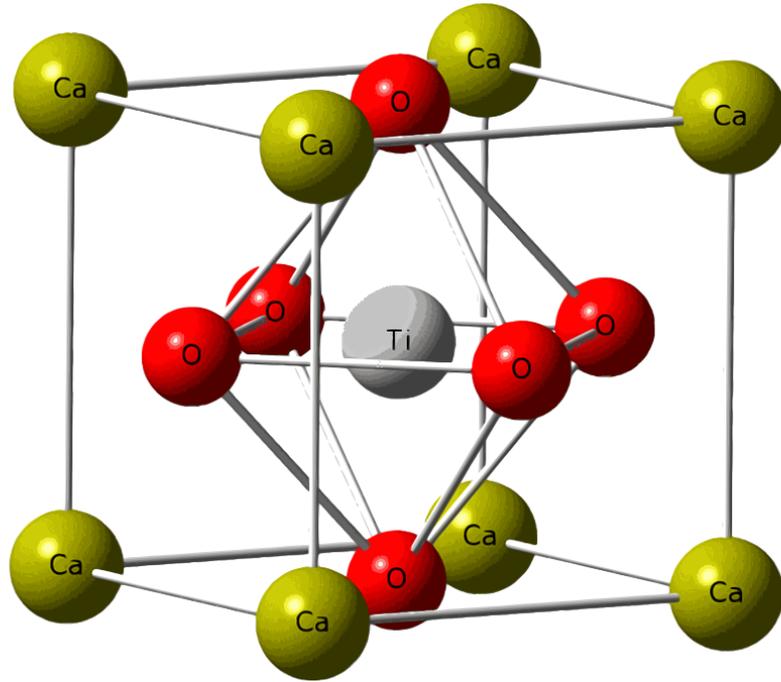


Figura 2.2: Estructura del Titanato de Calcio, estructura base de la familia de las perovskitas.

Si bien la estructura en la figura 2.2 es en la que se basa la familia de las perovskitas, esto no quiere decir que no puedan haber variaciones, de hecho prácticamente la totalidad de las perovskitas que se encuentran presentan distorsiones con respecto a esta estructura. Las perovskitas son probablemente la familia de óxidos más estudiados que existe, el interés que se tiene por estas radica en la gran variedad de propiedades que pueden exhibir así como la posibilidad de acomodar casi cualquier elemento de la tabla periódica en su estructura [[2],[3]], esto es los cationes que pueden ocupar las posiciones A y B son variados, pudiendo así modificar las propiedades de forma de obtener las características necesarias para la aplicación que se desee. Las distorsiones se deben a tres factores principalmente, efectos de tamaño, variaciones con respecto a la composición ideal y el efecto Jahn-Teller. Por lo general la distorsión es debido a la influencia de todos los factores en conjunto.

Si bien las perovskitas no son abundantes, estas poseen propiedades de gran interés como lo son un alto poder térmico, ferroelasticidad, magnetoresistencia y bajo ciertas circunstancias poder comportarse como superconductores, entre otros. Esto las hace un material versátil para variadas aplicaciones, ideal para celdas solares o celdas solidas de combustión. En particular para las aplicaciones en celdas de combustible se buscan perovskitas que cuenten con alta conducción iónica y electrónica, donde las más destacadas son las perovskitas del tipo LSCF, las cuales presentan un comportamiento ferroelástico, la característica de mayor interés para este trabajo y en la cual se basa el desarrollo de este.

2.1.1. Comportamiento ferroelástico

Esta es una de las propiedades presentadas por los materiales ferroicos, es decir aquellos que pueden cambiar sus propiedades frente a un estímulo externo, en este caso, para la ferroelasticidad existe un cambio en la resistencia mecánica de un material cuando este es sometido a un esfuerzo [[4];[5]]. Los materiales ferroicos pueden experimentar cambios de

fase, lo cual se da cuando este cambia su simetría ante un efecto externo. Con los cambios de simetría puede darse que la estructura cristalina de los materiales se deforme en distintas direcciones, por lo que pueden haber mas de un estado de orientación posible para el material, estos estados se conocen como dominios. Un dominio estrictamente se define como una región del material extendida con una dirección constante y un determinado orden de parámetros, luego estos tienen la misma estructura cristalina, pero difieren en su orientación, quiralidad y posición. Una característica muy importante de los dominios es la posibilidad de que uno de ellos crezca a expensas del otro [[6]], es decir uno aumenta su tamaño mientras que el otro se ve reducido. Los cambios de simetría, formación de dominios y desplazamiento de los límites entre estos es lo que explica el comportamiento ferroelástico, el cual presenta una curva de esfuerzo-deformación característica, como la mostrada en la figura 2.3

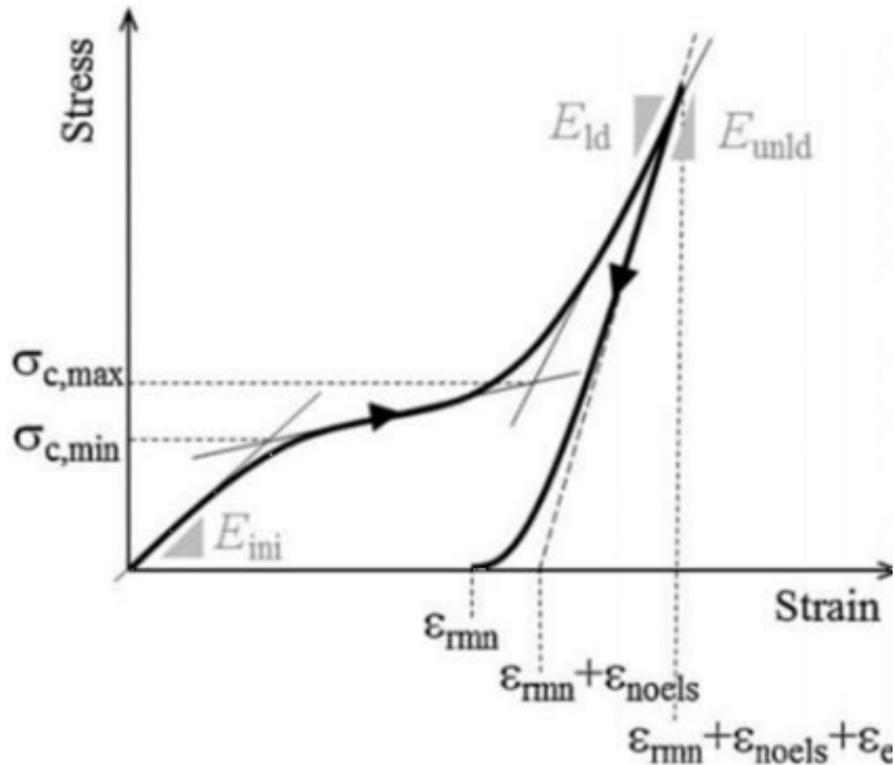


Figura 2.3: Curva esfuerzo-deformación típica de materiales ferroelásticos.

El comportamiento ferroelástico puede ser apreciado en las curvas esfuerzo-deformación obtenidas al ensayar los materiales en cuestión, en estas se puede apreciar un comportamiento no lineal así como la presencia de deformación residual, conocida como histéresis. Esto hace que materiales con esta característica tengan un comportamiento y propiedades menos predecibles. En la figura 2.3 es posible apreciar la curva esfuerzo deformación típica que caracteriza a estos materiales.

Se aprecia que existen tres zonas en la curva bien características, las cuales se dan a distintos esfuerzos, el primer cambio se da a un esfuerzo crítico inferior ($\sigma_{c,min}$) mientras que el segundo ocurre a un esfuerzo crítico superior ($\sigma_{c,max}$), tal como se ve en la figura, con esta las tres zonas obtenidas son, una zona inicial (E_{ini}), otra zona de transición (E_{trsc}) y finalmente

una de acomodo de los dominios (E_{ld}). Nótese que al retirar la carga el material se devuelve con un modulo de elasticidad distinto (E_{unld}), esto origina una deformación remanente ϵ_{rmn} , tal como puede ser apreciado en la figura. Esto se explica en base a lo ya mencionado sobre los dominios y al hecho de que el material no vuelve a la misma configuración original.

2.2. LSCF

Son perovskitas que se componen de otros dos subgrupos de perovskitas, los cuales son $LaCoO_3$ y $LaFeO_3$, junto con un dopaje hecho con Estroncio (Sr). Con esto se consigue disminuir el coeficiente de expansión térmica y mejorar la conductividad electrónica con respecto a las formantes. Es un material con amplia proyección como cátodo en celdas de combustión de oxígeno sólido (SOFC) que ha demostrado tener una temperatura de operación sorprendentemente baja y promete mejorar la eficiencia y desempeño de los procesos involucrados, planteándose de esta forma el uso masificado de celdas de combustión a futuro como método de producción de energía. Presentan una simetría cúbica a altas temperaturas, la cual se transforma a fases de baja simetría como lo puede ser la romboédrica en cuanto se va enfriando. Existen diversos estudios realizados sobre este material, en particular aquellos que buscan comprender su comportamiento mecánico en base a su dopaje y porosidad [[7];[8];[9]], donde se advierte que presenta un comportamiento ferroelástico muy marcado como se puede ver en la figura 2.4. Este comportamiento puede ser apreciado tanto para la deformación axial como lateral. Otros estudios que se han realizado con el fin de comprender estos materiales consisten en un estudio de la tasa de deformación en función del tiempo para una carga constante aplicada uniaxialmente durante un tiempo prolongado, en condiciones de temperatura ambiente. Esto se explica con más detalle en el punto siguiente.

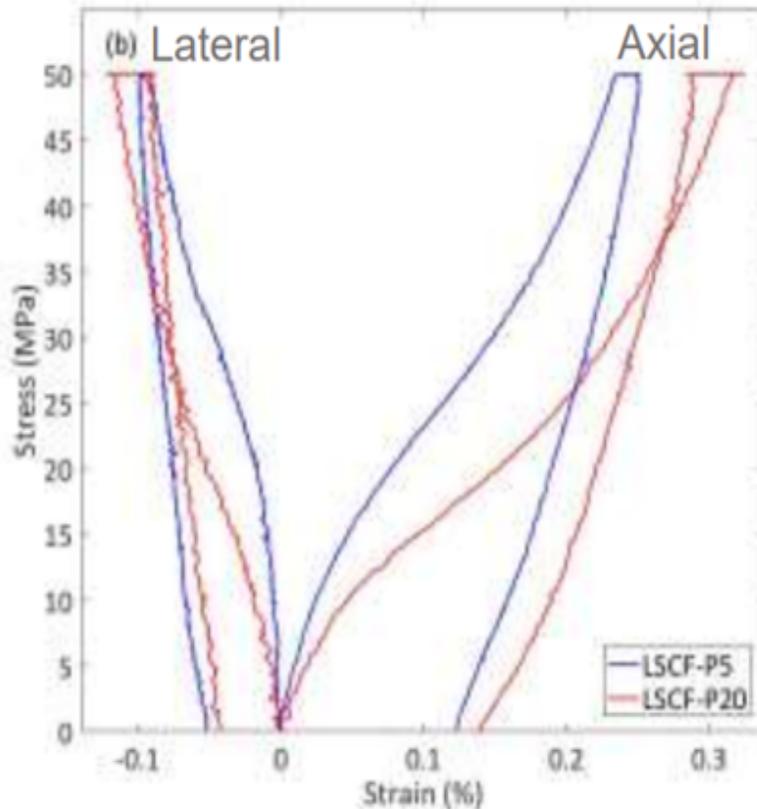


Figura 2.4: Curva esfuerzo-deformación típica de materiales ferroelásticos.

