



**Escola Politècnica Superior  
de Castelfelers**

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

# **TREBALL DE FI DE CARRERA**

**TÍTOL DEL TFC: Estudi de les propietats mecàniques d'aliatges amorfs**

**TITULACIÓ: Enginyeria Tècnica Aeronàutica, especialitat Aeronavegació**

**AUTOR: Francesc Boneu Pascual**

**DIRECTOR: Daniel Crespo Artiaga**

**DATA: 3 de juliol de 2008**

**Títol:** Estudi de les propietats mecàniques d'aliatges amorfs

**Autor:** Francesc Boneu Pascual

**Director:** Daniel Crespo Artiaga

**Data:** 3 de juliol de 2008

## **Resum**

Fa només 50 anys que és té coneixença dels materials amorfs metàl·lics també anomenats vidres metàl·lics. Des de llavors ençà, la investigació de les propietats d'aquests materials i la constant innovació de tècniques per crear-los ha estat molt elevada gràcies al gran interès que desperten degut a que tenen unes propietats determinades que els materials cristal·lins no presenten.

Aquest treball es centra en la posta en marxa d'un aparell anomenat DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*) que ens permetrà estudiar les propietats mecàniques de dues mostres diferents alhora que aprendrem el seu funcionament i les seves possibilitats o inconvenients davant altres equips de mesura.

En el treball hi ha una descripció de l'aparell i les diferents parts que el componen així com el seu funcionament. Ens permet fer assajos dinàmics o estàtics alhora que també ens permet controlar-ne la temperatura en tot moment durant l'assaig. En assajos estàtics es van fer dilatometries on es van trobar uns petits inconvenients i es van corregir; els assajos dinàmics es van fer a una freqüència de 1Hz i 10Hz en una rampa de temperatura fins als 600°C.

A més a més, s'exposen els resultats i se'n dona una petita descripció d'ells.

Al final del treball es mostren les conclusions a les que s'ha arribat i s'obren les portes a nous projectes aportant idees a nous experiments utilitzant altres suports per fer un altre tipus d'assajos o fer-los a temperatures per sota la temperatura ambient en comptes de per sobre com s'ha fet en aquest.

**Title:** Study of the mechanical properties of amorphous alloys

**Author:** Francesc Boneu Pascual

**Director:** Daniel Crespo Artiaga

**Date:** July, 3rd 2008

## Overview

Only 50 years ago it's known about the metallic amorphous alloys also known as metallic glasses. From then onwards, investigation about their mechanical properties and constant innovation about new techniques for their production has been notably increased thanks to great interest because of their own unique properties that crystalline materials do not have.

This project pays special attention to DMA's (Dynamic Mechanical Analyzer) start up which allows us to study the mechanical properties of two alloys ( $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  and  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ ) at the same time its operation mode and its advantages and disadvantages in front of other measurement equipments will be studied, as well.

It contains a description of the equipment and different parts it is composed and its operation mode as well. DMA allow to do dynamic and static tests in a ramp temperature or in a fixed one. In static tests dilatometries were done where some inconvenient appeared and were corrected; dynamic tests were done in a 1Hz and 10Hz frequencies in a ramp temperature up to 600°C.

In addition, results are shown and a little description is done about them.

At the end of this project, conclusions are shown and new doors are opened to new projects giving some ideas to new experiments using other clamps to perform other kind of tests or do them below room temperature instead of above room temperature as this project tests have been done.

# ÍNDIX

<b>INTRODUCCIÓ</b> .....	<b>1</b>
<b>CAPÍTOL 1. VIDRES METÀL·LICS</b> .....	<b>2</b>
1.1. Què és un vidre .....	2
1.2. Formació d'un vidre .....	2
1.3. Història .....	4
1.4. Propietats dels BMG's .....	5
1.5. Aplicacions dels BMG's.....	6
<b>CAPÍTOL 2. DMA</b> .....	<b>7</b>
2.1. Analitzador dinamo-mecànic (Dynamic Mechanical Analyzer) .....	7
2.2. Parts que formen l'equip .....	10
2.2.1. Bombona de nitrogen sec i manòmetre .....	10
2.2.2. Filtre regulador d'aire.....	10
2.2.3. Forn .....	11
2.2.4. Pantalla tàctil .....	13
2.3. Factor de geometria .....	13
2.4. Viscoelasticitat .....	15
2.4.1. Sòlids.....	15
2.4.2. Líquids .....	16
2.4.3. Comportament viscoelàstic .....	17
2.5. Procediment a seguir a l'hora de dur a terme un experiment .....	17
2.6. Manteniment del DMA.....	18
2.6.1. Calibració del suport.....	19
2.6.2. Calibració de la posició.....	19
2.6.3. Calibració d'instruments .....	19
2.6.4. Calibració de temperatura .....	19
2.7. Consells pràctics.....	20
<b>CAPÍTOL 3. ASSAJOS ESTÀTICS</b> .....	<b>21</b>
3.1. Forces del DMA .....	21
3.1.1. Preload force .....	21
3.1.2. Force track.....	21
3.1.3. Drive force .....	22
3.2. Dilatometries.....	22
3.2.1. Mostra $Al_{90}Fe_5Nd_5$ .....	23
3.2.2. Mostra $Fe_{89}Zr_7B_4$ .....	27

<b>CAPÍTOL 4. ASSAJOS DINÀMICS.....</b>	<b>29</b>
<b>4.1. Mostra Al<sub>90</sub>Fe<sub>5</sub>Nd<sub>5</sub>.....</b>	<b>29</b>
4.1.1. Assaig tensió-deformació.....	29
4.1.2. Assaig Multifrequency Controlled Strain .....	30
4.1.3. Comparació amb DSC.....	32
<b>4.2. Mostra Fe<sub>89</sub>Zr<sub>7</sub>B<sub>4</sub>.....</b>	<b>35</b>
4.2.1. Assajos tensió-deformació.....	35
4.2.2. Assaig Multifrequency Controlled Strain .....	38
4.2.3. Assajos complementaris .....	40
4.2.4. Comparació amb DSC.....	44
<b>CAPÍTOL 5. CONCLUSIONS.....</b>	<b>45</b>
<b>BIBLIOGRAFIA.....</b>	<b>47</b>
<b>ANNEXOS .....</b>	<b>49</b>
<b>1.1. Factor de geometria.....</b>	<b>49</b>
1.1.1. Suport de tensió .....	49
1.1.2. Suport de compressió.....	50
1.1.3. Suport Dual Cantilever.....	51
1.1.4. Suport per tensió .....	52
<b>1.2. Fórmules pels diferents suports.....</b>	<b>53</b>
1.2.1. Suport de tensió .....	53
1.2.2. Suport de compressió.....	55
1.2.3. Suport Dual Cantilever.....	57
1.2.4. Suport de cisalla .....	61
<b>1.3. Equacions bàsiques per l'anàlisi mecànic dinàmic.....</b>	<b>62</b>
<b>1.4. Software del DMA .....</b>	<b>65</b>



## INTRODUCCIÓ

L'objectiu del treball és estudiar les propietats mecàniques de diferents aliatges amorfs compostats per tres o quatre elements. Un material amorf és aquell en el que la seva estructura interna no presenta ordre ni periodicitat a llarg abast tot i que sí que en té a curt o mitjà abast (fins a unes 10-20 distàncies atòmiques). Les mostres van ser produïdes emprant un equip de solidificació ràpida de roda freda anomenat *melt-spinner*. Per a la realització del treball hem fet servir mostres compostes per  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  i  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ . El DMA (Dynamic Mechanical Analyzer) és l'aparell que ens permet analitzar les propietats mecàniques de les diferents mostres i en el que es basa tot el treball.

Una part important del treball es centra en la instal·lació i funcionament del DMA i de les parts que el formen. El DMA és un aparell de caracterització mecànica d'alta precisió adquirit pel grup de recerca en caracterització dels materials i instal·lat al Campus de la UPC-EPSC de Castelldefels. Entendre'n el funcionament va ser complicat ja que primer de tot havíem d'entendre què feia cada assaig, com l'executava i introduir bastants paràmetres alguns d'ells amb valors òptims desconeguts pel que fa a l'estudi de materials metàl·lics.

A més a més, una part del treball ha constatat en aprendre a fer anar el software que controla el DMA i un programa a part per, posteriorment, analitzar les dades.

La primera part del treball tracta sobre la definició d'un material amorf i com s'obté a més d'una breu introducció històrica. També s'expliquen les principals propietats que tenen aquests materials enfront dels aliatges cristal·lins convencionals i les seves aplicacions.

En la segona part s'explica el DMA, els seus components, el seu funcionament, les seves limitacions i el manteniment que ha de tenir. S'hi inclou una llista amb els diferents assajos que és capaç de fer l'aparell i s'explica què és la viscoelasticitat i el factor de geometria. També es recomana un procediment a seguir a l'hora de dur a terme un assaig i es donen consells pràctics per no cometre un altre cop els mateixos errors ja comesos.

La tercera part s'explica què és una dilatometria i els problemes en què ens vam trobar a l'hora d'intentar fer-ne alguna amb el DMA i la posterior solució que vam trobar per a aquests problemes.

En la quarta s'hi mostren els resultats obtinguts de les diferents mostres mitjançant diferents assajos dinàmics, s'explica el funcionament d'aquests assajos realitzats, i es compara amb els obtinguts mitjançant una altra tècnica de caracterització, el DSC (Differential Scanning Calorimetry).

Finalment, la última part mostra les conclusions que en podem treure després de realitzar tots els assajos i comparar-los entre ells.

# CAPÍTOL 1. VIDRES METÀL·LICS

## 1.1. Què és un vidre

Un vidre es forma quan refredem un líquid suficientment ràpid per tal que no tingui temps a cristal·litzar, d'aquesta manera els àtoms queden tots desordenats, en una estructura similar a la del líquid. D'això en direm un material amorf, també anomenat vidre. En el nostre cas, tindrem vidres metàl·lics.

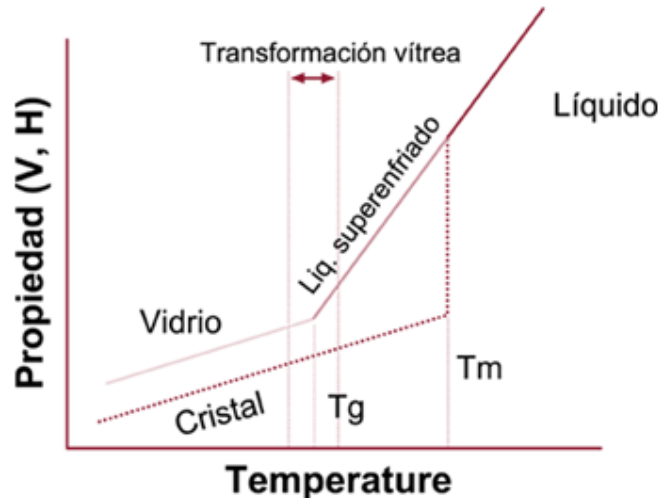
Per tant, podem dir que un vidre és aquell en que els seus àtoms no mostren una periodicitat a llarg abast tot i que a curt abast sí que en tinguin.

## 1.2. Formació d'un vidre

Com hem dit, un vidre s'obté al refredar un líquid de manera molt ràpida. Quan tenim la mescla fosa a una certa temperatura de fusió ( $T_f$ ) podem deixar refredar el líquid lentament; primer els àtoms tenen molta energia i es poden moure lliurement i hi ha molt de desordre, a mesura que el líquid es va refredant, cada vegada els àtoms tenen menys energia, per tant el seu moviment és més lent i tendeixen a agrupar-se i a ordenar-se per buscar la posició més estable possible (disminuirà el volum específic) adoptant un estat ordenat de menor energia fins que finalment, la posició mitjana dels àtoms es pot considerar fixa, i el material és un sòlid. Així es formaria un sòlid cristal·lí.

En canvi, si refredem el líquid més ràpidament, el que tindrem serà un líquid sots-refredat, amb una viscositat cada cop més elevada, on els àtoms tendiran a comprimir-se i a ordenar-se amb una viscositat cada vegada més elevada però no tindran suficient energia per fer-ho ja que el temps d'ordenació serà més gran que el de refredament i finalment, es formarà el vidre a la temperatura de vitrificació ( $T_g$ ). Al no tenir el suficient temps per ordenar-se, els diferents àtoms no han pogut ocupar aquella posició que els és més còmode i més estable per ells, per tant, el volum específic que tindrem serà més gran que no pas el d'un sòlid cristal·lí.





**Fig. 1.1** Gràfica on es mostra la transició vítria i cristal·lina

Considerarem el vidre com un sòlid no cristal·lí perquè no està en una configuració interna mínima d'energia però la seva viscositat és tan elevada, que el moviment interatòmic és pot considerar negligible en curts períodes de temps. Per aquesta raó, es diu que un vidre està en condicions de no equilibri termodinàmic, o bé en un estat metastable.

En unes altres paraules, podem definir un vidre com un líquid que ha perdut la seva habilitat per fluir, o bé, com un material amorf amb característiques estructurals d'un líquid.

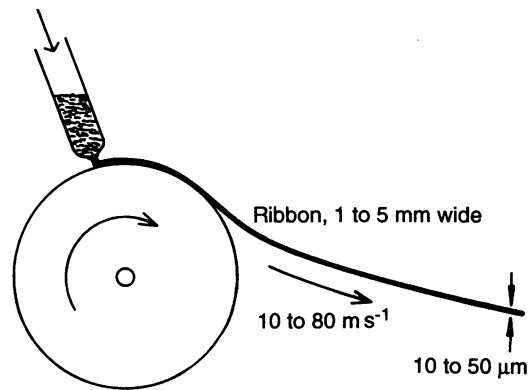
Per obtenir un vidre metàl·lic convencional, cal refredar a una velocitat d'entre  $10^4 \text{ K/s}^{-1}$  i  $10^6 \text{ K/s}^{-1}$ . Nosaltres produïm els vidres amb la tècnica anomenada melt-spinning on obtenim unes velocitats de refredament d'aquest ordre.

De forma empírica, s'ha demostrat que per obtenir un vidre metàl·lic amb velocitats de refredament més baixes s'han de complir tres normes – veure [A. Inoue. Mater. Trans. JIM 36 (1995) 866] –:

- La mescla ha d'estar formada per tres o més elements.
- La diferència entre els diàmetres atòmics de la mescla ha de ser més gran del 12%.
- L'entalpia de la mescla ha de ser negativa, ja que sinó, ens pot quedar algun element que no es dissolgui completament amb la resta de la mescla i crear petits nuclis d'aquest.

A més a més, com més gran sigui el quocient entre  $T_g$  i  $T_f$ , anomenat temperatura reduïda ( $Trg$ ), més fàcil serà la formació del vidre. Es considera que una  $Trg$  superior a 0,6 és bona per la formació del vidre. Aquesta temperatura està relacionada amb la viscositat del líquid sots-refredat.

Els nostres vidres van ser creats a través d'un equip de solidificació ràpida per roda freda (*melt-spinner*). S'introdueix l'aliatge precursor en un gresol de quars i es situa dins d'una bobina per la qual es fa passar un corrent elèctric molt elevat que produirà la inducció de corrents elèctrics a la mostra (corrents de Foucault). S'aconsegueix escalfar la mostra i poder fondre-la per, posteriorment, precipitar-la cap a una roda de coure que la refredarà ràpidament. No es deixa temps perquè els àtoms es reordenin i s'aconsegueix un material amorf. Tot aquest procés té lloc en atmosfera d'argó dins d'una cambra a la que prèviament s'hi ha realitzat diverses vegades el buit.



**Fig. 1.2** Tècnica del *melt-spinning*. Quan s'injecta la mostra fosa sobre la roda freda de coure és quan es produeix la cinta

### 1.3. Història

Fa 50 anys només es coneixien materials metàl·lics en que la seva estructura interna estava ordenada, és a dir, materials amb una estructura interna cristal·lina.

Però l'any 1959, Pol Duwez, nascut a Bèlgica; va donar un gir a la ciència dels materials gràcies a la producció del primer vidre metàl·lic a Caltech, EUA. Estava format per  $\text{Au}_{75}\text{Si}_{25}$ . A partir d'aquí es va avançar molt ràpidament en l'estudi i la creació d'aquests materials ja que es va veure que tenien unes propietats molt interessants, sobretot quan es van descobrir els materials amorfs on l'element principal era el ferro i es va veure que tenien unes propietats magnètiques molt interessants.

També es van anar desenvolupant noves tècniques per la producció dels vidres passant d'unes velocitats de refredament de  $10^5 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  a  $10^{14} \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  que es pot arribar actualment – veure[1] –.

Fins aleshores només s'havia aconseguit produir cintes molt fines o fils però ja a la dècada dels noranta, Akahisa Inoue i el seu equip de la universitat de Tohoku, al Japó, van començar a crear metalls amorfs amb uns gruixos de

l'orde de 5 mil·límetres, anomenats Bulk Metallic Glasses (BMG). Van descobrir que per a la creació d'aquests materials s'havien de complir les 3 normes empíriques explicades en l'apartat anterior i això els permetia obtenir aquests vidres metàl·lics amb unes velocitats de refredament de l'orde de  $10^2 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  o inferiors.

Posteriorment s'han pogut crear peces completament amorfes per aplicacions tecnològiques o científiques.

#### 1.4. Propietats dels BMG's

Gràcies al descobriment dels vidres metàl·lics, s'han descobert una sèrie de propietats diferents respecte els mateixos materials cristal·lins.

La diferència més notable és la falta d'ordre entre els àtoms i com a conseqüència la falta de grans i límits de gra.

Generalment, la diferència entre els vidres metàl·lics i els cristalls és que els vidres metàl·lics tenen un límit elàstic més alt i són molt bons en aquesta regió elàstica ja que també presenten una molt bona capacitat d'emmagatzemar energia, també anomenada tenacitat. A més el coeficient de pèrdua d'energia elàstica és molt baix.

També mostren una alta resistència a tracció i compressió a més d'una elevada resistència a la fatiga. La majoria de vidres tenen també una molt bona resistència a la corrosió. S'ha vist que com més alta sigui la  $T_g$  més resistència a corrosió té aquell material ja que es considera que com més alta sigui, més compacte serà l'estructura a causa de l'alta viscositat del líquid sots-refredat.

En contra partida tenim que mostren un règim plàstic molt petit i, fins i tot en alguns casos no tenen règim plàstic ja que no tenen plans atòmics. Es creu que la deformació plàstica en aquests materials es produeix gràcies a les anomenades bandes de cisalla. A més a més, un cop arribats a la zona plàstica, poden esdevenir fràgils. Molts d'ells, són molt fràgils per naturalesa sense haver d'arribar a la zona plàstica. També es tornen molt fràgils si cristal·litzen.

Pel que fa a les propietats elèctriques i magnètiques tenim que per una part, la conductivitat elèctrica és menor que en materials cristal·lins ja que hi ha molt més volum lliure (estructura interna menys compacta) i perquè sovint l'aliatge inclou elements no metàl·lics. Per altre banda els materials en que el Ferro o algun altre element ferromagnètic sigui el majoritari en la composició, són materials magnèticament tous. Això vol dir que els podem magnetitzar o desmagnetitzar fàcilment si els sotmetem a un camp magnètic canviant la polaritat.

## 1.5. Aplicacions dels BMG's

Gràcies a les propietats que presenten els vidres i a la recent producció de BMG's s'ha pogut fer ús d'ells ja en diferents aplicacions.

Per exemple en sensors de pressió, ja que tenen un límit elàstic molt més alt que els materials cristal·lins, un mòdul de Young més baix i una gran resistència a la corrosió. Fins ara es feia servir sobretot sensors d'acer inoxidable però s'ha vist que els vidres basats en Níquel tenen unes propietats i una sensibilitat més bones a altes pressions. Al ser molt més sensibles que els d'acer inoxidable ens permet fer-los més petits i es fan servir per exemple en el control de la pressió de l'oli d'un motor de cotxe, de frens o d'aire condicionat entre d'altres.

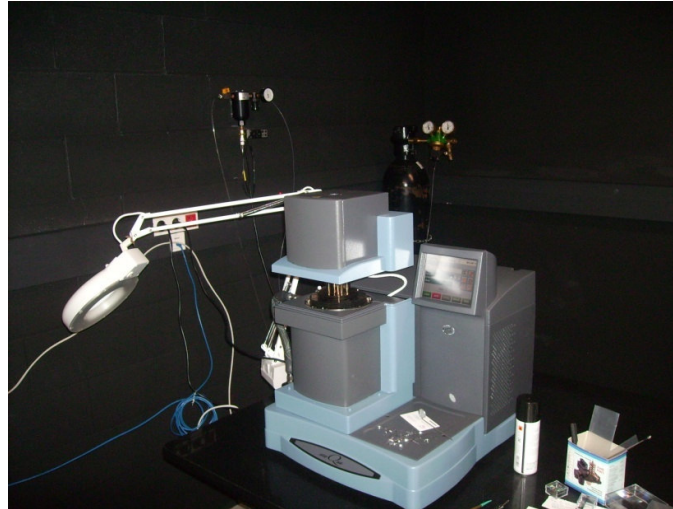
Els BMG's també s'utilitzen, gràcies a les seves excel·lents propietats elàstiques, en micro-engranatges que han de suportar grans moments d'inèrcia i grans pressions.

Vidres en que l'element principal és el Ferro, al tenir un magnetisme tou i els hi podem canviar la polaritat fàcilment s'han utilitzat en nuclis de transformadors.

A part, també s'han comercialitzat en equip esportiu, ganivets, telèfons mòbils, etc; com també se n'ha fet ús en l'àmbit militar i espacial.

## CAPÍTOL 2. DMA

### 2.1. Analitzador dinamo-mecànic (Dynamic Mechanical Analyzer)



**Fig. 2.1** Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)

El DMA és un instrument de precisió dissenyat per mesurar les propietats viscoelàstiques d'un material (la viscoelasticitat s'explica en l'apartat 2.4). El nostre aparell és el model *DMA Q800* de *TA Instruments*. Permet fer assajos estàtics i dinàmics. Per mesurar aquestes propietats en mesura primer de tot la rigidesa del material. La rigidesa es defineix com la capacitat que té un material per resistir una deformació. El DMA aplica una força, en Newtons, sobre el material i en mesura el desplaçament degut a la força aplicada, en metres. Així n'obté la rigidesa del material. Per experiments dinàmics, la rigidesa és la força dividida per l'amplitud de la oscil·lació.

A més a més, ens permet fer qualsevol assaig en una determinada temperatura o variant la temperatura en funció del temps.

La rigidesa no és el mateix que el mòdul elàstic o mòdul de Young ja que, per exemple, una làmina molt fina d'alumini la podem deformar aplicant una determinada força, en canvi, una làmina d'alumini amb el triple de gruix li hauré d'aplicar una quantitat més elevada de força per tal d'obtenir la mateixa deformació, no obstant això, el mòdul de Young del alumini sempre és el mateix.

Per això necessitem una constant anomenada factor de geometria, GF (explicat en l'apartat 2.3). Aquest factor té un determinat valor depenent de les dimensions de la mostra amb què volem fer l'assaig. D'aquesta manera el DMA té en compte les dimensions de la mostra i simplement en mesura la rigidesa del material en cada moment i per obtenir la tensió i la deformació d'un material, el DMA simplement multiplica la força i el desplaçament pel GF i n'obté la tensió i la deformació, respectivament.

El GF ha d'estar dintre uns valors determinats que depenen segons el suport que estem utilitzant.

Els diferents elements que componen el DMA són els suports on es fixen les mostres, uns termoparells per controlar-ne la temperatura i un pistó mòbil. Aquests tres elements es troben dins un forn que podem obrir o tancar. A més a més també té un motor, una lent òptica d'alta precisió i una pantalla tàctil.

El DMA funciona amb nitrogen sec, per tant necessitem un equip extern que ens proporciona el nitrogen i un filtre d'aire perquè quan el nitrogen entri en el DMA estigui ben filtrat i tingui la pressió adequada.

La part mòbil del suport està connectada a un pistó mòbil. El motor aplica una força o tensió al pistó i aquest l'aplica directament sobre la part mòbil del suport on es troba la mostra subjectada. Perquè el moviment sigui suau, amb fregament quasi nul i pràcticament lliure de qualsevol soroll extern i degut a la constant entrega de força del motor al pistó, aquest últim s'aguanta sobre un coixinet d'aire; per tant, el motor i el pistó no tenen cap tipus de contacte físic. La lent òptica mesura el desplaçament del pistó amb una resol·lució de l'ordre de la mil·lèsima de mil·límetre (micra). El recorregut màxim del pistó és de 50mm i el mínim de 0mm.