2.2.1. Creep ferroelástico

El creep como tal corresponde a la deformación continua de un sólido con el tiempo y es tradicionalmente reportada a temperaturas superiores a $0.5T_m$, siendo T_m la temperatura de fusión del material. El creep es una función de varios factores, tales como la carga aplicada, el tiempo, la temperatura, tamaño y forma de grano, microestructura, movilidad de los defectos, entre otros [10];[11]. Un diagrama típico del creep a altas temperaturas, es como el mostrado en la figura 2.5, en el cual se tienen 3 zonas bien definidas, con comportamientos diferentes. La primera zona presenta un decaimiento de la tasa de deformación a medida que la deformación aumenta, en la segunda zona esta tasa alcanza un valor mínimo y cercano a constante, finalmente en la tercera zona aumenta de forma exponencial hasta la fractura. En cerámicas ferroelásticas se presenta un creep a temperatura ambiente, el cual se caracteriza por presentar una tasa de deformación o pendiente de la curva decreciente en todo el rango, lo cual es similar a la zona primaria del creep a altas temperaturas (ver figura 2.6), sin embargo, para los materiales ferroelásticos se encuentra que después de un tiempo se alcanza un punto de equilibrio o de saturación con tasa de deformación nula a una carga dada [10]. Dado que el creep ferroelástico se atribuye a las interacciones entre los dominios del material, se requiere un acercamiento y enfoque distinto que para el creep experimentado a altas temperaturas.

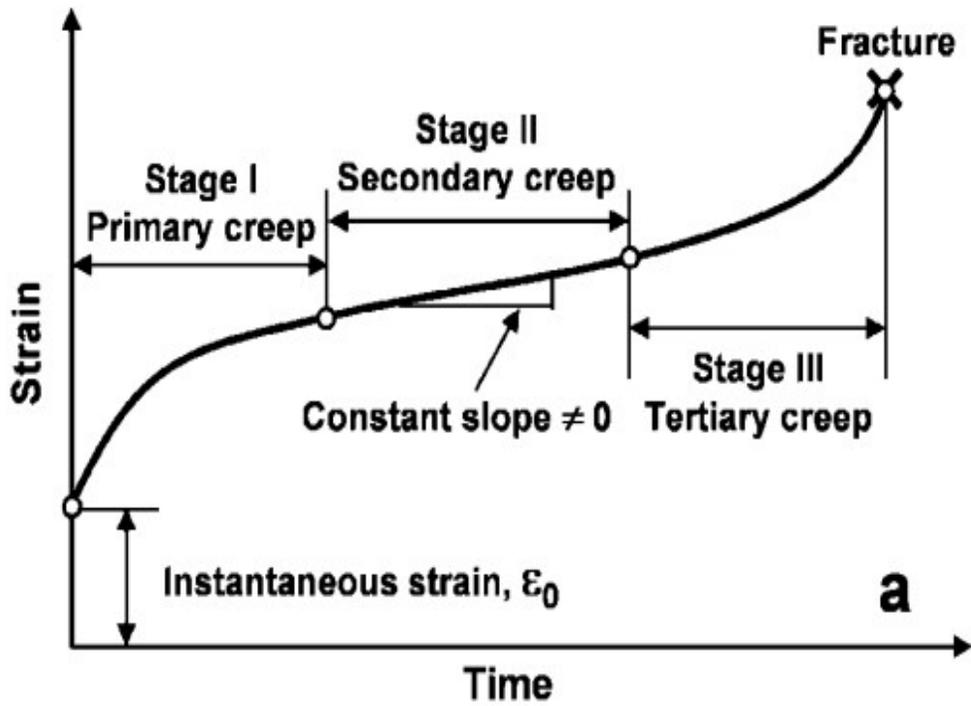


Figura 2.5: Curva de deformación vs tiempo que define el creep para materiales a altas temperaturas [10].

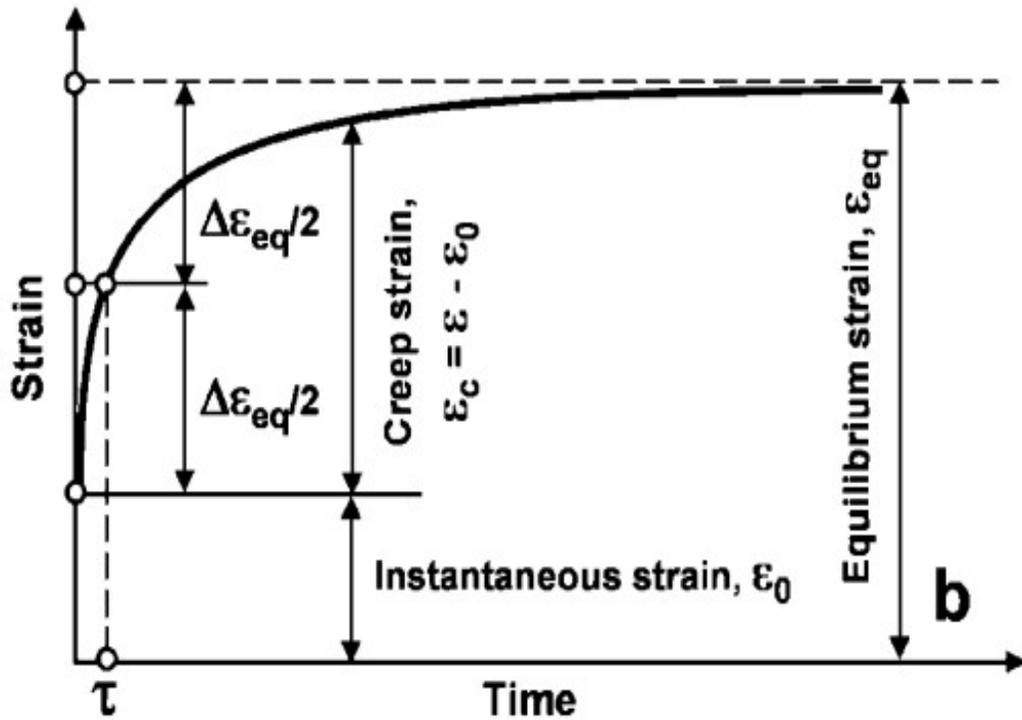


Figura 2.6: Curva de tasa de deformación o creep ferroelástico para materiales cerámicos ferroelásticos a temperatura ambiente [10].

Es por esto último que los materiales ferroelásticos resultan difíciles de estudiar y predecir, y no existe mucha información al respecto, son varios los trabajos que están intentando descifrar esto, entre los cuales se ha puesto hincapié en el titanato de zirconio (material ferroeléctrico) y las perovskitas ferroelásticas basadas en $LaCoO_3$. En particular, para el desarrollo de este trabajo se destaca un estudio donde fueron analizados materiales del tipo LSCF con distintas configuraciones de porosidad y carga en situación de compresión uniaxial constante, aplicada por un tiempo prolongado [7]. Esto arrojó los gráficos 2.7 y 2.8. Se puede destacar como existen claras fluctuaciones en zonas donde se registra un cambio de temperatura, por más pequeños que estos sean, que tienen influencia en el comportamiento mecánico. En base a ese último resultado se determina que existe una componente de deformación térmica y una de deformación por creep, las cuales se definen en las ecuaciones 2.1 y 2.2. Para la componente térmica se define una ecuación sencilla de deformación térmica lineal, con un respectivo coeficiente de deformación térmica para el material analizado. La componente de deformación por creep se ajusta con series de Prony, lo cual fue verificado en otros trabajos [12] obteniéndose resultados y ajustes para distintas configuraciones de carga con resultados satisfactorios. Ahora bien, a fin de comprobar la validez de estas ecuaciones en el análisis, en un trabajo previo se realizó una medición de la deformación experimental por estos materiales a temperatura ambiente por un tiempo prolongado, en ausencia de cargas, empleando la técnica de medición "Digital Image Correlation (DIC)", donde se pudo observar un ajuste satisfactorio (ver figura 2.9), sin embargo a fin de lograr esto, el coeficiente de deformación térmica estimado fue relativamente superior al hallado en la literatura [13]. Es por esto que más estudios y experimentos son requeridos con el fin de poder determinar la veracidad de estas mediciones. Es en este punto donde entra en juego el trabajo realizado aquí, cuya metodología se detalla en el capítulo siguiente.

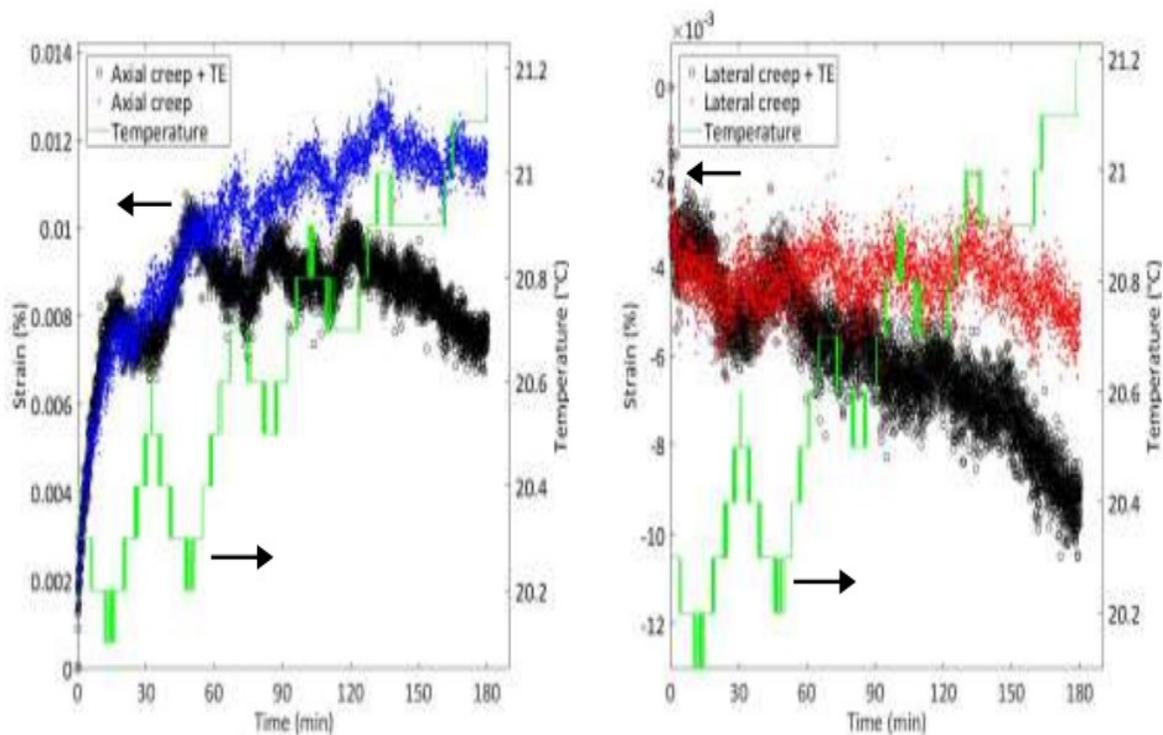


Figura 2.7: Deformación vs tiempo para una carga de 25 MPa, tiempo de aplicación de 3 horas, material LSCF-P5.