Ens permet fer una gran varietat d'assajos dinàmics i estàtics ja definits en unes plantilles:

- Mode *Multistrain*: Manté una freqüència constant a una temperatura constant i en varia l'amplitud d'oscil·lació o deformació. També podem fixar-ne la deformació i veiem com canvien les propietats del material al llarg del temps.
- Mode *Multistress*: Aquest mode ens mantindrà una freqüència de les oscil·lacions constants però variarà el pic de tensió aplicat a cada oscil·lació. També podem fixar la tensió per tal de veure'n la fatiga a tensió que pateix el material durant un període de temps.
- Mode *Multifrequency Controlled Strain*: la freqüència canvia mentre l'amplitud de l'oscil·lació es manté constant. Ho podem fer isotèrmicament o en una rampa de temperatura. Ens permetrà veure les propietats viscoelàstiques del material, relaxacions, Tg, ...
- Mode *Multifrequency Controlled Stress*: és semblant a l'anterior però en comptes de mantenir la mateixa deformació a cada oscil·lació, en mantindrem la tensió.

- *Mode Creep Testing*: el DMA aplica una tensió a la mostra per obtenir una deformació i manté constant una velocitat de deformació variant-ne la tensió aplicada a mesura que el material es relaxa.
- *Mode Stress Relaxation Testing*: s'aplica una deformació instantània a la mostra i es mesura la tensió necessària per mantenir aquella deformació en funció del temps.
- *Mode Controlled Force and Rate*: aquest mode ens permet aplicar una rampa de força a la mostra per veure'n la deformació a una temperatura determinada. També podem fixar la força i variar-ne la temperatura.
- *Mode Isostrain*: només es pot fer servir pel suport de tensió. S'aplica una deformació constant en una rampa de temperatura. Bàsicament, és una combinació del mode *Stress Relaxation* i d'una rampa de temperatura.

Però també tenim la possibilitat de crear manualment un assaig al nostre gust.

Gràcies al DMA podem:

- Usar diferents tipus de mostres com cintes, fibres, anells, gel o en forma líquida.
- Les mostres poden tenir formes molt diverses com ara rectangular, quadrada, cilíndrica, tubular, etc.
- Canviar el tipus de suport fàcilment per un altre segons el tipus d'assaig que volem fer.
- Ens permet controlar 5 variables (temperatura, temps, freqüència, força i deformació) que juntament amb els diferents suports permeten mesurar moltes propietats com el mòdul elàstic, tenacitat, ductilitat, relaxacions, transicions vítries, viscositat, resistència a altes i baixes temperatures, resistència a fatiga, ...

Malgrat tot, el DMA té unes limitacions, són les següents:

- El rang de temperatures per fer els assajos es troba limitat entre els -145°C i els 600°C.
- La velocitat d'escalfament ha d'estar entre 0,1°C/min i 20°C/min.
- La velocitat de refredament entre els -0,1°C/min i els -10°C/min.
- Si fem assajos dinàmics, la freqüència mínima a la qual els podem fer és 0,01 Hz i la màxima 200Hz.
- La força mínima que pot aplicar l'aparell a la mostra és de 0,001N i la màxima 18N.

A part del propi DMA, necessitem un ordinador extern amb el software corresponent instal·lat per l'anàlisi i control del instrument.

De forma opcional, podem incloure un accessori de refredament per gas (GCA) per tal d'arribar a temperatures inferiors a la temperatura ambient que tinguem en aquell moment a la sala on es troba. Actualment, no disposem d'aquest accessori al laboratori, per tant, tots els assajos els farem a partir de la temperatura ambient que tinguem en aquell moment fins a poder arribar, si es precisa, als 600°C com a màxim.

## 2.2. Parts que formen l'equip

### 2.2.1. Bombona de nitrogen sec i manòmetre

La bombona ens proporciona el nitrogen suficient per que el DMA funcioni correctament, sense el nitrogen, el motor no podria moure els coixinets d'aire i per tan no podríem fer cap tipus d'assaig.

Gràcies al manòmetre veiem quina pressió d'aire tenim a la bombona i quina a la sortida cap al filtre regulador d'aire. El manòmetre principal ens baixa la pressió dels 200 bars que té com a màxim la bombona fins als 6,5 bars. Així, quan l'aire arriba al filtre regulador arriba a una pressió baixa i no correm el perill de fer-lo malbé. El funcionament òptim del motor del DMA es troba quan la pressió que li arriba és de 6 bars.



**Fig. 2.2** Bombona de nitrogen sec a l'esquerre i manòmetre a la dreta



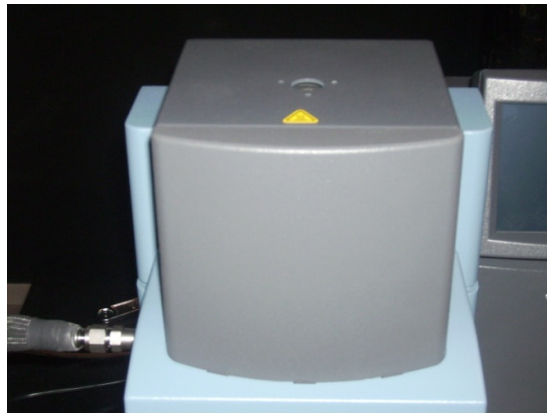
### 2.2.2. Filtre regulador d'aire

Proporcionarà al DMA un aire net i filtrat de qualsevol petita partícula que pogués venir de la bombona, aigua o oli, i a més a més a una pressió constant de 6 bars. Cal tenir en compte que per sota de 3 bars, el motor no té prou pressió d'aire per poder dur a terme un experiment. En aquest cas ens apareixerà un missatge a la pantalla tàctil i al software del ordinador que dirà *Air pressure too low*.



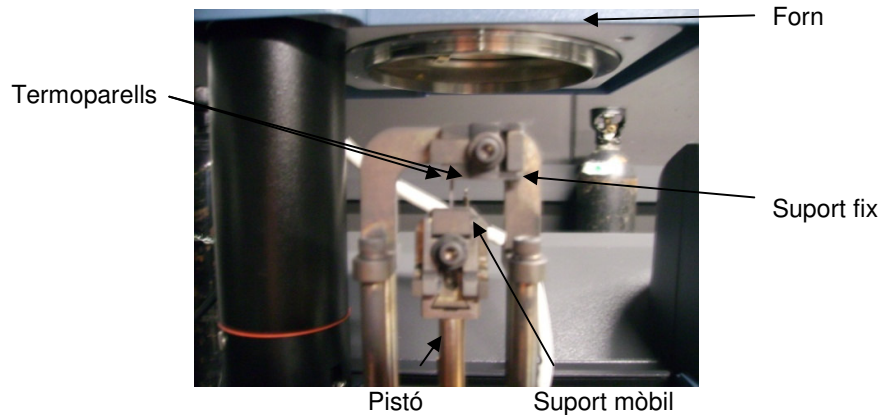
**Fig. 2.3** Filtre regulador d'aire

### 2.2.3. Forn



**Fig. 2.4** Imatge del forn del DMA

Dins el forn s'hi troba la mostra subjectada pel suport, el propi suport, el pistó que ens mourà la part mòbil del suport i dos termoparells per controlar la temperatura del forn.



**Fig. 2.5** Diferents components del DMA que es troben a l'interior del forn

### 2.2.3.1 Termoparells

Serveixen per saber en cada moment quina és la temperatura a la que està la mostra. Tenim un termoparell bastant avall, lluny de la mostra, que està a la temperatura del forn. L'altre termoparell ha d'estar com més a prop de la mostra millor per tal de saber la temperatura que hi ha en la mostra. D'aquesta manera sap a quina temperatura es troba l'aire del forn i a quina altre es troba la mostra i aplica més o menys potència a les resistències del forn per escalfar més o menys per tal de que la mostra estigui a la temperatura que hem seleccionat nosaltres.

Els podem baixar o pujar per adaptar-los el millor possible al assaig que estiguem duent a terme.

### 2.2.3.2 Suport

Està compost per una part fixa i una mòbil; la primera està fixada en el DMA per mitjà de 4 cargols i la part mòbil s'aguanta sobre el pistó.

De suports n'hi ha de molts tipus segons si es vol fer una assaig a tracció, compressió, cisalla, flexió, ...

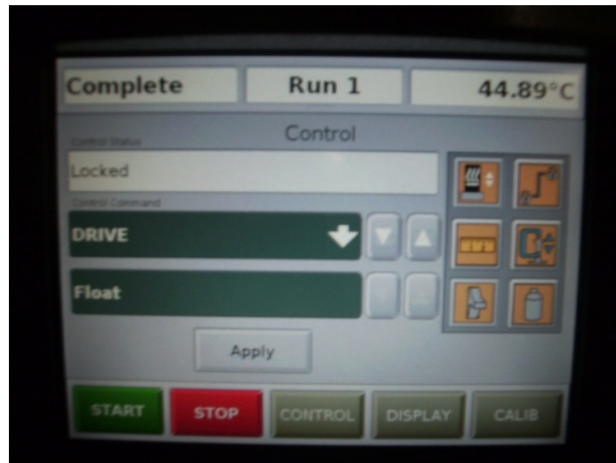
### 2.2.3.3 Pistó

Sobre seu es subjecta la part mòbil del suport i la seva funció és aplicar una força oscil·latòria o fixa que li transmet el motor.

## 2.2.4. Pantalla tàctil

La pantalla tàctil ens permet controlar i monitoritzar algunes de les funcions més bàsiques del DMA des de l'instrument, com per exemple, obrir o tancar el forn, deixar mòbil o fixar la part mòbil del suport, apagar l'equip...

Totes aquestes funcions també les podem controlar amb el software des de l'ordinador.



**Fig. 2.6** Pantalla tàctil que permet controlar algunes accions bàsiques del DMA

## 2.3. Factor de geometria

El factor de geometria (GF) ens servirà per determinar quins suports escollir i quines dimensions ha de tenir la mostra per tal de que les propietats de la mostra puguin ser mesurades pel DMA correctament.

La fórmula per calcular el factor de geometria depèn doncs del suport que estiguem utilitzant i de les dimensions de la mostra. S'ha de tenir en compte que, per exemple, a temperatura ambient un material concret té un cert mòdul elàstic i, a mesura que ens anem acostant a la  $T_g$ , aquest mòdul elàstic és menor; així que hem d'escollir unes mides i assegurar-nos que sempre estiguem dintre la regió on el DMA ens pot donar més bons resultats.

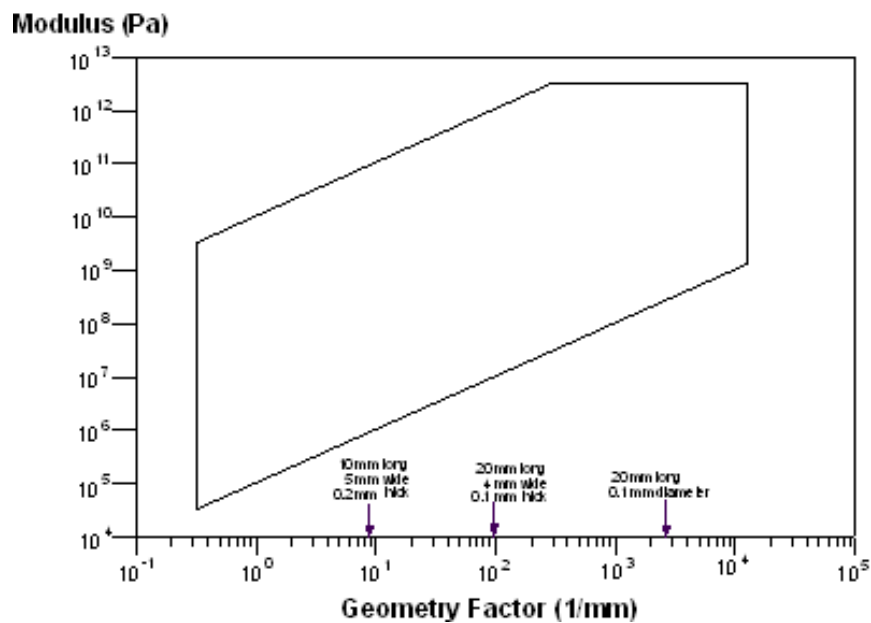
El rang comprès entre els mòduls elàstics està basat en el rang de rigidesa en el que el DMA pot operar que és entre  $10^2$  i  $10^7$  N/m.

A continuació es mostra la fórmula i la seva corresponent gràfica pel suport utilitzat en tots els assajos d'aquest treball. El suport per tensió en cintes. La gràfica mostra una àrea compresa entre un valor màxim i mínim del mòdul elàstic en funció del factor de geometria.

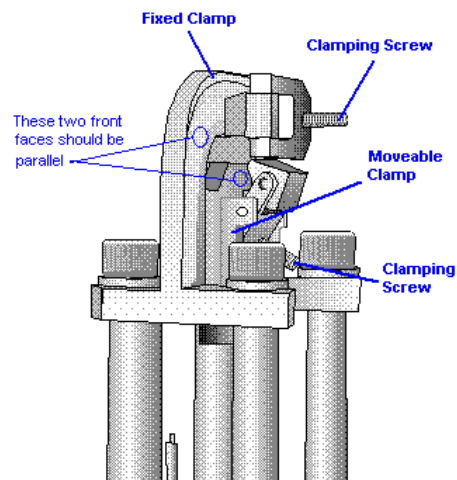
La fórmula és:

$$GF = \frac{L}{A} \quad (2.1)$$

On L és la longitud en mil·límetres i A l'àrea de la secció de la mostra també en mil·límetres.



**Fig. 2.7** Gràfica on es mostra l'àrea de treball òptim pel GF en funció del mòdul elàstic del material



**Fig. 2.8** Suport de tensió

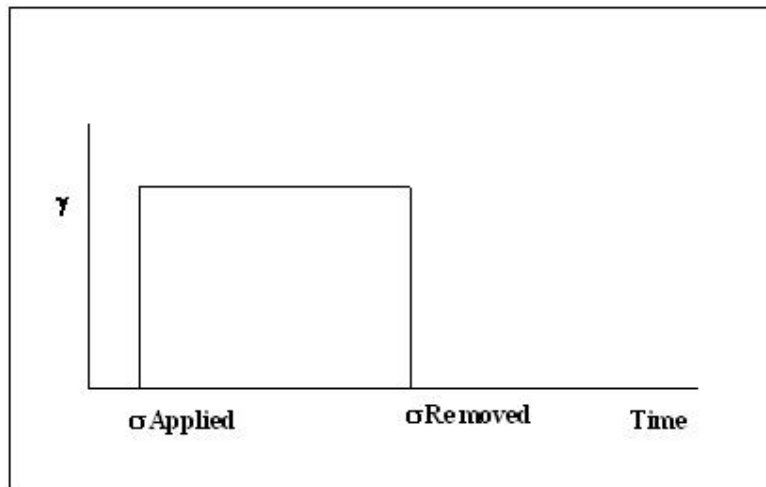
Si es vol més informació sobre factors de geometria d'altres suports mireu l'apartat 1.1 dels annexos.

## 2.4. Viscoelasticitat

El concepte de la viscoelasticitat apareix ja que la majoria de materials no mostren comportaments purament elàstics, seria el cas d'un sòlid ideal; ni purament plàstics, seria el líquid ideal sinó que mostren un comportament que és la mescla dels dos.

### 2.4.1. Sòlids

Un sòlid ideal és aquell que quan se li aplica una tensió es deforma instantàniament en proporció a aquesta i quan se li deixa d'aplicar, torna a la seva forma original retornant tota l'energia que hem necessitat per aplicar la deformació. Té una gran resiliència i no té dependència en el temps. La deformació és instantània a l'aplicar una tensió.



**Fig. 2.9** Figura on es mostra el comportament elàstic pur. En l'eix d'ordenades es mostra la deformació i en el d'abscisses la tensió aplicada.

Podem veure com en un sòlid ideal, al mateix temps que apliquem una tensió obtenim una deformació proporcional a la tensió i que es manté constant si no variem la tensió i torna a ser nul·la alhora que retirem la tensió.

La llei de Hooke ens descriu aquest comportament mecànic ideal on diu que la tensió aplicada és igual a la deformació obtinguda multiplicada per una constant, anomenada constant de rigidesa.

Pels suports de tensió, compressió o flexió, la llei de Hooke és la següent:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (2.2)$$

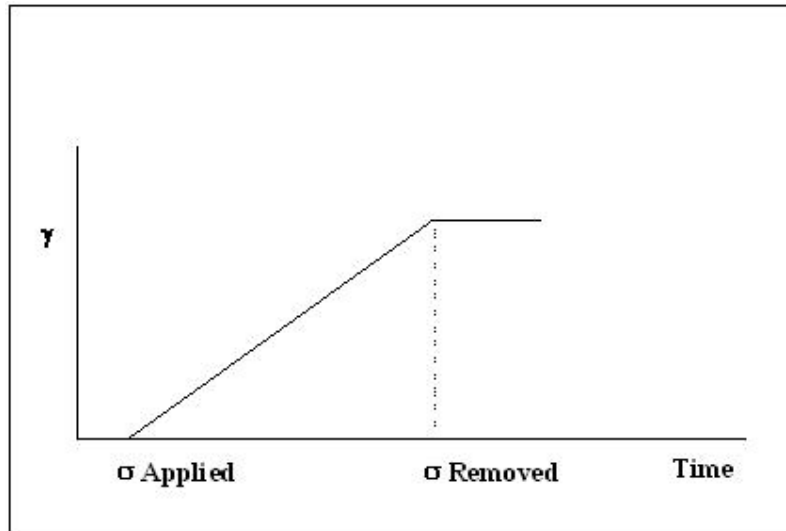
I pels suports de cisalla:

$$\tau = G\gamma \quad (2.3)$$

On  $\sigma$  i  $\tau$  són les tensions i  $\varepsilon$  i  $\gamma$  són les deformacions. E és la constant de rigidesa i G la constant de cisalla.

## 2.4.2. Líquids

Un líquid és un material que la seva rigidesa o elasticitat és completament nul·la. És incapaç de emmagatzemar energia deguda a una tensió aplicada. Un líquid ideal es deformarà contínuament sota una tensió aplicada i, un cop retirada, el líquid quedarà amb la deformació que tingui en aquell moment, no recuperarà la seva forma inicial. Es diu que el material té un comportament viscos. Té dependència amb el temps.



**Fig. 2.10** Figura on es mostra el comportament plàstic pur. En l'eix d'ordenades es mostra la deformació i en el d'abscisses la tensió aplicada.

La deformació que tenim sota l'aplicació d'una tensió és funció del temps que mantenim aquesta tensió i la llei de Newton ens descriu aquest comportament on diu que la tensió aplicada a un líquid ideal és proporcional segons una constant, a la deformació obtinguda respecte del temps.

$$\tau = \mu \frac{d\gamma}{dt} \quad (2.4)$$

$\tau$  és la tensió aplicada,  $\mu$  una constant de proporcionalitat anomenada constant

de viscositat i  $\gamma$  la deformació deguda a la tensió aplicada.

### 2.4.3. Comportament viscoelàstic

Un material viscoelàstic, al ser la mescla dels dos comportaments, quan se li aplica una tensió, la deformació no és instantània sinó que depèn del temps igual que en un líquid ideal i quan retirem aquesta tensió, el material recupera parcialment la forma original. La deformació que recupera és la component elàstica del material i la que no es recupera és la component plàstica o viscosa del material. El material recupera el treball realitzat en la part elàstica mentre que en la part plàstica aquest treball es dissipa en forma de calor.

Un vidre, a temperatures properes a la transició vítria és un material viscoelàstic, tot i que el considerem com a sòlid, i, si el deixem suficient temps en un lloc veuríem com la seva forma no es la mateixa que tenia abans degut a la deformació que pateix per la força de la gravetat de la Terra.

## 2.5. Procediment a seguir a l'hora de dur a terme un experiment

Abans de tot, és molt important conèixer quina és la temperatura de fusió de la mostra per evitar arribar-hi en algun experiment i danyar greument el DMA i també és important saber aproximadament el valor del mòdul elàstic per veure, en combinació amb les dimensions de la mostra, si el nostre factor de geometria és correcte o no.

Quan engeguem el DMA no podem començar a fer assajos al moment sinó que ens hem d'esperar, entre 15 i 20 minuts, a que el motor agafi una temperatura i l'electrònica també perquè treballi de manera òptima, així que el primer que hem de fer es engegar el DMA i obrir el programa del ordinador que ens permetrà introduir els diferents valors necessaris per dur a terme l'assaig i controlar l'aparell. Indicarem el tipus d'assaig que volem fer, el directori on volem que ens guardi les dades, el tipus de mostra, comentaris extres que vulguem posar i prendrem les mides de la cinta amb la que volem fer l'experiment.

Obtenim l'amplada amb un peu de rei digital que té una resolució fins les centèsimes de mil·límetre i el gruix l'obtenim amb un micròmetre digital. Un cop



les tenim, les introduïrem al programa de l'ordinador. La llargada la mesura el propi DMA abans de començar qualsevol tipus d'experiment.

Obrirem el forn per comprovar que ho fa sense problemes i mirarem que els termoparells estiguin verticals, no estiguin danyats i que un d'ells estigui el més a prop possible d'on anirà la mostra; mirarem que el suport mòbil i el pistó estiguin ben subjectats entre ells i alineats, si no és el cas, ho corregirem fent els ajustos necessaris prement més el cargol que els subjecta. També ens hem de fixar que els suports estiguin nets i no hi hagi restes d'alguna mostra anterior; si n'hi ha, les netejarem amb compte fins que els suports quedin nets.

Quan la temperatura del DMA sigui la suficient per poder treballar calibrarem la posició, abans però, obrirem el pas del nitrogen cap al DMA i tancarem el forn si el teníem obert.

Fet el calibratge, obrirem el forn, tancarem el pas del nitrogen per gastar el menys possible i després posarem la mostra subjectada entre els suports i tornarem a tancar el forn. Per obtenir uns resultats correctes i fiables, la mostra no pot tenir cap plec ni estar torçada; ha de quedar centrada en el suport i completament vertical i s'ha de vigilar molt de no tocar els termoparells al col·locar la mostra ja que els podríem fer malbé.

Un cop instal·lada la mostra i tancat el forn, obrirem el pas del nitrogen cap al DMA una altra vegada i ja podrem posar en marxa l'assaig a través del ordinador. Qualsevol tipus d'assaig ens demana que introduïm una força petita (Preload Force) en el software de control. El DMA aplicarà aquesta força a tracció i determinarà la longitud i la rigidesa de la mostra. Un cop fet això començarà automàticament l'experiment programat.

Acabat l'experiment, tancarem el pas del nitrogen cap a l'aparell, obrirem el forn i en retirarem la mostra sempre i quan no estigui a una temperatura molt elevada, en aquest cas, ens haurem d'esperar un cert temps a que es refredi. Després netejarem si han quedat restes als suports i mirarem que estiguin bé, igual que els termoparells.

Si tot està correcte, podrem preparar un altre assaig seguint els mateixos passos.

## **2.6. Manteniment del DMA**

Un bon manteniment ens ajudarà a que l'aparell funcioni més bé, ens doni uns millors resultats i tingui una llarga durabilitat.

És important que cada vegada que fem un assaig, netegem els suports per on era subjectada la mostra de possibles restes d'aquesta i ens assegurem que tots els cargols estiguin fixats correctament i que el pistó tingui mobilitat.

A més a més, s'ha d'anar re calibrant cada cert període de temps. Hi ha varis tipus de calibratges.

### **2.6.1. Calibratge del suport**

Aquest calibratge s'ha de fer cada vegada que canviem el suport i porta tres passos intrínsecs:

- *Calibratge de la massa del suport:* per saber quina massa té el suport i compensar-la a l'hora de fer l'assaig.
- *Calibratge del zero del suport:* permet al instrument saber on es troba l'origen i a partir d'aquest "zero" calcular la llargada de la mostra, pel suport de tensió o el gruix pel suport de compressió i penetració.
- *Calibratge de conformitat:* es fa servir per mesurar la flexibilitat del suport i calibrar-la.

També el farem si veiem que el suport mòbil no queda flotant lliurement o si creiem que la mesura de la longitud és incorrecte.

### **2.6.2. Calibratge de la posició**

L'hauem de fer a cada posta en marxa del DMA. Calibra la posició mínima a la que pot arribar (zero del suport) i la màxima. En altres termes, calibra la posició absoluta.

### **2.6.3. Calibratge d'instruments**

Aquest calibratge està compost pels calibratges d'electrònica, de força i dinàmic. L'hauem de fer si veiem anomalies en els resultats esperats o un cop per mes.

- *Calibratge d'electrònica:* calibra el guany i l'"offset" que pot tenir el conjunt de l'electrònica del DMA.
- *Calibratge de força:* ajusta la força exercida pel suport a la mostra i la que registra l'instrument mentre fem el calibratge.
- *Calibratge dinàmic:* serveix per caracteritzar les prestacions del instruments mesurant varies mostres amb propietats mecàniques conegudes.

### **2.6.4. Calibratge de temperatura**

Aquesta s'ha de fer de forma manual, posant en marxa un assaig de conegut resultat i assignant a un punt conegut, fins a un màxim de 5 punts, la temperatura que ha registrat l'aparell en aquell punt i la que realment és. Aquest punt pot ser la  $T_g$  o la temperatura d'una cristal·lització, per exemple.

Cada vegada que fem aquest calibratge, també haurem de fer la calibratge del suport i de la posició.