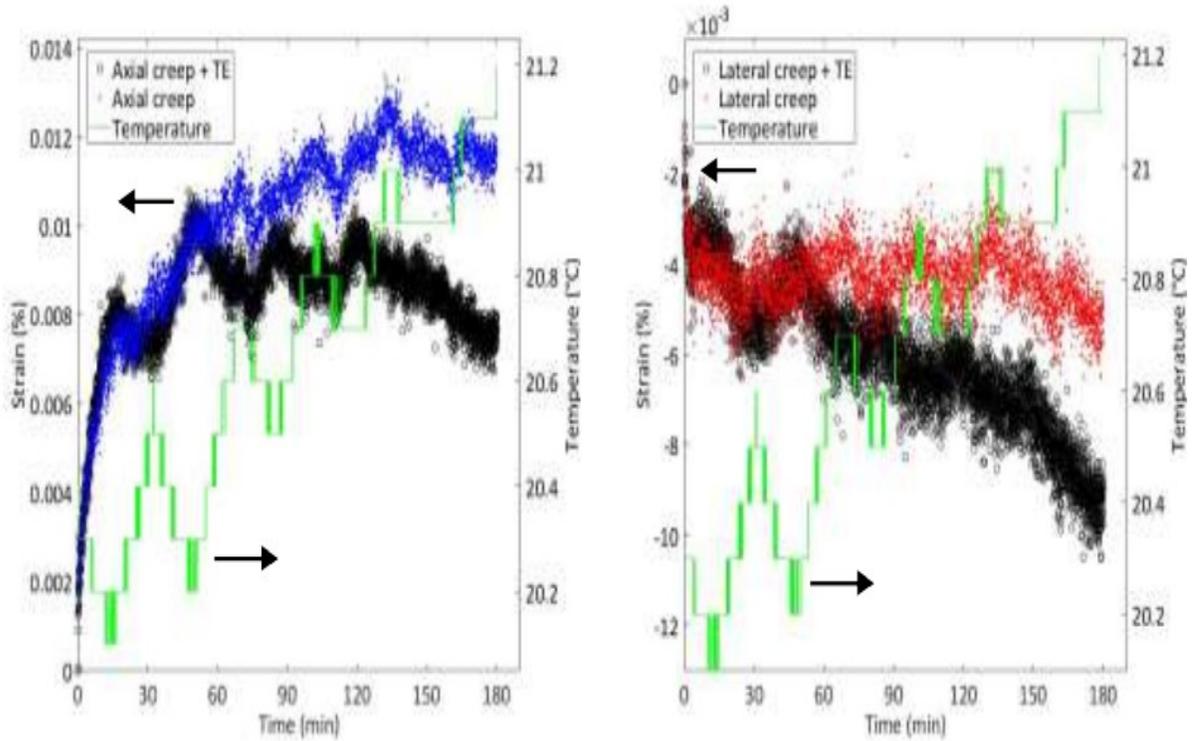


Figura 2.8: Deformación vs tiempo para una carga de 50 MPa, tiempo de aplicación de 3 horas, material LSCF-P5.

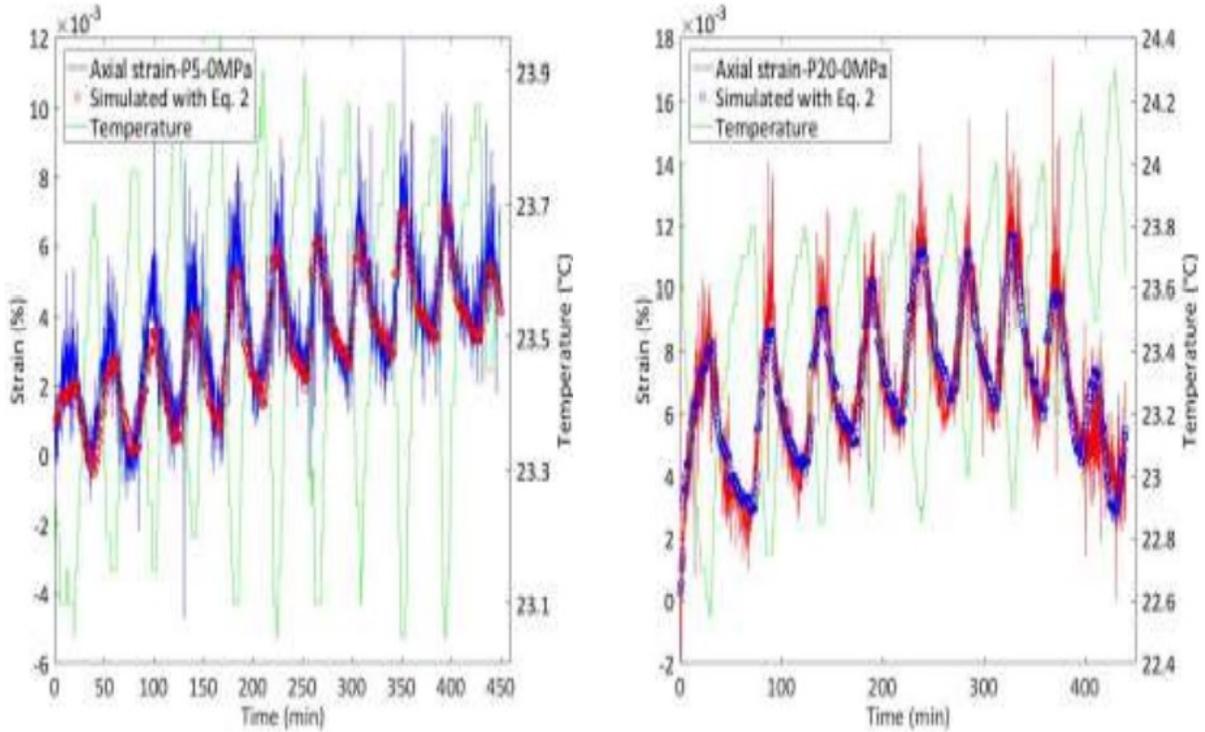


Figura 2.9: Ajuste de deformación por ecuación de deformación térmica. Caso sin carga, a temperatura ambiente.

$$\epsilon_{th} = \alpha \Delta(T - T_0) \quad (2.1)$$

$$\epsilon_c = \sum c_i \exp\left(\frac{-t}{\tau_i}\right) \quad (2.2)$$

En la ecuación 2.2 se tiene que c_i y τ_i son constantes propias del material, mientras que t corresponde al tiempo de aplicación o mantención de la carga. Para la ecuación 2.1 se tiene que α es el coeficiente de deformación térmica lineal y T_0 es la temperatura en la muestra en el momento que se inicia la aplicación de la carga.

2.2.2. Correlación digital de imágenes

La técnica de correlación digital de imágenes es un método óptico que no requiere contacto para la medición de desplazamiento y deformación ya sea en un punto o en campo completo que cuente con gradientes de deformación. El método consta principalmente de una cámara y un software especializado (Istra 4D por ejemplo) para el análisis. La técnica se basa en obtener una serie de imágenes consecutivas de la muestra y medir el campo de desplazamiento de puntos ubicados sobre la superficie de la muestra. En base al estudio de los distintos desplazamientos, se obtiene un coeficiente de correlación comparando las distintas imágenes captadas, en la figura 2.12 se aprecia los elementos principales para entender el funcionamiento, donde se observa que cada uno de los puntos de análisis se ubica dentro de un mallado o grid, de forma tal de tener a cada uno de estos correctamente parametrizados. Dado lo anterior es que se hace necesario el contar con un patrón de alto contraste que permita tener puntos diferenciados (ver figura 2.10 sobre la superficie de análisis de la muestra. En la figura 2.11 se esquematizan los componentes principales con los que cuenta la técnica, así como su interacción. En cuanto a las aplicaciones que esta técnica abarca se destacan:

- Medición de campo de deformación a altas temperaturas (3000°C+) [14].
- Estudio de propagación y comportamiento de fallas.
- Estimación de coeficientes de deformación térmica, entre otros.

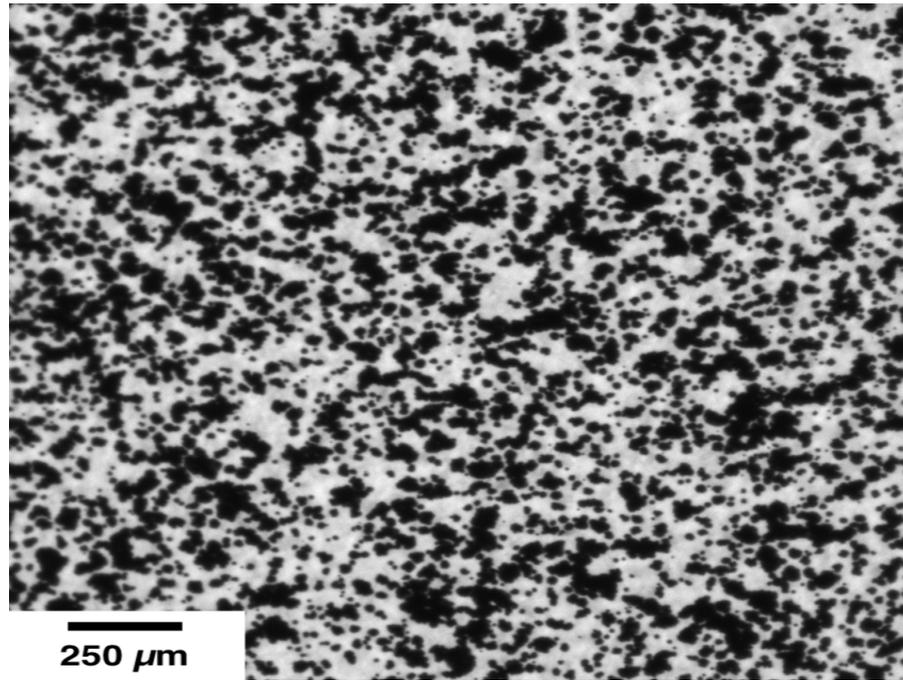


Figura 2.10: Tipo de patrón de alto contraste empleado en muestras para análisis con correlación digital de imágenes.

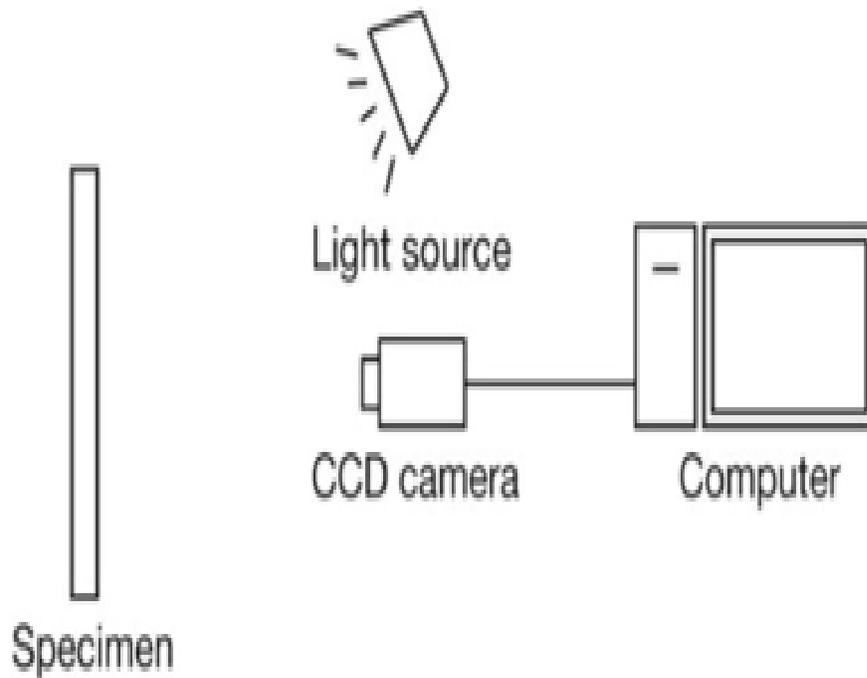


Figura 2.11: Elementos principales que conforman equipo de medición.

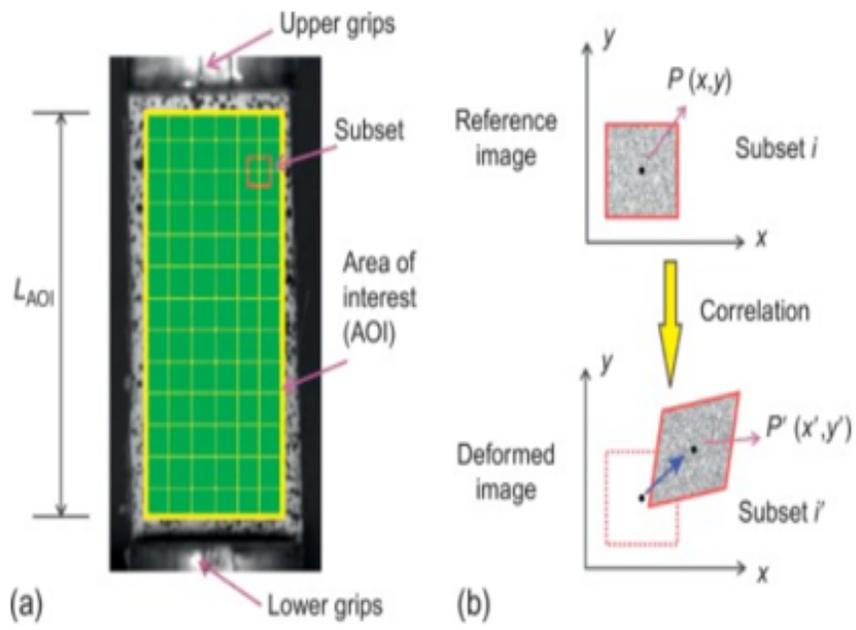


Figura 2.12: Imagen con componentes de análisis de técnica de correlación digital de imágenes.