## 2.7. Consells pràctics

Per guanyar temps, mentre ens esperem que el DMA agafi la temperatura de treball, aprofitarem per mesurar la mostra i prepararem el software introduint-hi les dimensions de la mostra, el fitxer on volem que guardi les dades i els paràmetres per l'assaig.

Pot ser que al cap de poc temps d'iniciar un assaig ens aparegui un missatge al software i a la pantalla tàctil que digui *slide reached*. Si la mostra no s'ha trencat, segurament és perquè no s'ha fet un calibratge correcte de posició al posar en marxa el DMA. Sigui com sigui, haurem de calibrar la posició.

Per comprovar-ho ràpidament, pel suport de tensió, posant el suport mòbil en el seu punt superior (suport mòbil i fix en contacte físic) ens hauria d'aparèixer en el software que la posició és igual a 0 mm i posant-lo en el seu punt inferior de 25 mm, aproximadament.

També podria ser que la *Preload Force* (s'explica en l'apartat 3.1) que hem posat sigui massa petita i la mostra no quedi completament tensada.

Un altre problema que ens podem trobar és que quan vulguem analitzar els resultats d'un assaig ens trobem que aquests són completament erronis. En aquest cas, segurament la mostra no estava centrada en el suport, no estava completament vertical, estava danyada o tenia algun plec, arruga o fissura. Abans de començar un experiment, sempre que veiem alguna anomalia en la mostra o no ens agrada com ha quedat fixada en el suport, és millor treure-la i posar-ne una de nova, prèviament però, introduïrem les noves dimensions al programa.

Si no ha estat això, comprovarem que es troba dins els límits del factor de geometria pel suport utilitzat i si no és així modificarem les dimensions de la mostra o mirarem si amb un altre suport podem fer el mateix tipus d'assaig.



## CAPÍTOL 3. ASSAJOS ESTÀTICS

### 3.1. Forces del DMA

Abans de tot, és convenient entendre les diferents forces en les que treballa l'aparell. Les dues primeres les podem introduir en el software per realitzar l'assaig i la tercera la calcula el propi DMA.

#### 3.1.1. Preload force

Aquesta força ens la demana en qualsevol assaig. Ha de ser petita (dècimes o centèsimes de Newton, segons el material que es tracti) i la seva funció serveix bàsicament per determinar la rigidesa del material i per assegurar-nos que el material està mínimament tensat abans de començar l'experiment i no sofreix cap plec o arruga.

En assajos com el de dilatometria per exemple, aquesta força és la que aplica l'aparell durant tot l'assaig. En assajos dinàmics, aquesta força ens permet que durant una oscil·lació completa la mostra sempre estigui tensada per poc que sigui, fins i tot a la part negativa de la oscil·lació, i no es pugui doblegar mai amb el conseqüent error que això ens provocaria a l'hora de fer les mesures.

#### 3.1.2. Force track

S'utilitza en assajos dinàmics. La podem activa o desactivar. Si la desactivem, sempre ens aplicarà la mateixa força per tensar mínimament la mostra (*preload force*). L'inconvenient ens apareix quan la mostra està sotmesa a una rampa de temperatura; si sempre apliquem la mateixa *preload force* estarem afectant a l'assaig de forma involuntària ja que la mostra s'estovarà a altes temperatures i la *preload force* potser serà massa alta. La manera de solucionar aquest problema serà activant la *force track*.

Per tant, activarem aquesta força per tal de que el DMA adapti la força estàtica mínima (*preload force*) que necessita a cada oscil·lació per tal de mantenir la mostra tensada durant tota l'oscil·lació i no ens pugui donar cap error i també adapti aquesta força a les noves propietats mecàniques que tindrà el material a mesura que s'estova i d'aquesta manera no ens afecti a l'assaig.

És el quocient entre la força estàtica i la dinàmica (apartat 3.1.3). Està definida com un percentatge de la força mínima que necessitem. Ha de ser superior al 100%.

La fórmula que utilitza el DMA per calcular-la és la següent:

$$\text{Static force} = \text{Force track} \times \text{Rigidesa mostra} \times \text{Amplitud d'oscil·lació} \quad (3.1)$$

### 3.1.3. Drive force

Es fa servir en assajos dinàmics. És la força necessària que necessita el DMA per mantenir l'amplitud d'oscil·lació programada a la freqüència programada

Llavors, quan la temperatura augmenta, la mostra s'estova i per tant, la força necessària per fer una oscil·lació serà més petita i viceversa.

## 3.2. Dilatometries

Una dilatomètria consisteix en aplicar una rampa de temperatura constant a un material fins arribar a una temperatura final i veure com es dilata durant el procés.

Al llarg d'aquesta rampa, el nostre vidre s'expandirà fins que arribem a una temperatura on el material tindrà suficient energia perquè la seva estructura interna es pugui reorganitzar de la millor manera possible i deixi de tenir una estructura amorfa i passi a una cristal·lina. Aquest canvi el notarem perquè el seu volum lliure disminuirà de forma considerable i veurem com el material deixa d'expandir-se i es contrau.

Per tant, en aquest tipus d'assaig també podem veure on es troba la T<sub>g</sub>, les cristal·litzacions i les relaxacions de tensions internes del material.

Ens vam adonar que la dilatació dels suports que subjecten la mostra no estava calibrada i per tant, totes les dades que obteníem eren errònies. En materials amb coeficients d'expansió tèrmica molt grans, com ara plàstics, la contribució del suport no es notaria tant però en el nostre cas sí. Havíem de calibrar-ho d'alguna manera.

La solució va ser fer dilatomètries de materials que coneixem i el seu coeficient d'expansió tèrmica és constant, o gairebé constant, al llarg d'un interval ampli de temperatures. Els materials que vam emprar van ser Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cu i Pd.

Coneixent el comportament tèrmic d'aquests materials i els resultats obtinguts en el DMA vam trobar un factor de correcció aproximat que havíem d'aplicar per calibrar l'aportació de la dilatació dels suports en els resultats. Aquest factor està calculat ajustant la part inicial de l'augment de longitud a un comportament lineal amb el coeficient d'expansió tèrmic que li correspon. La fórmula que utilitzem per saber la longitud de la mostra en cada moment és:

$$L(T) = L_{DMA}(T) - C_{DMA}(T - T_0) \quad (3.2)$$

On  $L_{DMA}$  és la longitud que ens mostra el DMA, és a dir, involucra la expansió de la mostra i del suport; i  $C_{DMA}$  el factor de correcció que apliquem per restar-li la contribució del suport.

Tot i que els resultats no són exactes, sí que són bastant aproximats i ens poden donar una molt bona idea sobre el comportament del material, el DMA no està pensat per fer dilatometries i el millor aparell per fer-les seria el dilatòmetre.

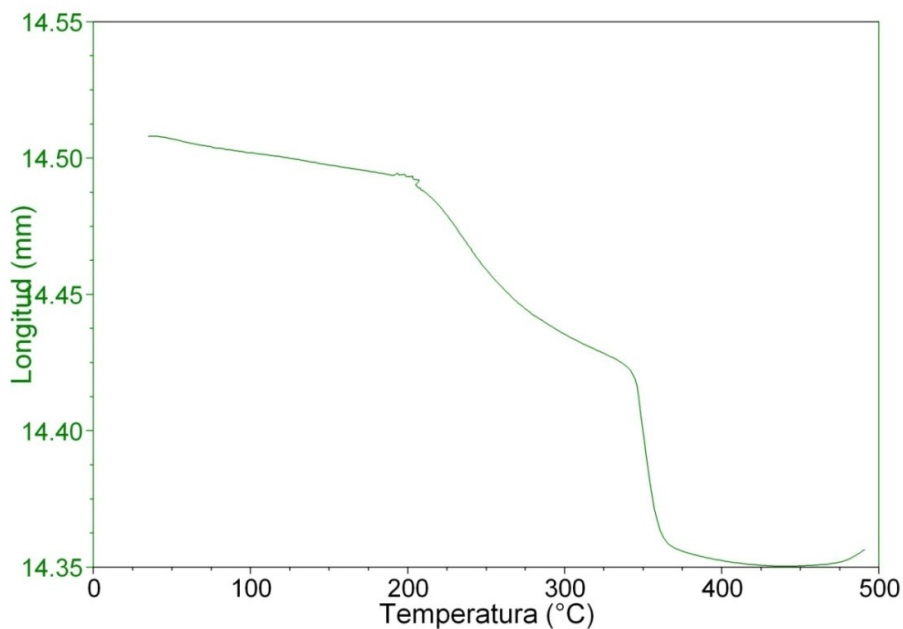
### 3.2.1. Mostra $Al_{90}Fe_5Nd_5$

**Taula. 3.1** Mostra  $Al_{90}Fe_5Nd_5$

<b>Paràmetres assaig mostra <math>Al_{90}Fe_5Nd_5</math></b>	
Llargada inicial	14,6106 mm
Amplada inicial	1,30 mm
Gruix inicial	0,024 mm
GF	468,2885
Preload force	0,01 N
Temperatura inicial	35°C
Rampa de temperatura	5°C/min
Temperatura final	480°C

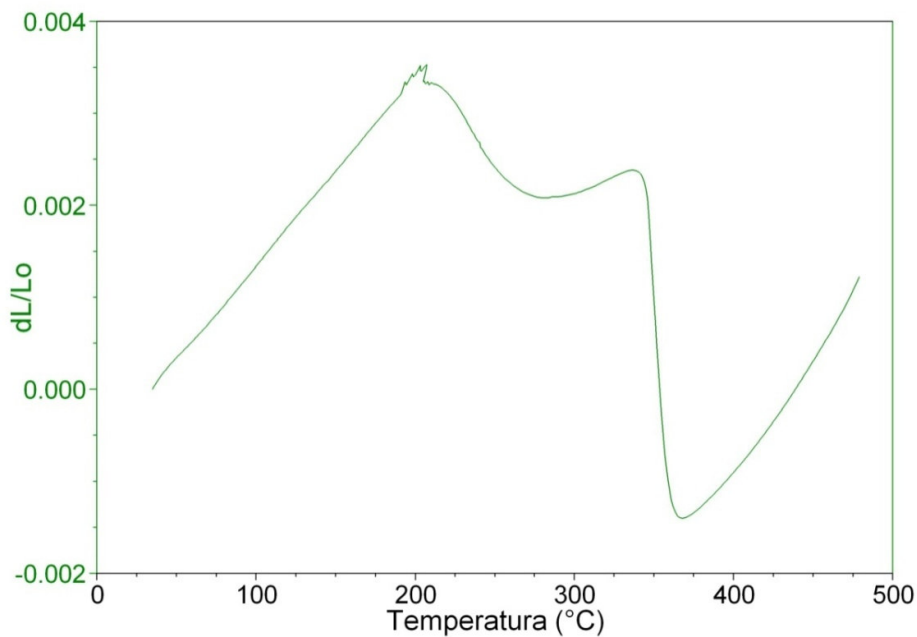
La *preload force* ha de ser molt petita perquè la intenció és afectar el mínim possible la longitud de la mostra per causa de la deformació sota l'acció de la força.