Capítulo 3

Metodología

Para la obtención de datos se emplea una serie de pasos cuidadosamente realizados tanto en orden como en forma, los cuales se detallan a continuación junto con imágenes que describen la situación. El objetivo de la metodología es el análisis de tres muestras en cuanto a su deformación térmica, y la verificación de la metodología de obtención de datos. Las muestras en concreto son: acero SAE 4340, alúmina y LSCF, donde las dos primeras consisten en materiales de referencia que permitan comparar y validar lo que se obtenga para el LSCF. Con este propósito se procede al primer paso, el cual se describe a continuación:

3.0.1. Montaje experimental

Este punto consiste en posicionar de forma ordenada cada elemento necesario para la correcta toma de datos. Los elementos participantes son:

- Muestras (Acero SAE 4340, alúmina y LSCF) - Equipo de medición Q-450 de Dantec Dynamics. Equipo que emplea la técnica de correlación digital de imágenes.
- Termocuplas (4) y tarjeta de adquisición de datos.
- Fuente de calor o "hotplate". El cual se encargaba de proporcionar los cambios de temperatura necesarios.

Lo primero es preparar las muestras para su posterior medición por el equipo, para esto debe contar con un patrón de alto contraste en su superficie, lo cual se logra al aplicar un fondo blanco y sobre este un moteado de color negro, esto se debe realizar de forma que se note un tamaño de moteado similar y la presencia de ambos colores en cantidades similares. Es importante destacar que el patrón de moteado debe tener una distribución aleatoria al mismo tiempo que un rango de diámetros que no sean tan grandes como para quedar el mallado contenidos en estos, de esta forma se puede asegurar una correcta medición y representatividad de los datos obtenidos.

A continuación se procede a posicionar la muestra, la cual se sitúa aproximadamente unos 10 cm por sobre la fuente de calor, para lo cual se emplea un objeto separador metálico. Sobre este último se posiciona una base fija de vidrio, sobre la cual irán fijadas las muestras con pegamento, esto ya que se busca evitar cualquier tipo de desplazamiento, el cual por mínimo que sea puede afectar la medición. Con respecto a las termocuplas, se emplean dos por muestra, una de ellas ubicada en la parte superior de la muestra, mientras que la otra en la superficie opuesta a la de análisis, la idea es poder realizar un análisis que permita inferir si hay algún tipo de influencia en los resultados, respecto al lugar de la muestra en que se está registrando la temperatura. Para asegurar que las termocuplas no se desplacen durante la medición se utiliza pegamento y cinta adhesiva para fijarlas.

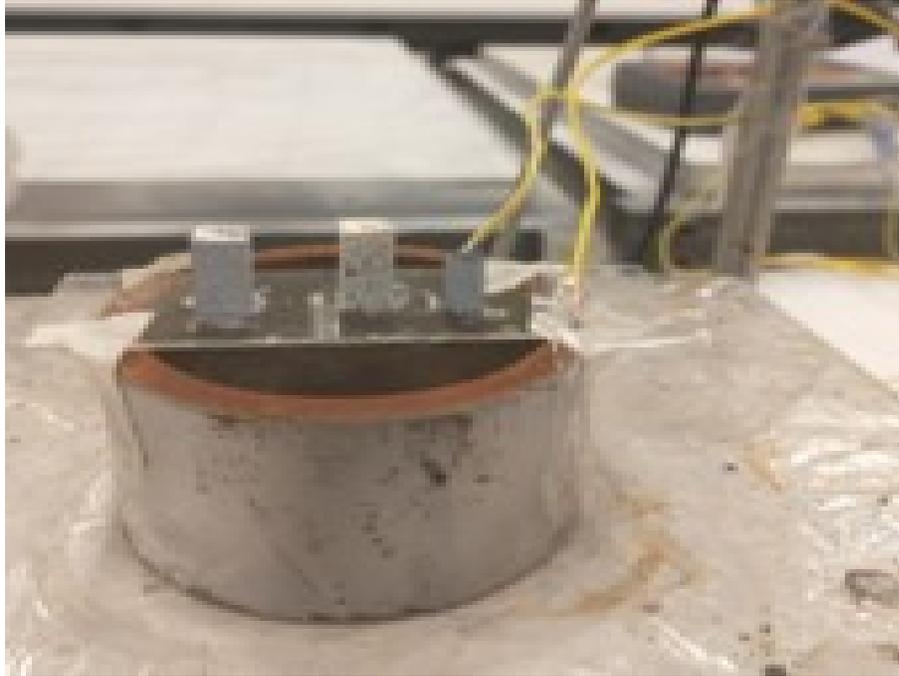


Figura 3.1: Montaje experimental de muestras para medición de deformación térmica. Se puede observar las tres muestras en posición y conectadas las termocuplas (amarillo) a la muestra de análisis en ese momento.

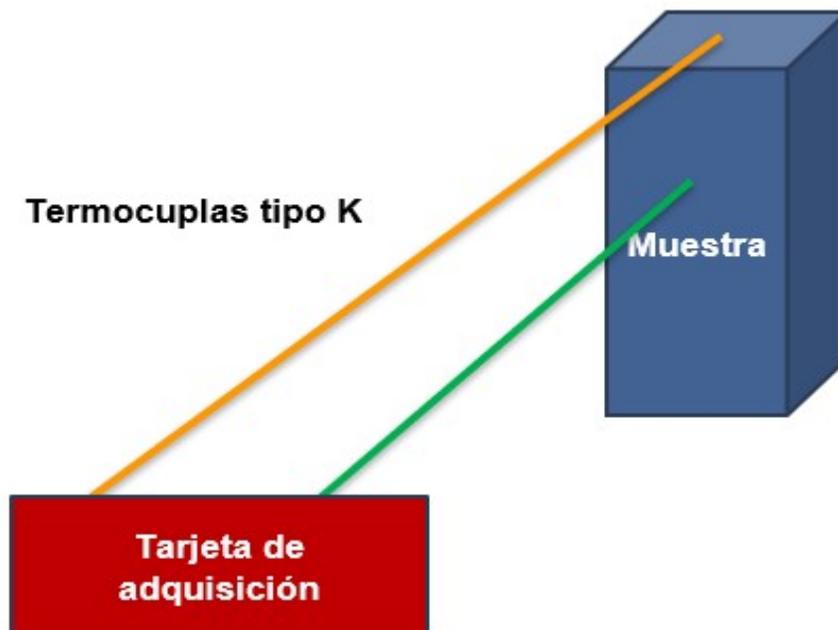


Figura 3.2: Esquema de disposición de termocuplas en muestras.

Una vez realizado esto se posiciona el equipo de medición de forma tal de proporcionar una iluminación correcta por parte de los focos, así como una correcta calidad de imagen, modificando la posición y ángulos de la cámara en la medida que sea necesario. Importante mencionar que el equipo debe ir conectado correctamente así como realizar previamente

pruebas de funcionamiento de cada componente. Para este trabajo se utiliza solo una de las dos cámaras ya que se busca solamente el estudio de deformación en dos dimensiones (2D).



Figura 3.3: Equipo de medición Q-450 de Dantec Dynamics, en posición para realizar mediciones.

3.0.2. Correlación

Esta se compone de varios pasos, donde el primero es la calibración de la imagen captada, para esto se ocupa un dispositivo que viene con el equipo (ver figura 3.4), el cual al ser identificado por la cámara permite a esta determinar proporciones y distancias para la posterior calibración de la muestra. Para poder realizar la calibración de la muestra es necesario variar tanto los lentes de la cámara, la distancia a la muestra y los distintos ángulos de forma tal que el lente quede lo mas centrado y paralelo a la superficie de la muestra. Una vez hecho esto se busca la configuración que permita ver con claridad el patrón de alto contraste de la muestra, modificando los niveles de contraste y brillo, un ejemplo se ve en la figura 3.5. Antes de iniciar con la correlación de datos, se requiere definir la frecuencia de muestreo, es decir cada cuantos segundos la cámara captura una imagen o recopila datos. Para este caso la frecuencia de muestreo fue de un segundo para todas las muestras. A su vez es necesario determinar el número de imágenes que se busca tomar, lo cual determina la duración del experimento. Finalmente previo a la correlación se requiere determinar la zona de interés, es decir en que zona en específico del material se va a enfocar el estudio de las deformaciones, este paso es igual de importante que el anterior y requiere de seleccionar la zona de la muestra con el las mejores condiciones para la obtención de datos. Para las muestras analizadas el tiempo de muestreo fue de tres horas, equivalentes a 10800 fotogramas registrados.



Figura 3.4: Dispositivo empleado para realizar la calibración de las muestras. Permite definir un espaciamento y distancias relativas.



Figura 3.5: Muestra ya calibrada, con selección de contraste y brillo que permita distinguir patrón de alto contraste.

3.0.3. Exportación de datos con ISTR A 4D

Una vez terminada la correlación se procede a la manipulación de los datos recopilados de forma de poder trabajarlos. Lo primero que se realiza es una definición de la zona de interés con un polígono que la contiene y un punto que define el interior a considerar. Posterior a eso se especifica un grid o mallado de la zona, el cual debe ser escogido con criterio, de forma que ningún cuadro del mallado quede contenido dentro de un moteado, así mismo el desplazamiento debe ser tal que quede en armonía con el tamaño del cuadro, por norma general el desplazamiento no debe superar un tercio del lado del cuadrado. A continuación ya se puede evaluar la zona y obtener coeficientes de correlación que permitan estimar deformaciones. El paso final es definir un eje de coordenadas de los datos procesados, para este caso se eligió el eje Y. Con esto se esta en condiciones de exportar los datos, seleccionando la cantidad de steps o fotogramas a considerar. Estos serán los datos que se emplearán luego en MATLAB. Al final de esta etapa es posible apreciar un mapa de deformación característico que permite sacar una primera conclusión acerca de la correcta realización del procedimiento y de lo que sucede en la muestra, esto se puede apreciar en la figura 3.6.

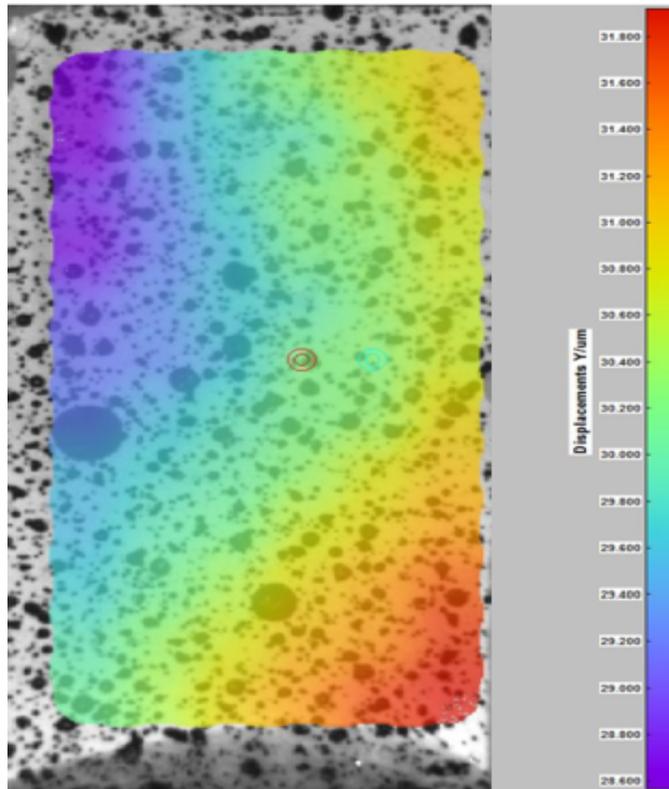


Figura 3.6: Mapa de deformación de la muestra luego de un proceso exitoso de los datos recopilados.

3.0.4. Análisis de datos en MATLAB

Lo primero es la lectura del archivo de temperatura captado por la tarjeta de adquisición de datos, del cual se extrae toda la información respecto a el comportamiento de la temperatura a lo largo de la medición, cabe destacar que este dispositivo también cuenta con una frecuencia de muestreo, la cual debe ser igual a la de la correlación. Para el análisis de la deformación se requiere transformar los datos en vectores haciendo uso de MATLAB, lo que sigue a continuación consiste en definir el mallado o distribución de puntos, una vez teniendo estos es posible calcular la deformación presentada por el material a partir de la relación entre los puntos definidos.

3.0.5. Equipo de medición

Para la medición de la deformación en las muestras se emplea el equipo Q-450 de Dantec Dynamics, el cual emplea la técnica de correlación digital de imágenes (DIC por sus siglas en inglés). Este como tal cuenta con los siguientes elementos:

- Dos camaras de alta resolución
- Dos focos de luz LED de alta potencia, permitiendo la obtención de resultados incluso a altas tasas de muestreo
- Tarjeta de adquisición de datos

- Lentes de varias resoluciones que permiten trabajar con amplio rango de distancias y enfoques

Las características principales del equipo son las siguientes:

- Capacidad de realizar mediciones en un campo completo de tres dimensiones 3D
- Variedad de superficies de medición, variando desde los mm^2 hasta los m^2 .
- No requiere de contacto directo con la muestra, por lo que no hay alteración en las condiciones medidas.
- Sencillez en cuanto al montaje y preparación.
- Facilidad de uso y bajos requerimientos de aislación a vibraciones externas.

Capítulo 4

Resultados y discusiones

4.0.1. Mapa de deformación

Las figuras 4.1 el campo de desplazamiento representativo obtenido al analizar una muestra con el software ISTR4 4D, el mostrado aquí es en particular el obtenido para el LSCF, donde se puede apreciar como efectivamente existen diferentes zonas de deformación, lo cual permite en primera instancia comprobar que la técnica de medición reconoce variabilidad en la superficie de estudio. En particular existe un punto de mayor compresión en la zona de la base, dado que esta fija en esta zona, por el contrario el extremo libre opuesto es aquel que concentró la menor cantidad de deformación tal como era de esperarse, lo que igualmente es apreciable con tonalidades más oscuras. Importante destacar que las diferencias en deformación son mínimas, lo cual de igual forma destaca el grado de precisión de la técnica considerando la ausencia de cargas y la variación mínima de temperatura. Si bien este gráfico no presenta mayor información extraíble es el primer indicador en la efectividad de las mediciones realizadas.

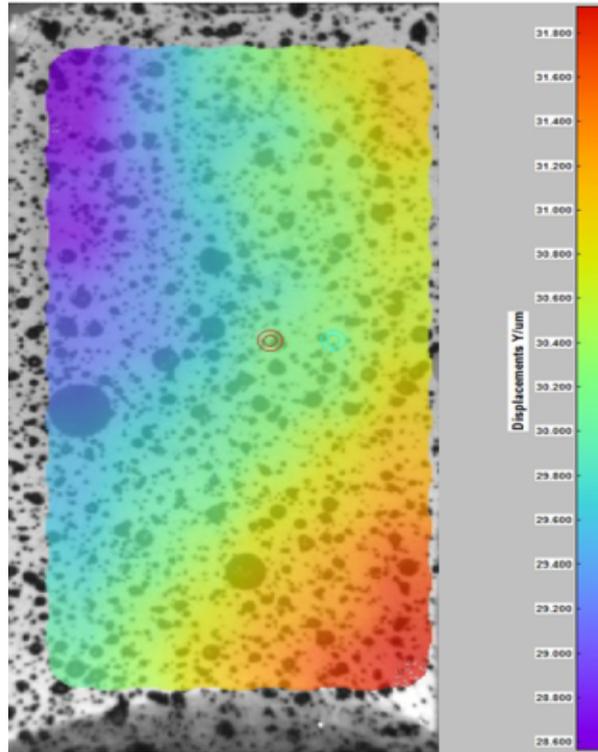


Figura 4.1: Ajuste experimental realizado para material de prueba alúmina.

4.0.1.1. Mallado o grid empleado

Este apartado pretende dar a conocer los puntos o nodos de la superficie que fueron obtenidos para cada muestra y a partir de los cuales se logró obtener los valores de deformación, esto se puede apreciar en las figuras 4.2, 4.3, 4.4 el detalle de cada una de estas es el siguiente:

- Acero SAE 4340: nueve filas y cuatro columnas
- Alúmina: diez filas y cinco columnas
- LSCF: trece filas y cinco columnas

Estos valores varían en base a la aleatoriedad del patrón de moteado de cada muestra y a los puntos más representativos de cada una. Nótese que estos son definidos en base a aquellos puntos que cumplen con un mínimo de diámetro y que no quedan en forma alguna dentro de algún moteado de la superficie de la muestra.

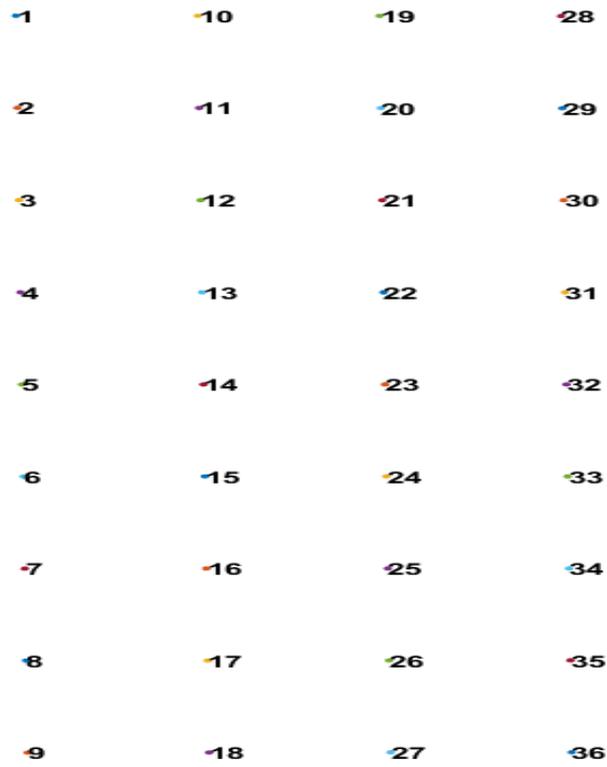


Figura 4.2: Mallado empleado para acero SAE 4340.

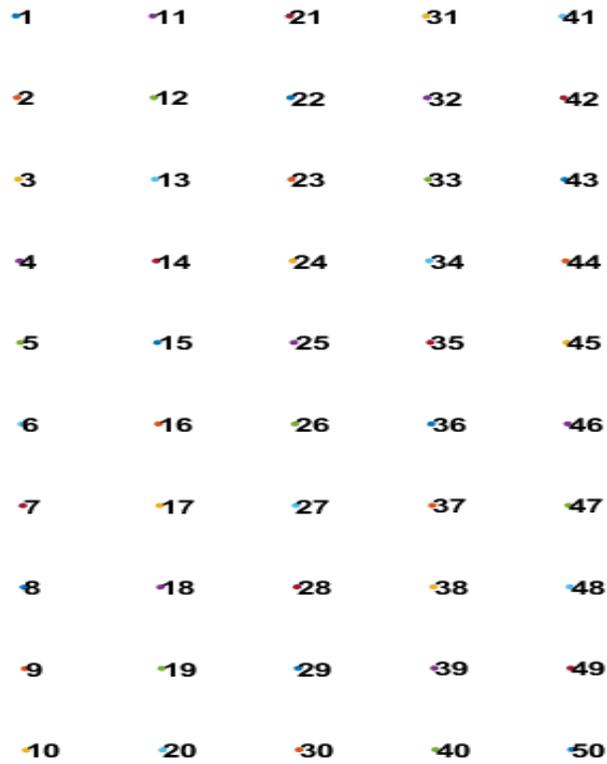


Figura 4.3: Mallado empleado para alúmina.

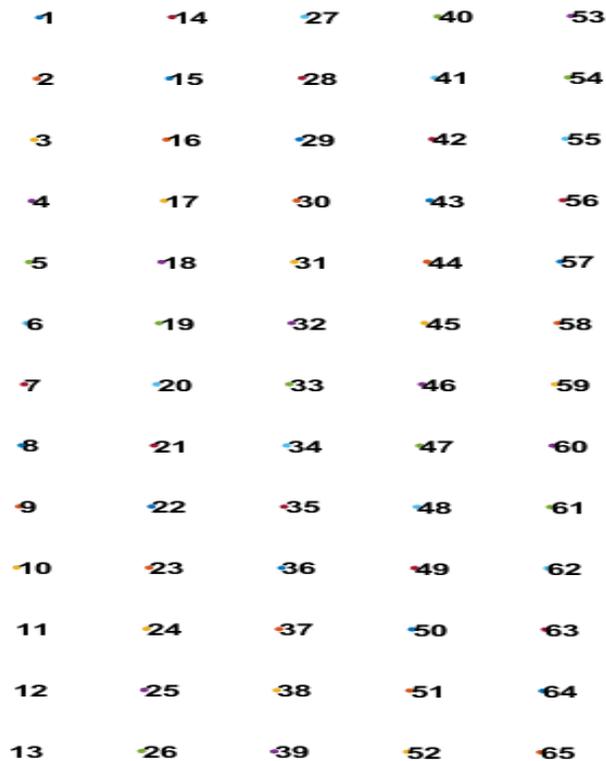


Figura 4.4: Mallado empleado para LSCF.

4.0.2. Ajustes de deformación térmica

Los resultados que se presentan a continuación corresponden a los ajustes realizados con la componente de deformación térmica sobre la curva de deformación obtenida de la técnica DIC, empleando la ecuación 2.1. La idea es medir en que grado la deformación experimentada por el material se condice con lo esperado por la variación térmica, dado que es la única fuente de deformación presente. Si bien de la técnica de medición se obtiene un campo de desplazamiento (4.1), estos puntos así como sus coordenadas quedan identificados en las figuras 4.2,4.3;4.4, con lo cual al iterar cada frame o imagen recopilada en MATLAB es posible obtener el campo de deformación mediante la relación de desplazamientos entre imágenes, lo cual es parte de lo realizado en la metodología (3.0.4).

Los resultados se presentan en tres apartados, uno para cada muestra analizada. Para cada una de las gráficas que se muestran a continuación se tiene el siguiente código de colores:

- Rojo: Deformación medida por técnica de correlación digital (DIC).
- Azul: Deformación calculada con ecuación de deformación térmica lineal.
- Verde: Temperatura registrada por termocupla.

Importante es mencionar que para las tres muestras se realizó una disminución del ruido de la gráfica obtenida con fines de facilitar el análisis.

4.0.2.1. Acero SAE 4340

Los resultados obtenidos para el acero se muestran en las figuras 4.5 y 4.6. Se puede apreciar como existe un ajuste para todo el rango de temperatura y para toda la duración

del experimento. Obsérvese que existe ruido en la gráfica, el cual inicialmente era mucho mayor, sin embargo para efectos de análisis se redujo para poder apreciar el comportamiento de la curva. En la tabla 4.1 se entrega un resumen con las condiciones experimentales y el valor para el coeficiente de expansión térmica empleado para el ajuste. Nótese que se emplea el valor de referencia hallado en la literatura. Otro aspecto importante a considerar es el hecho de que no se registraron diferencias notables entre la deformación axial y lateral, por lo cual el ajuste fue exitoso para ambos tipos de deformación.