Abans d'aplicar el calibratge als resultats que ens proporciona el DMA tenim una gràfica com la següent:



**Fig. 3.1** Dilatometria d'una mostra  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$  sense aplicar-li el calibratge

Segons les dades, veiem que la mostra sempre es contrau. En la realitat no és així sinó que la mostra en un principi es dilata fins que arriba a la cristallització on efectivament, en aquell punt es contrau fins que s'acaba la cristallització i, finalment, torna a dilatar-se fins que es trenca. Sense aplicar la correcció de contribució dels suports no podem veure tots aquests canvis d'estat ja que la dilatació dels suports es massa gran en relació a la pròpia de la cinta. Un cop apliquem la correcció amb un  $C_{\text{DMA}}$  de  $-0,00039 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  obtenim la gràfica següent:



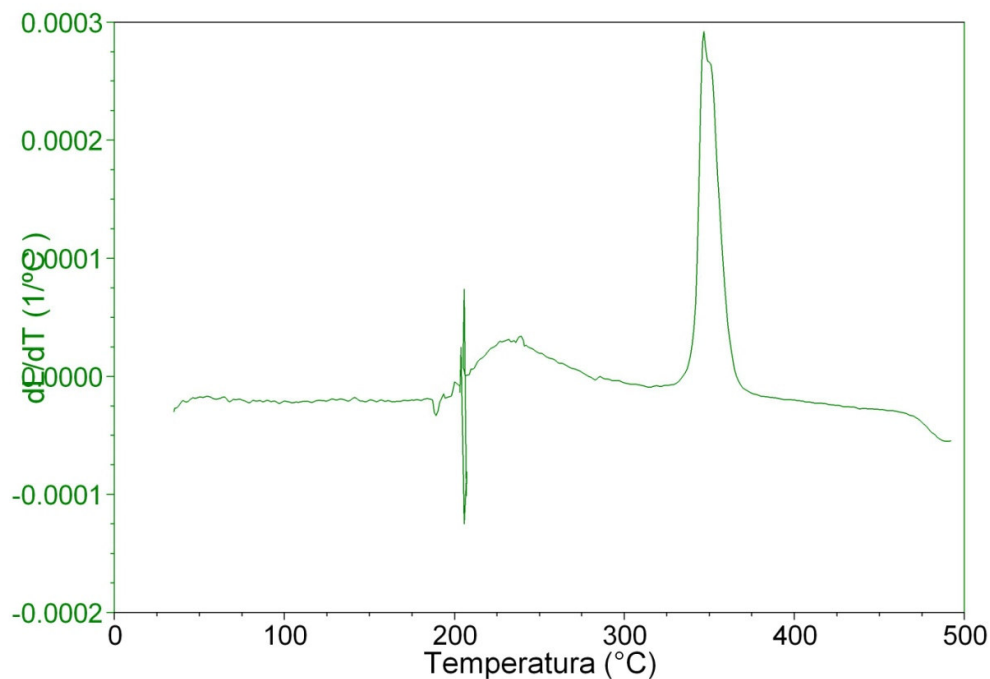


**Fig. 3.2** Dilatometria d'una mostra  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$  un cop aplicat el calibratge corresponent

Podem veure com en un principi la mostra s'expandeix fins arribar als  $182,5^\circ\text{C}$  on a partir d'allà es comença a contraure fins als  $265^\circ\text{C}$  aproximadament. En aquest interval podríem dir que tenim una primera cristal·lització del material; després es torna a expandir linealment i als  $341^\circ\text{C}$  veiem el principi de una segona cristal·lització, aquesta ja ben marcada, i finalment quan s'acaba la cristal·lització el material es torna a expandir fins que arribaríem al punt de fusió.

Un cop cristal·litzada, la mostra es torna molt fràgil.

Si derivem la corba anterior respecte la temperatura obtenim el coeficient d'expansió lineal a cada temperatura.



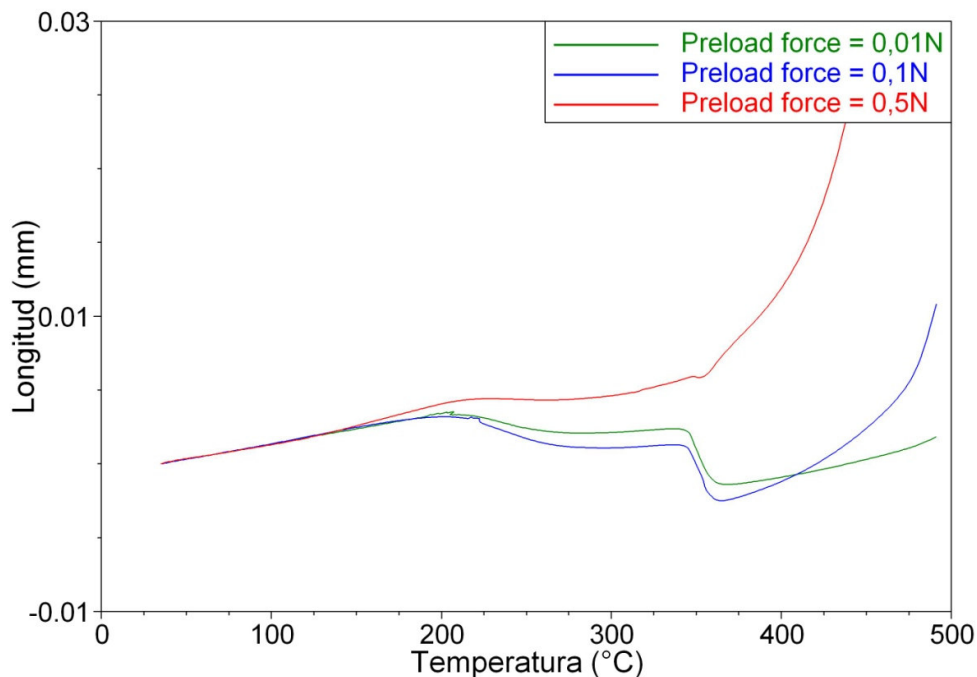
**Fig. 3.3** Derivada de la corba anterior respecte la temperatura. Representa la variació de volum específic en funció de la temperatura

Quan hi ha contraccions degut a la cristal·lització o relaxació estructural es veuen unes baixades en aquest coeficient. Aquests pics són equivalents als pics que s'observen en DSC però en comptes d'estar relacionats amb canvis d'energia interna, estan relacionats amb canvis de volum específic. La tècnica de DSC està explicada en l'apartat 4.1.3 i es pot comparar aquesta gràfica amb

la obtinguda per DSC en el mateix apartat (figura 4.4). Les oscil·lacions brusques que es pot apreciar al voltant dels 200°C és degut a soroll del propi DMA.

Vam escollir una *preload force* de 0,01N perquè d'aquesta manera la força afectava el mínim possible a la dilatació de la mostra. Si en posàvem una de més gran, veiem com a altes temperatures la deformació de la mostra era deguda a la *preload force* i no a la dilatació tèrmica, i els resultats finals de la dilatomètria es veien afectats per aquesta força impedit veure els petits canvis estructurals interns de la mostra deguts a l'augment de la temperatura. Fent referència a la figura 3.4, aplicant una força de 0,5N que equival a una tensió de 16 MPa segons les dimensions de la mostra, veiem que la mostra pateix una deformació irreversible deguda a aquesta força a partir dels 190°C, aproximadament; amb 0,1N (3,2 MPa) aquesta deformació produïda per la força la veiem a partir dels 380°C i amb una força aplicada de 0,01N (320,5 KPa) no s'aprecia deformació, potser només al final de l'assaig on sembla que comenci a estirar-se.

Per això, com més petita sigui la *preload force* (sempre i quan la mostra quedi mínimament tensada) més precisió tindrem en l'assaig.



**Fig. 3.4** Dilatometries de tres mostres diferents de Al<sub>90</sub>Fe<sub>5</sub>Nd<sub>5</sub> a diferents *preload force* cadascuna d'elles

### 3.2.2. Mostra Fe<sub>89</sub>Zr<sub>7</sub>B<sub>4</sub>

Taula. 3.2 Mostra Fe<sub>89</sub>Zr<sub>7</sub>B<sub>4</sub>

Paràmetres assaig mostra Fe <sub>89</sub> Zr <sub>7</sub> B <sub>4</sub>	
Llargada inicial	14,5078 mm
Amplada inicial	0,89 mm
Gruix inicial	0,026 mm
GF	626,9576
Preload force	0,01 N
Temperatura inicial	35°C
Rampa de temperatura	5°C/min
Temperatura final	580°C

En aquest cas, els resultats que obtenim del DMA sense aplicar la correcció són els següents:

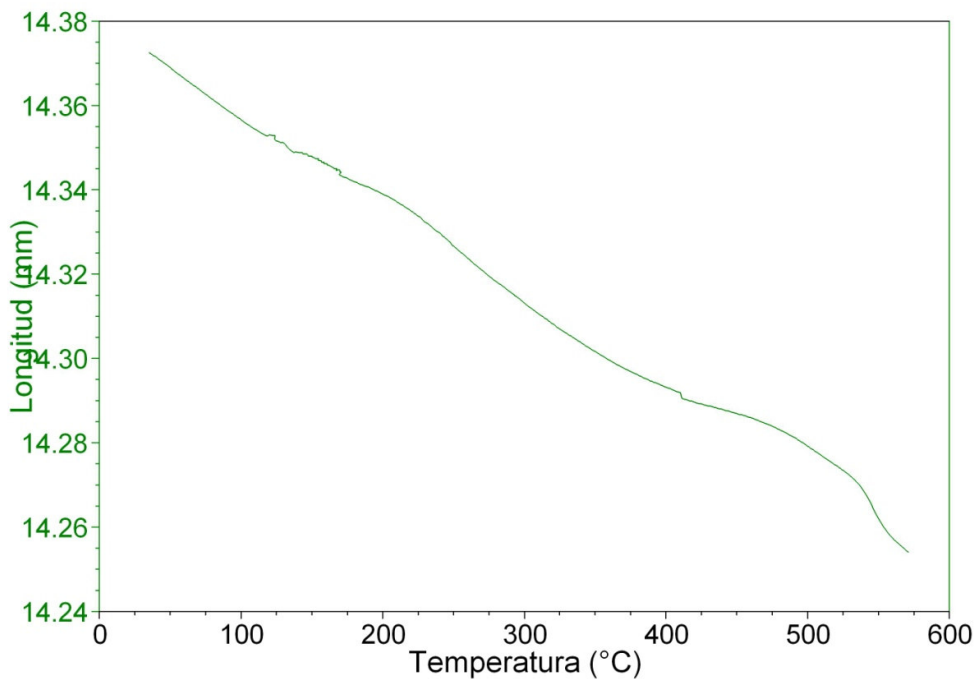
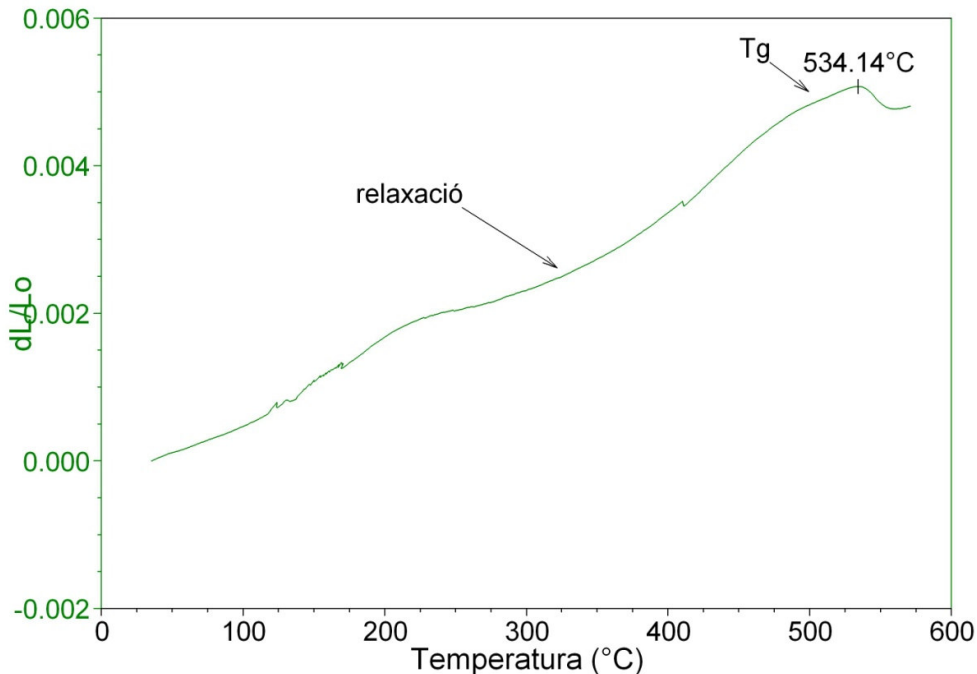


Fig. 3.5 Dilatometria d'una mostra Fe<sub>89</sub>Zr<sub>7</sub>B<sub>4</sub> sense aplicar-li el calibratge

De la mateixa manera que en la mostra anterior, al tenir un coeficient d'expansió tèrmica tan baix en comparació amb el dels suports, la longitud total de la mostra és cada vegada més petita, cosa que significa que ja des d'un primer moment la mostra es contrau.

Un cop aplicada la correcció amb un  $C_{DMA}$  de  $-0,00029\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ :



**Fig. 3.6** Dilatometria d'una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  un cop aplicat el calibratge corresponent

Veiem com el material dilata més o menys a un coeficient d'expansió lineal constant excepte entre els 220<sup>a</sup>C i els 390<sup>a</sup>C. En aquesta zona creiem que hi ha una relaxació de l'estructura interna del material. La cristallització comença als 517,63<sup>a</sup>C amb un pic màxim als 534<sup>a</sup>C.

La transició vítria es podria trobar just abans de la cristallització on s'hi pot observar un petit canvi de pendent tot i que no s'està completament segur que es trobi allà.

Un cop cristallitza, la mostra és extremadament fràgil i amb una petita perturbació es trenca, fins a tal punt que simplement bufant-la mentre està subjectada al suport s'ha arribat a trencar.

Per acabar, cal dir que els resultats obtinguts en les dilatometries es van comparar amb mesures de la distància entre àtoms en funció de la temperatura fetes per sincrotró. Això, ha donat lloc a un article que es publicarà properament – veure[2] –.

## CAPÍTOL 4. ASSAJOS DINÀMICS

### 4.1. Mostra $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$

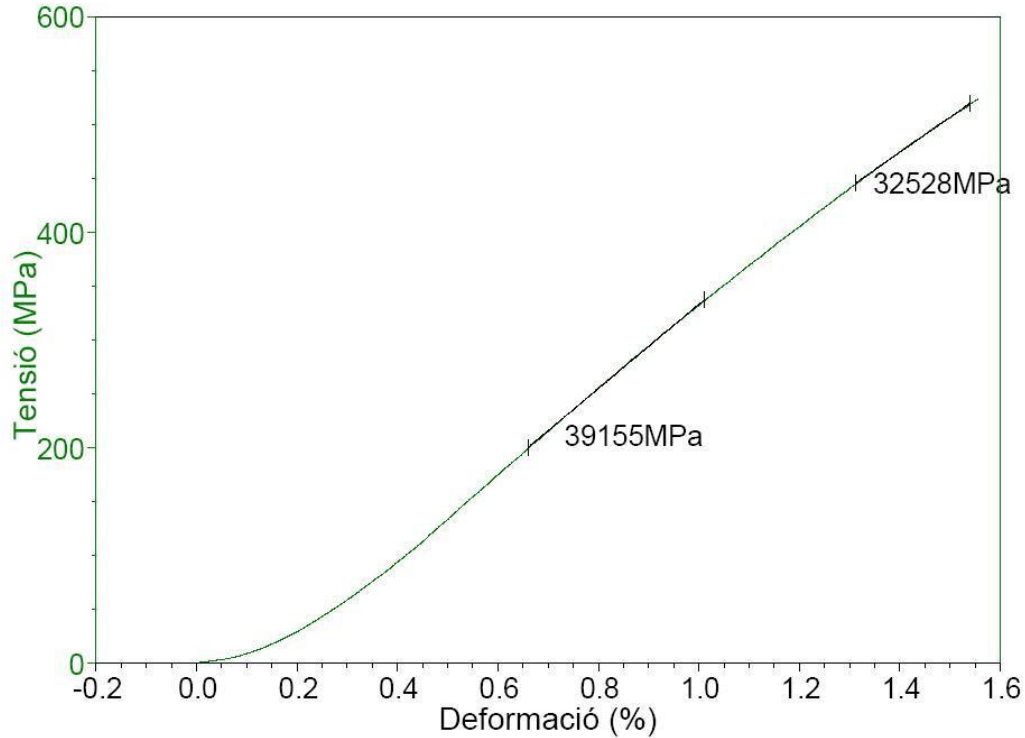
#### 4.1.1. Assaig tensió-deformació

Aquest tipus d'assaig ens permet veure la corba tensió-deformació en un rang de forces predeterminat. És un assaig estàtic. L'aparell aplica una força inicial a la mostra, la va augmentant segons una rampa de forces fins a arribar a la força final i en mesura la deformació que pateix la mostra. La temperatura es manté constant. Tots aquest paràmetres són introduïts per l'usuari

Primer volíem veure la corba tensió-deformació per aquesta mostra en el rang de forces que ens permet el DMA. Això ens permetrà triar adequadament els paràmetres per l'assaig dinàmic.

**Taula. 4.1** Mostra  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$

<b>Paràmetres assaig mostra <math>\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5</math></b>	
Llargada inicial	15,5595 mm
Amplada inicial	1,42 mm
Gruix inicial	0,024 mm
GF	456,5581
Preload force	0,1 N
Temperatura	35°C
Rampa de força	3 N/min
Límit força superior	18 N



**Fig. 4.1** Corba tensió-deformació per una mostra  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$

#### 4.1.2. Assaig Multifrequency Controlled Strain

Gràcies a aquest assaig podem veure la resposta que té la mostra a una o varies freqüències sobre una temperatura fixa o durant una rampa de temperatures. Podrem veure on es troba aproximadament la transició vítria ( $T_g$ ), la viscositat del líquid, on es produeixen les cristal·litzacions, relaxacions secundàries, etc.

Podem fer aquest assaig fixant sempre una tensió dinàmica constant o bé fixant l'amplitud de la deformació. Vam creure convenient que seria millor fixar la deformació. Quan ens acostem a la  $T_g$  si fixem la tensió pot ser que sigui massa elevada i també hem de tenir en compte que el material es dilata i que la força aplicada per unitat de superfície pot ser massa gran o massa petita. Fixant la deformació, el DMA adapta la força a la deformació que volem i té en compte el canvi de forma de la mostra al augmentar la temperatura.

Aquestes propietats les veiem a través del mòdul elàstic i del mòdul viscos. Teòricament, quan augmentem la temperatura d'un vidre, els àtoms tenen cada vegada més energia, per tant es poden començar a moure i a col·locar en les posicions que els són més còmodes. Per tant, primer veuríem com el mòdul elàstic es manté constant o disminueix lleugerament, mentre que el mòdul viscos augmenta poc a poc fins que arribem a la temperatura de transició vítria en la qual el material es comporta com un líquid, arribats a aquell punt, el mòdul viscos augmenta de forma considerable mentre que l'elàstic baixa. Si

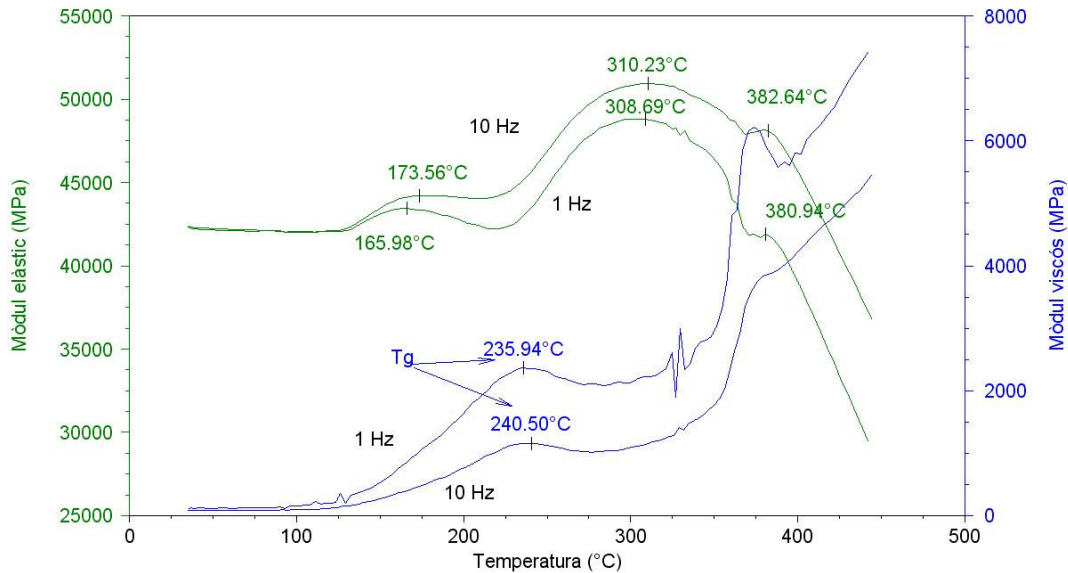
seguim escalfant, el que passarà és que el material cristal·litzarà a una temperatura determinada i, en aquell moment, el material deixarà de comportar-se com un líquid molt viscos i passarà a comportar-se com un sòlid cristal·lí, per tant, el seu mòdul elàstic augmentarà molt i la viscositat tornarà a ser molt petita.

Si continuem aportant energia tèrmica al material, el que passarà és que al final el material es fondrà a la temperatura de fusió i veurem com, igual que en la  $T_g$ , la viscositat començarà a augmentar i el mòdul elàstic o rigidesa disminuirà fins que el material fongui. En aquest cas però, la viscositat del material fos seria massa baixa per resistir un assaig de tensió.

**Taula. 4.2** Mostra  $Al_{90}Fe_5Nd_5$

<b>Paràmetres assaig mostra <math>Al_{90}Fe_5Nd_5</math></b>	
Llargada inicial	12,8785 mm
Amplada inicial	1,2 mm
Gruix inicial	0,025 mm
GF	429,2833
Preload force	1,5 N
Force Track	125%
Deformació	0,05%
Temperatura inicial	35°C
Temperatura final	500°C
Rampa de temperatura	10°C/min

Els valors de la *Preload* force i de la deformació de la mostra a cada oscil·lació no són aleatoris. Fixant aquesta força ens trobem en un punt de la corba tensió-deformació on ens assegurem que estem dintre la regió elàstica i que la força necessària per fer oscil·lacions del +/-0,05% de la llargada de la mostra provocarà unes tensions internes a la mostra que estaran dintre de la regió elàstica.



**Fig. 4.2** Corba assaig multifrequency controlled strain per una mostra  $Al_{90}Fe_5Nd_5$

En aquesta mostra es veu com tenim una primera cristal·lització que comença als 145°C amb un pic màxim al voltant dels 170°C, que provoca un augment del mòdul elàstic. Aquesta cristal·lització correspon a la precipitació de fase fcc del Al – veure[3] – i no cristal·litza tot el material, al final d'aquest procés, el material està format per partícules cristal·lines dins d'una matriu de vidre metàl·lic. Seguidament tenim la transició vítria del material amb un augment notable de la viscositat del material. A continuació tenim una segona cristal·lització; aquí la majoria del material és cristal·lí. A més altes temperatures augmenta la viscositat un altre cop i baixa el mòdul elàstic.

Es pot apreciar que encara tenim una tercera cristal·lització molt petita d'alguns nuclis amorfs restants al voltant dels 380°C.

### 4.1.3. Comparació amb DSC

#### 4.1.3.1 Definició

El DSC (Differential Scanning Calorimetry) és una tècnica que ens permet mesurar la capacitat calorífica d'un material. Bàsicament, l'aparell aporta calor al material i en mesura la temperatura.

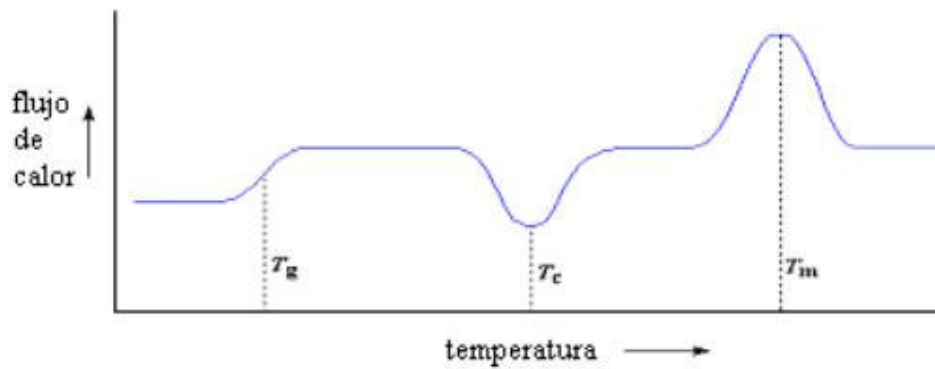
Així, si no varia la capacitat calorífica d'un material en un rang de temperatures, la quantitat de calor que hem d'aportar per augmentar 1°C la temperatura del material sempre serà la mateixa.



En canvi, en els vidres quan arribem a la  $T_g$ , tenim un canvi en les propietats del material i veurem com la capacitat calorífica del material augmentarà i per tant, li haurem de proporcionar més energia per augmentar-ne la seva temperatura. En el procés de cristal·lització passa tot el contrari. El material ens cedirà calor, i per això, la quantitat de calor que li haurem de proporcionar serà menor.

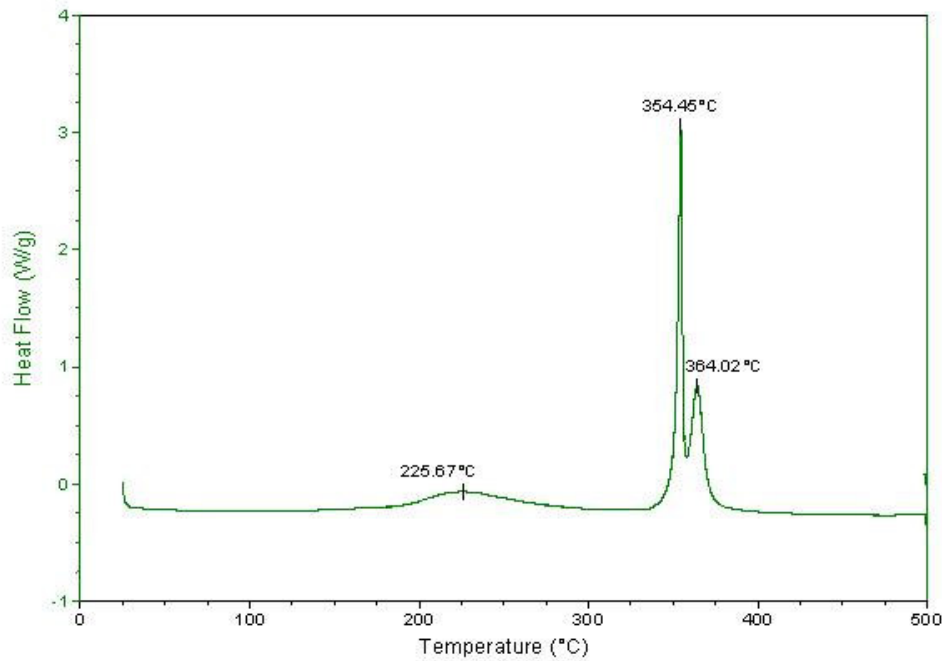
Mesurant doncs el flux de calor necessari per augmentar la temperatura del material a un ritme constant, podem veure la  $T_g$  i les cristal·litzacions d'un material.