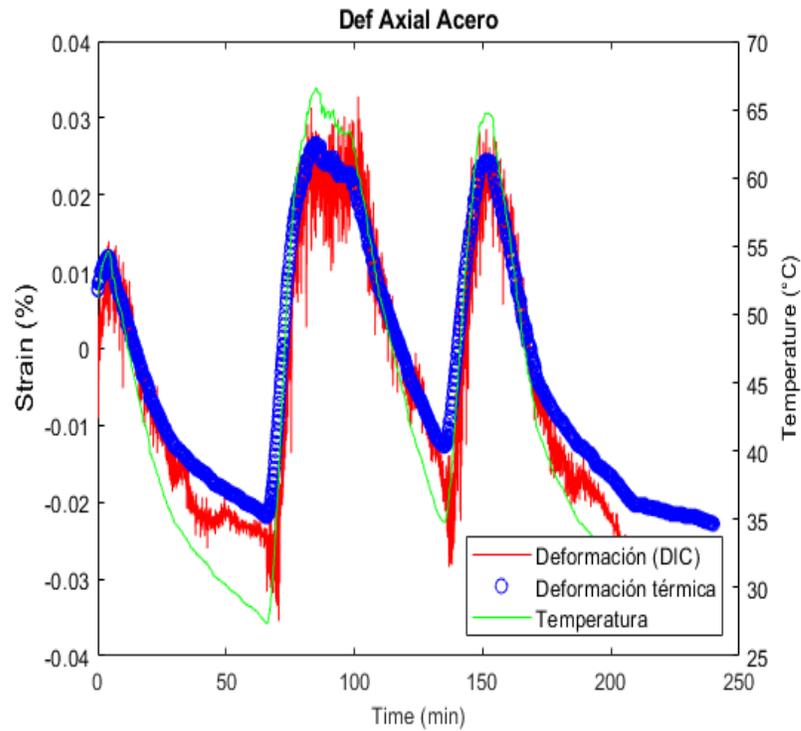


Figura 4.5: Ajuste de deformación axial para material de referencia acero SAE 4340.

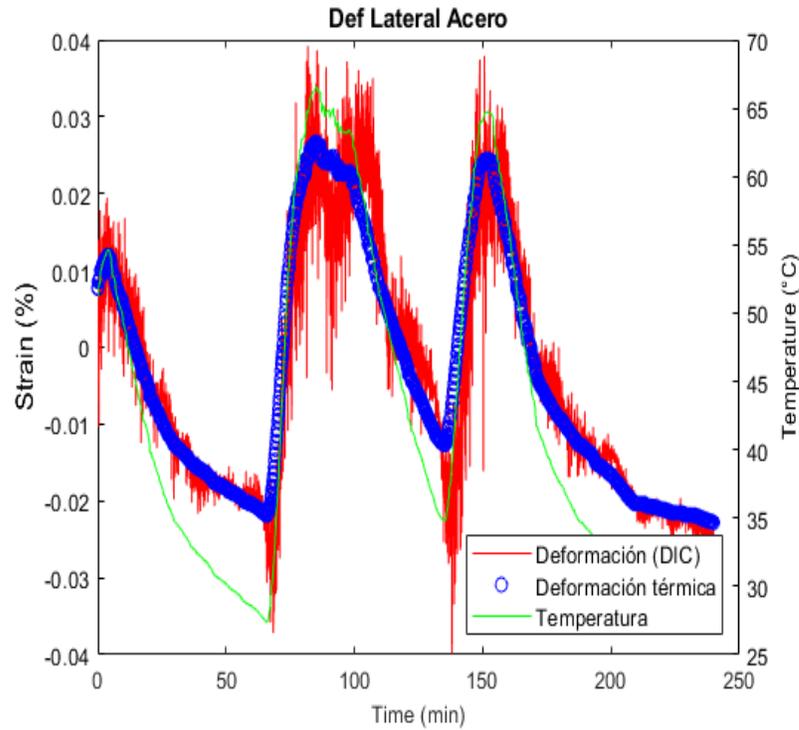


Figura 4.6: Ajuste de deformación lateral para material de referencia acero SAE 4340.

Las condiciones experimentales se detallan en la tabla 4.1

Tabla 4.1: Coeficiente de expansión térmica estimado y condiciones experimentales para acero SAE 4340.

Material	T0[°C]	Tmin	Tmax	Duración [min]	frec [imag/s]	alfa [$10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$]
Alúmina	51,5	26,5	66.6	240	1	12,4

4.0.2.1.1. Alúmina

El comportamiento de la alúmina fue en contraste con el acero más irregular y para los coeficientes dados por la literatura no se obtuvo un ajuste en todo el rango. Ahora bien con el fin de proveer más explicación y análisis se recalca la diferencia existente entre la componente lateral y axial en la figura 4.7, donde se puede apreciar una clara diferencia entre estas para el mismo rango de temperaturas, y en las mismas condiciones experimentales, con lo cual es de esperarse que no exista un ajuste de igual forma para ambas componentes, esto pues la ecuación de deformación térmica no contempla coeficientes distintos para la cada componente.

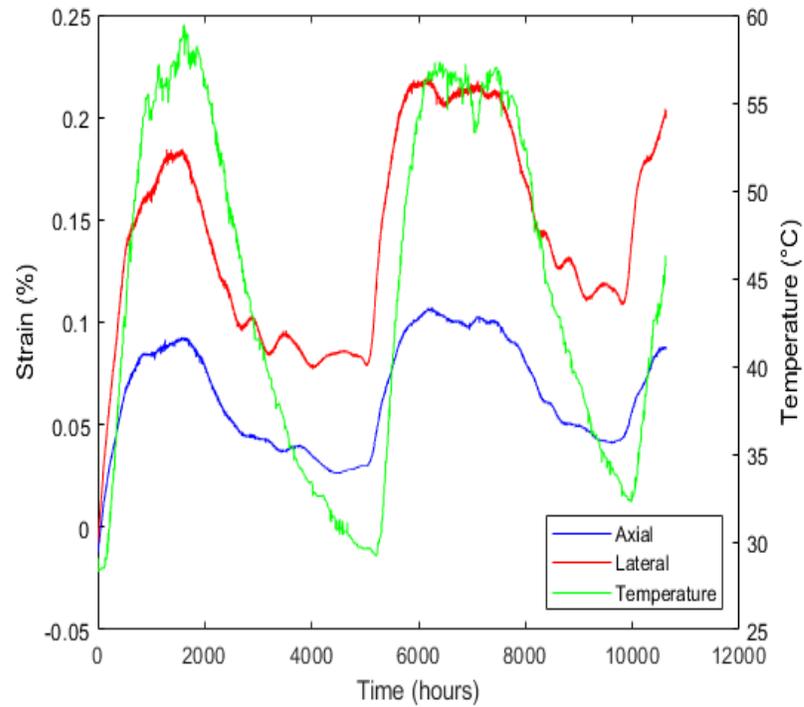


Figura 4.7: Comparación de componente axial y lateral medidas con técnica DIC.

En las figuras 4.8,4.9 se puede apreciar el ajuste obtenido para valores de referencia del coeficiente de expansión térmica hallado en la literatura y se puede apreciar a simple vista que el ajuste varia de la deformación lateral a la axial.

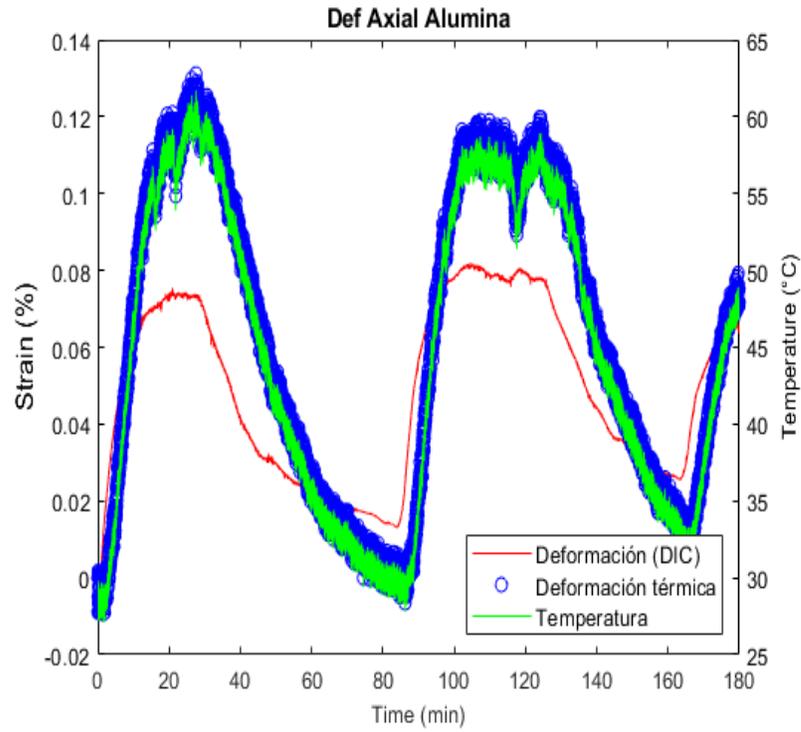


Figura 4.8: Ajuste de deformación lateral para material de referencia alúmina.

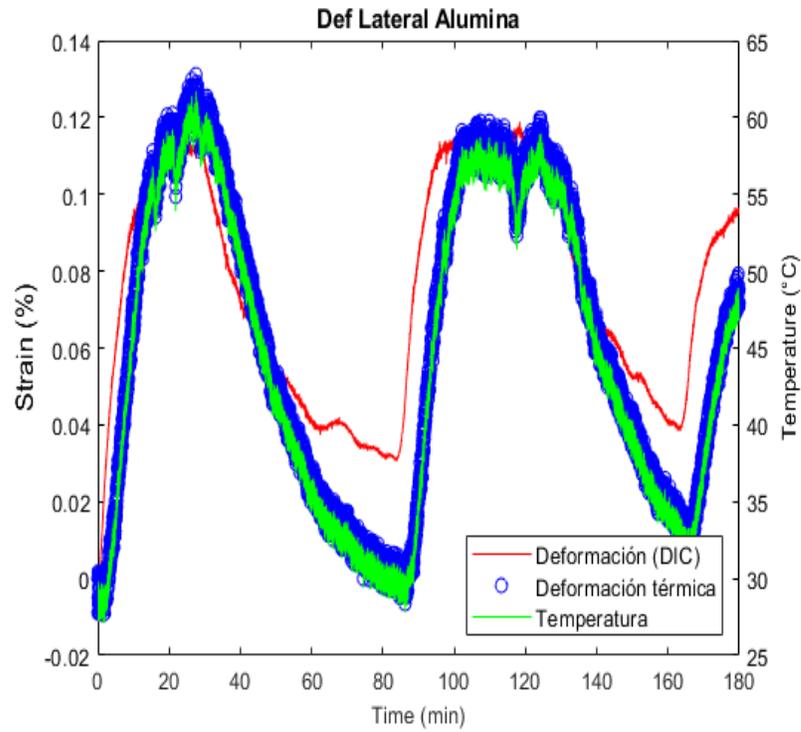


Figura 4.9: Ajuste de deformación lateral para material de referencia alúmina.

Ahora bien, se observa como es que el ajuste no se da con el mismo nivel de precisión que para el acero, en particular el coeficiente utilizado ajusta mejor para la deformación axial que para la lateral, es posible notar como existe un mayor ajuste en la deformación axial para las zonas de menor temperatura y de mayor temperatura para la deformación lateral. En la tabla 4.2 se detallan las condiciones experimentales. A pesar de lo anterior existen diferencias menores en entre ambas deformaciones por lo que se considera la técnica una forma válida para la obtención de la deformación presentada por la muestra.

Tabla 4.2: Coeficiente de expansión térmica estimado y condiciones experimentales para alúmina.

Material	T0[°C]	Tmin	Tmax	Duración [min]	frec [imag/s]	alfa [10 ⁻⁶ °C ⁻¹]
Alúmina	29,4	27,1	61,7	180	1	10,3

4.0.2.1.2. LSCF

Por último se presentan los resultados obtenidos para el objeto de este estudio, donde al igual que para la alúmina se observan notorias diferencias entre la componente axial y lateral, lo cual se muestra en la figura 4.10, luego no existe un coeficiente de expansión térmica que ajuste ambas componentes de manera exitosa. Dado lo anterior se presentan los distintos coeficientes de expansión y sus respectivos ajustes con el fin de abarcar aquellos que dieron los mejores resultados, estos se presentan en las figuras 4.11,4.12,4.13 y 4.14. En cada uno de estas gráficas se puede observar como la técnica de medición arroja una valor cercano a lo calculado con la ecuación (2.1), con pequeñas diferencias presentadas a lo largo de la curva.

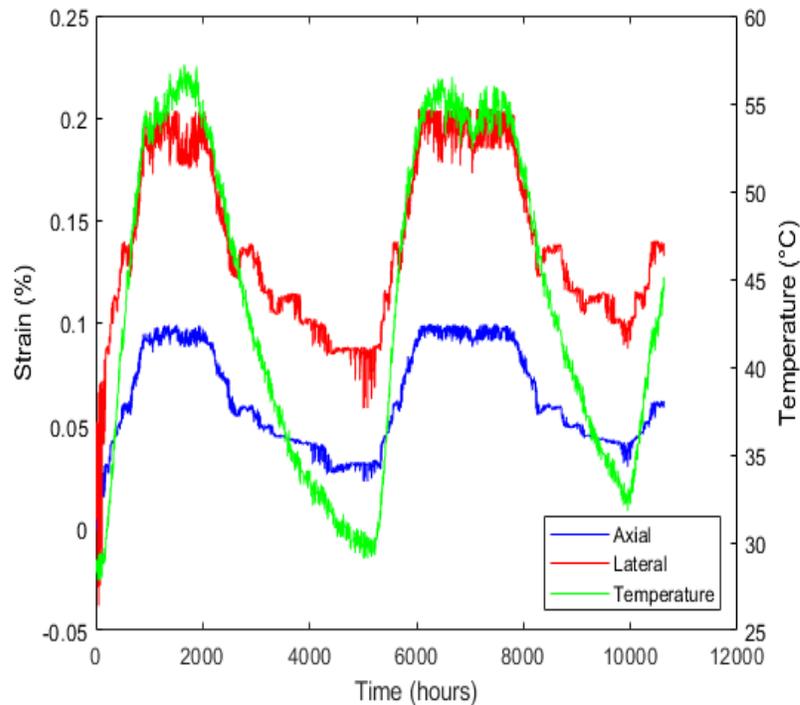


Figura 4.10: Componente axial y lateral para LSCF en función de la temperatura.

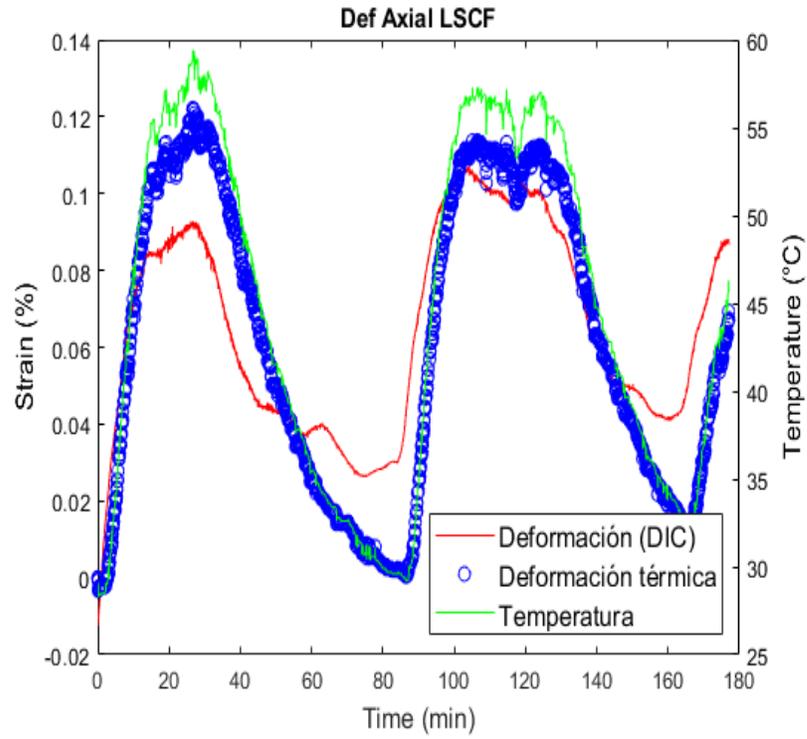


Figura 4.11: Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 40 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

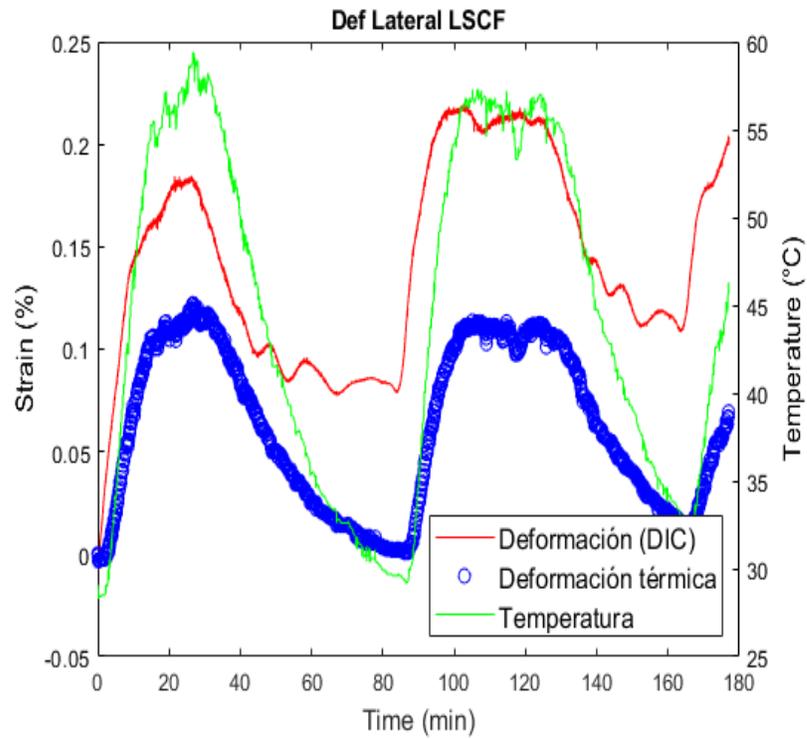


Figura 4.12: Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 40 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

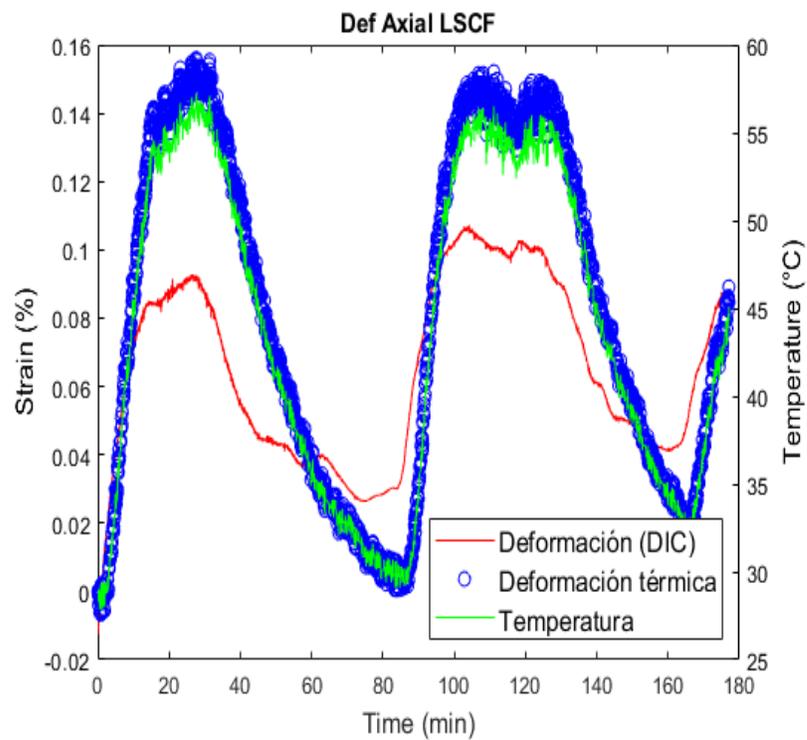


Figura 4.13: Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 50 * 10^{-6} \text{C}^{-1}$

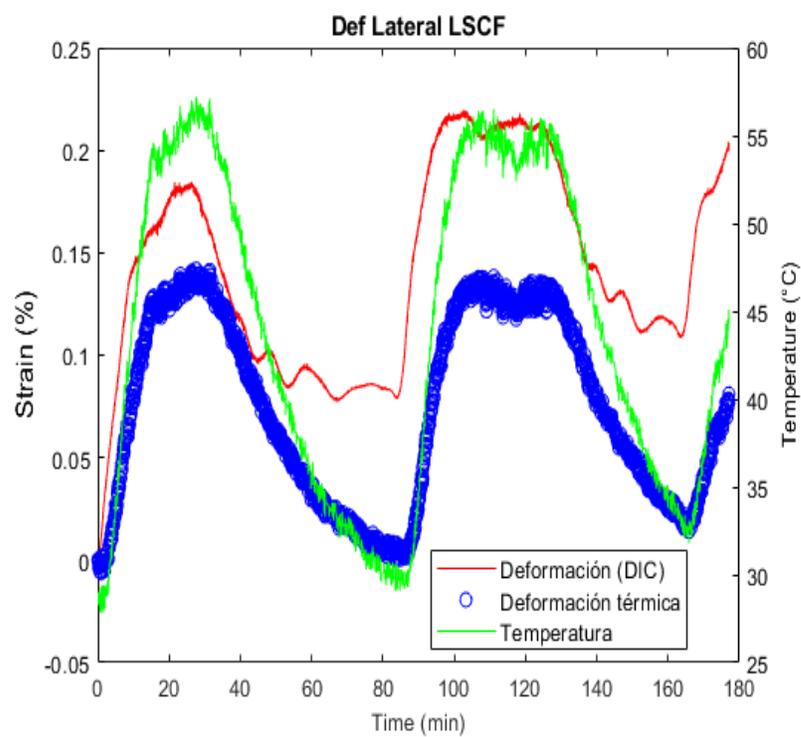


Figura 4.14: Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 50 * 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

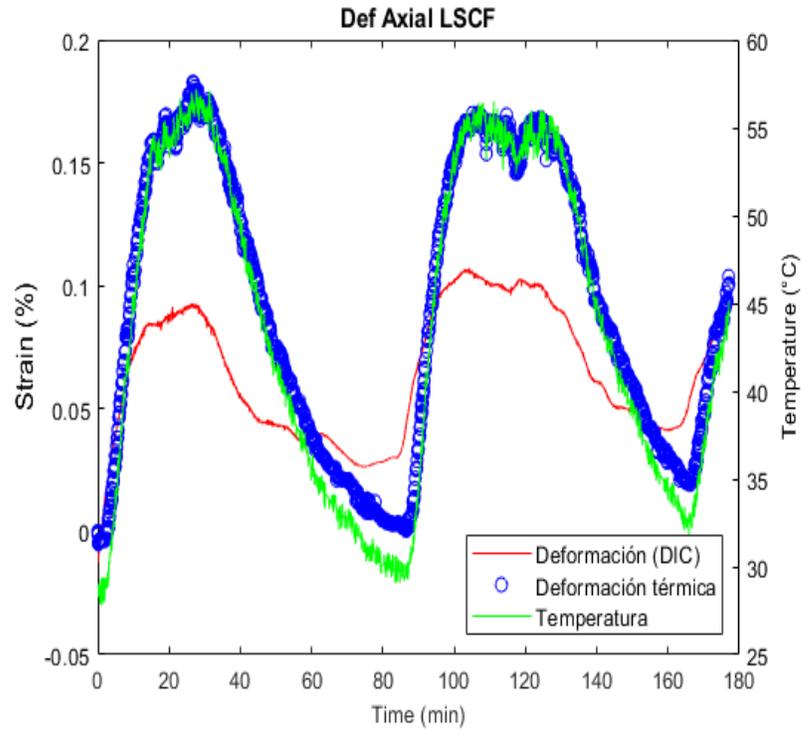


Figura 4.15: Ajuste de deformación axial para LSCF con $\alpha = 60 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

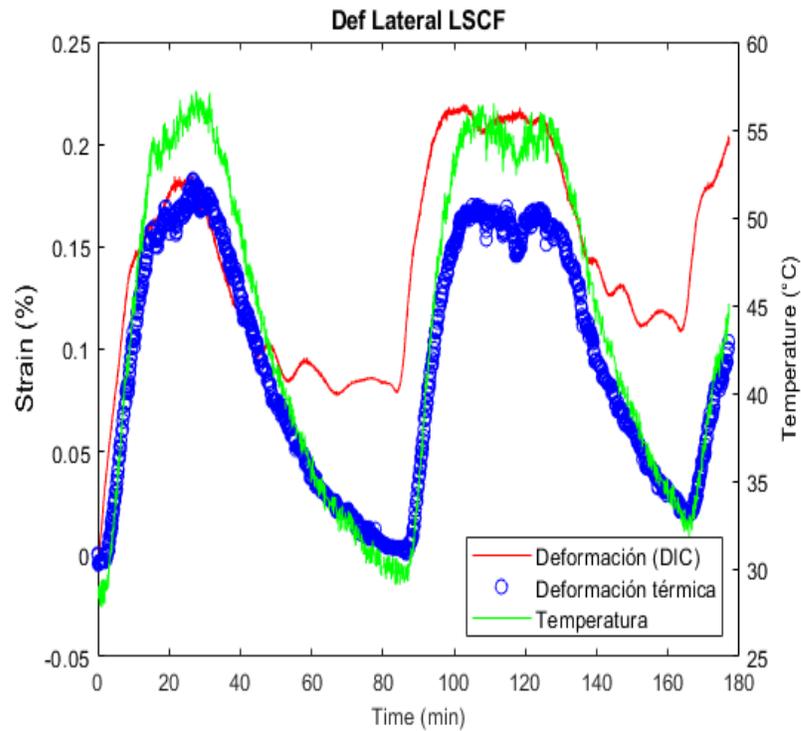


Figura 4.16: Ajuste de deformación lateral para LSCF con $\alpha = 60 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$.

De las figuras mostradas se puede apreciar como existen coeficientes que otorgan un mejor ajuste para una componente y otro para la otra, de los coeficientes escogidos para análisis

se puede observar que el que mejor se comporta para la componente axial es mientras que para la componente lateral el valor que mas se asemeja es $\alpha = 60 * 10^{-6}C^{-1}$, la razón de esto puede estar relacionada al comportamiento ferroelástico de este material así como al creep ferroelástico que este presenta a temperatura ambiente, lo cual se traduce en que el material presenta un grado de deformación no predecible por la ecuación de deformación térmica lineal conocida (2.1), esto por el acomodo de los dominios del material a medida que este sufre cualquier tipo de deformación en su estructura, y dado que estos cuentan con un sentido de desplazamiento o crecimiento, esto explicaría igualmente las diferencias entre las componentes axial y lateral mostradas en la figura 4.10.

4.0.3. Estudio de deformación para rangos amplios de temperatura.

Para poder obtener más información acerca del comportamiento de LSCF y validar que la técnica funcionó correctamente se realizó una medición de LSCF en un rango de temperaturas mucho más elevado (vease figura 4.17, el experimento consiste en el análisis de la deformación presentada por el LSCF a medida que se va enfriando desde los 850°C hasta los 200°C, con lo que se obtiene un coeficiente $\alpha = 14 * 10^{-6}C^{-1}$, lo cual es el mismo obtenido para otros trabajos en este mismo rango de temperatura y permite validar que la técnica de medición arroja valores correctos, al mismo tiempo que el código de ajuste esta bien elaborado. Esta diferencia entre los coeficientes obtenidos para altas y bajas temperaturas refleja la gran diferencia que existe al analizar un rango acotado de temperaturas con respecto a uno mucho más amplio, lo que sucede es que en rangos más acotados como los que se realizan a temperatura ambiente, existen movimientos y reordenamiento de dominios, mientras que para un análisis en un rango más amplio existe una tendencia más marcada, dada por lo que sucede en los diferentes tramos que la componen.

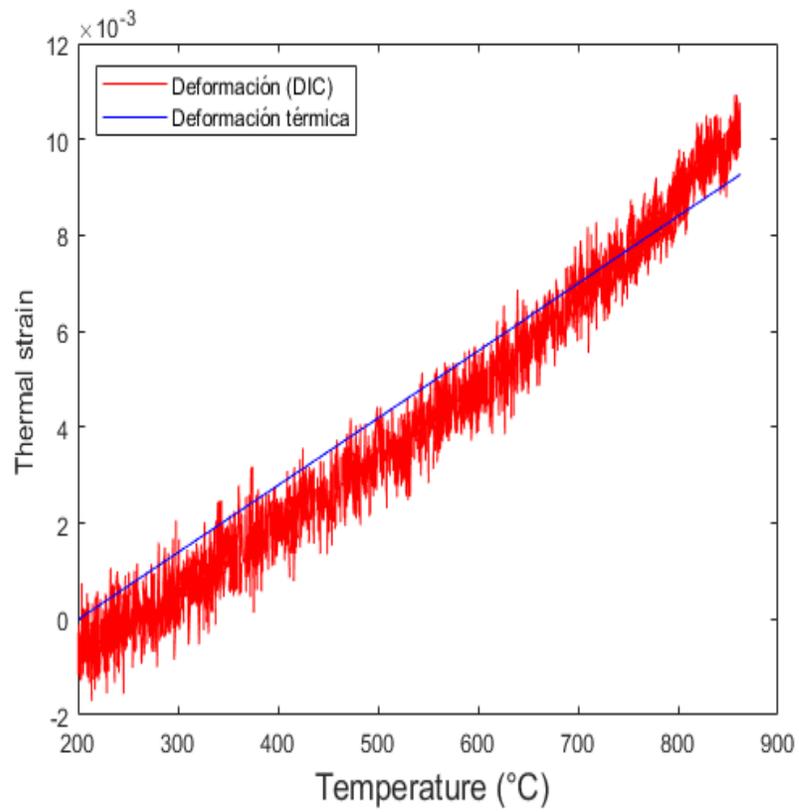


Figura 4.17: Ajuste experimental realizado para material de estudio LSCF. Se puede observar que no existe correlación con el estado actual de los datos obtenidos.

Capítulo 5

Conclusiones

La técnica de medición (DIC) demuestra ser una técnica de medición válida que permite medir la deformación presentada por los materiales en un rango de temperatura acotado, demostrando ser precisa y de fácil uso, para los materiales de referencia se logró un ajuste adecuado, que permite considerar la metodología de obtención como una opción para el estudio del LSCF, sin embargo este presentó claras diferencias en los ajustes para las distintas componentes, existiendo distintos coeficientes de expansión térmica que ajustan la deformación térmica a la deformación medida por la técnica de medición. Esto último radica en el comportamiento ferroelástico no lineal que presenta el LSCF con respecto a los materiales de referencia, además del creep ferroelástico que presentan estos materiales, el cual se hace presente incluso en rangos de temperatura cercana a la ambiente. Por otro lado al analizar el mismo material en un rango de temperatura más amplio y elevado se puede notar como existe una clara tendencia que se ajusta con el mismo coeficiente de deformación térmica presentado en otros trabajos, con lo cual es posible decir que existe una clara influencia del tamaño del rango de temperatura estudiado, donde para rangos más pequeños se observa como existe una marcada influencia del desplazamiento y reacomodo de los dominios en la deformación medida. En cuanto a la metodología seguida se considera que es una buena forma de poder obtener datos válidos, y se descarta la influencia de la posición de la termocupla en la muestra. Más estudios son requeridos para poder dar con una metodología que garantice una obtención correcta de datos tanto en materiales ferroelásticos como de comportamiento conocido.

5.1. Pasos a futuro

El trabajo realizado deja abierta variadas propuestas de mejora y temas por probar y descartar. Uno de estos temas es el determinar en que medida influye el tamaño del mallado en los resultados obtenidos, es decir que sucede al aumentar el modificar tanto el tamaño de malla así como el espaciado. Así también un buen ejercicio sería el probar con distintos tipos de patrones de moteado y definir en que medida pueden cambiar los resultados según el tipo de patrón de alto contraste escogido. Se propone igualmente el realizar pruebas y variar los parámetros experimentales exclusivamente para apreciar en que medida varía la relación entre la componente axial y lateral.

Bibliografía

- [1] S. P. Jiang, “Development of lanthanum strontium cobalt ferrite perovskite electrodes of solid oxide fuel cells—a review,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 44, no. 14, pp. 7448–7493, 2019.
- [2] M. Johnsson and P. Lemmens, “Crystallography and chemistry of perovskites,” *arXiv preprint cond-mat/0506606*, 2005.
- [3] A. Akbari-Fakhrabadi, V. Meruane, M. Jamshidijam, M. Gracia-Pinilla, R. Garcia, and M. Orellana, “Structural and mechanical properties of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{M}_{0.1}\text{Fe}_{0.9}\text{O}_{3-\delta}$ (m: Co, Ni and Cu) perovskites,” *Ceramics international*, vol. 43, no. 2, pp. 2089–2094, 2017.
- [4] R. T. Rojas Sepúlveda, “Estudio del comportamiento ferroelástico de perovskitas basadas en lantano,” 2018.
- [5] E. K. Salje *et al.*, “Ferroelastic materials,” *Annual Review of Materials Research*, vol. 42, no. 1, pp. 265–283, 2012.
- [6] M. Lugovy, A. Aman, N. Orlovskaya, V. Slyunyayev, T. Graule, J. Kuebler, M. J. Reece, Y. Chen, D. Ma, and K. An, “Time and frequency dependent mechanical properties of LaCoO_3 -based perovskites: Neutron diffraction and domain mobility,” *Journal of Applied Physics*, vol. 124, no. 20, p. 205104, 2018.
- [7] B. Arnauda, A. Akbari-Fakhrabadi, N. Orlovskaya, V. Meruane, and W. Araki, “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*, vol. 8, no. 11, p. 1346, 2020.
- [8] M. Islam, W. Araki, Y. Arai, *et al.*, “Mechanical properties of ferroelastic $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ with various porosities and pore sizes,” *Journal of Materials Science*, vol. 54, no. 7, pp. 5256–5265, 2019.
- [9] W. Araki, K. Takeda, and Y. Arai, “Mechanical behaviour of ferroelastic lanthanum metal oxides LaMO_3 (m= Co, Al, Ga, Fe),” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 36, no. 16, pp. 4089–4094, 2016.
- [10] M. Lugovy, V. Slyunyayev, N. Orlovskaya, D. Verbylo, and M. J. Reece, “Room-temperature creep of LaCoO_3 -based perovskites: Equilibrium strain under compression,” *Physical Review B*, vol. 78, no. 2, p. 024107, 2008.
- [11] M. Barsoum, *Fundamentals of ceramics*. CRC press, 2019.
- [12] W. Araki and J. Malzbender, “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*, vol. 33, no. 4, pp. 805–812, 2013.
- [13] F. Schulze-Küppers, S. Baumann, F. Tietz, H. J. Bouwmeester, and W. Meulenbergh, “To-

wards the fabrication of $\text{La}_{0.98-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8-3\delta}$ perovskite-type oxygen transport membranes,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 34, no. 15, pp. 3741–3748, 2014.

- [14] Z. Pan, S. Huang, Y. Su, M. Qiao, and Q. Zhang, “Strain field measurements over 3000 c using 3d-digital image correlation,” *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 127, p. 105942, 2020.