Un exemple d'un resultat DSC seria el següent on  $T_g$  és la temperatura de transició vítria,  $T_c$  la temperatura de cristal·lització i  $T_f$  la de fusió del material.



**Fig. 4.3** Corba d'un assaig DSC estàndard

#### 4.1.3.2 Comparació de resultats amb DSC



**Fig. 4.4** Corba DSC per una mostra Al<sub>90</sub>Fe<sub>5</sub>Nd<sub>5</sub>

Primer de tot hem de comentar que aquest DSC es va fer amb una rampa de temperatura de 20°C/min i nosaltres vam fer tots els assajos amb una rampa de 10°C/min i les dilatometries a 5°C/min. Com més gran és la velocitat d'escalfament menys és el temps que el material roman a cada temperatura, com que els processos que pateix el material requereixen un cert temps segons la seva cinètica, a més velocitat d'escalfament aquests processos passaran a més alta temperatura. Per tant, nosaltres hauríem de veure els mateixos canvis que sofreix el material però a temperatures una mica més baixes que les del DSC.

En el DSC s'hi poden apreciar dues cristal·litzacions ben marcades, una comença als 347°C amb un pic als 354°C i l'altre comença als 359°C amb màxim als 364°C i després podríem dir que tenim una cristal·lització primària a 184°C amb màxim als 225°C. La T<sub>g</sub> no s'aprecia ja que no es veu cap canvi de pendent negatiu abans d'aquesta primera cristal·lització i per tan creiem que es troba just després d'aquesta.

En el DMA com hem vist també veiem una primera cristal·lització als 145°C, màxim als 170°C, i la T<sub>g</sub> que es troba als 235°C. Després veiem una segona cristal·lització que comença als 240°C on cristal·litza la resta del material, podríem dir que engloba les dues cristal·litzacions més grans que veiem en el DSC en què els seus pics es troben a 354°C i 364°C, en aquesta segona

cristal·lització precipiten fases intermetàl·liques formades per  $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$  i  $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Nd}$  – veure[3] –. En el DMA veiem el màxim als  $310^\circ\text{C}$ .

En el DMA encara hi veiem una petita cristal·lització secundària que comença als  $370^\circ\text{C}$  i el seu pic màxim es troba a  $382^\circ\text{C}$  segurament d'alguns petits nuclis amorfs restants en el material. En el DSC això no es veu perquè la sensibilitat d'un DSC és inferior al DMA i petits canvis com aquests o petites relaxacions del material no es veuen.

En dilatomètria veiem només dues cristal·litzacions, la primera comença als  $182^\circ\text{C}$  i la segona als  $341^\circ\text{C}$ .

Finalment, si seguim augmentant la temperatura, el material acaba fonent-se.

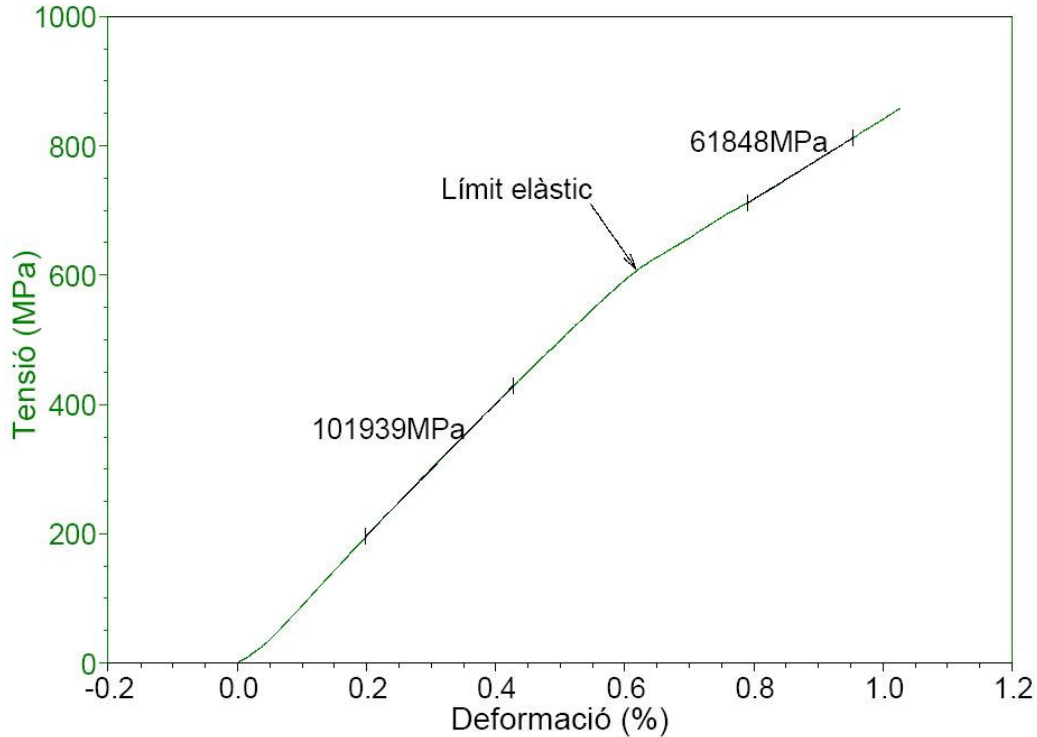
## 4.2. Mostra $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

### 4.2.1. Assajos tensió-deformació

En un primer assaig vam voler veure la corba tensió-deformació per aquest tipus de mostra en el rang de forces que ens permet el DMA.

**Taula. 4.3** Mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

<b>Paràmetres assaig 1 mostra <math>\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4</math></b>	
Llargada inicial	14,0669 mm
Amplada inicial	0,81 mm
Gruix inicial	0,025 mm
GF	694,6609
Preload force	0,5 N
Temperatura	$35^\circ\text{C}$
Rampa de força	3 N/min
Límit força superior	18 N



**Fig. 4.5** Corba tensió-deformació per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

Com es pot apreciar, veiem un punt on la pendent de la corba canvia, aquell punt podríem dir que és el límit elàstic de la mostra.

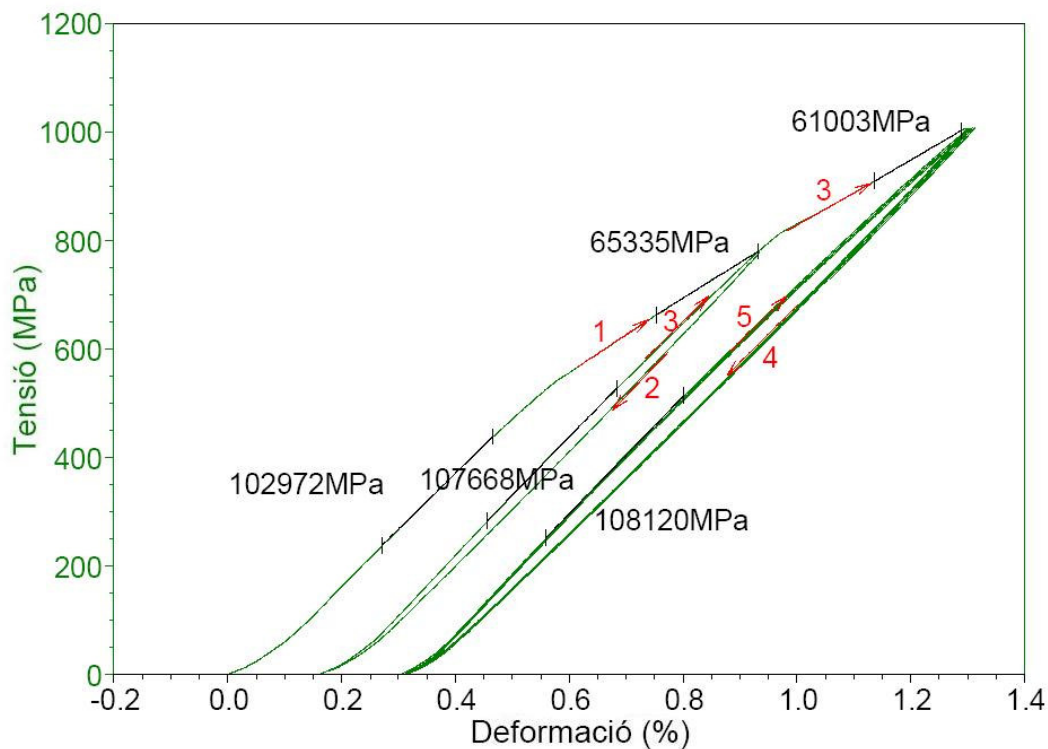
En aquesta corba només veiem una part de la corba tensió-deformació ja que el DMA no ens permet aplicar forces superiors als 18 N. Hauríem de crear mostres amb una àrea de la secció molt més petita per tal de que les tensions sofertes degudes a la força aplicada per unitat de superfície fossin molt més elevades i així podríem veure tota la corba fins al punt on la mostra es trenqués.

A continuació, vam fer un altre assaig per veure la deformació plàstica que patia la mostra i el seu comportament.

**Taula. 4.4** Paràmetres d'un assaig de tensió-deformació per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  en el que es busca passar el límit elàstic de la mostra per veure'n la deformació plàstica

<b>Paràmetres assaig 2 mostra <math>\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4</math></b>	
Llargada inicial	11,4765 mm
Amplada inicial	0,88 mm
Gruix inicial	0,020 mm
GF	652,0739
Preload force	0,25 N

Temperatura	30°C
Límit força part 1	14 N
Rampa de força part 1	3 N/min
Límit força part 2	0,25 N
Rampa de força part 2	-3 N/min
Límit força part 3	18
Rampa de força part 3	3 N/min
Límit força part 4	0,25 N
Rampa de força part 4	-3 N/min
Límit força part 5	0,18 N
Rampa de força part 5	3 N/min
Repetir part 4 i 5	4 vegades



**Fig. 4.6** Corba tensió-deformació per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  sobrepasant el límit elàstic per veure'n la deformació plàstica

En la part 1 de la figura 4.6, veiem que quan deixem d'aplicar tensió tenim una deformació del 0,9% i d'aquesta en recupera el 0,65% i el 0,15% restant veiem que és deformació plàstica. A més a més, aquell punt on havíem dit que teníem el límit elàstic del material veiem que no ho és ben bé, ja que quan deixem d'aplicar-li una tensió i li apliquem una altra fins a arribar a una força més gran, observem que el punt on originàriament teníem el canvi de pendent ha canviat sent ara el nou punt allà on havíem aplicat la màxima tensió anterior.

També veiem que les pendents de pujada de la part 3 i 5 són molt similars a la 1 i que d'alguna manera, estem endurint el material ja que cada vegada que sobrepassem el "límit elàstic", aquest després es troba en unes tensions més altes. Si es tractés d'un material cristal·lí, aquest enduriment es podria explicar a través de la creació de dislocacions internes però al tractar-se d'una material amorf, aquesta teoria no ens serveix ja que per si sol, al tenir una estructura interna completament desordenada i aleatòria, el nombre de dislocacions és molt elevat, màxim podríem dir. Una teoria que podria explicar aquest enduriment del material és a través del volum lliure. Al deformar la mostra, potser el que s'aconsegueix és disminuir el volum lliure i així endurir el material.

Podem concloure que, efectivament, en un principi la mostra té molt volum lliure entre àtoms i que a mesura que l'estirem aquest volum lliure es redueix degut a una fluència del material obtinguda durant la deformació. El material resultant després d'aplicar aquest assaig és diferent l'original ja que hem disminuït el seu volum lliure, la seva densitat és més gran a la que tenia inicialment i el seu "límit elàstic" és més gran, per tant també l'hem endurit.

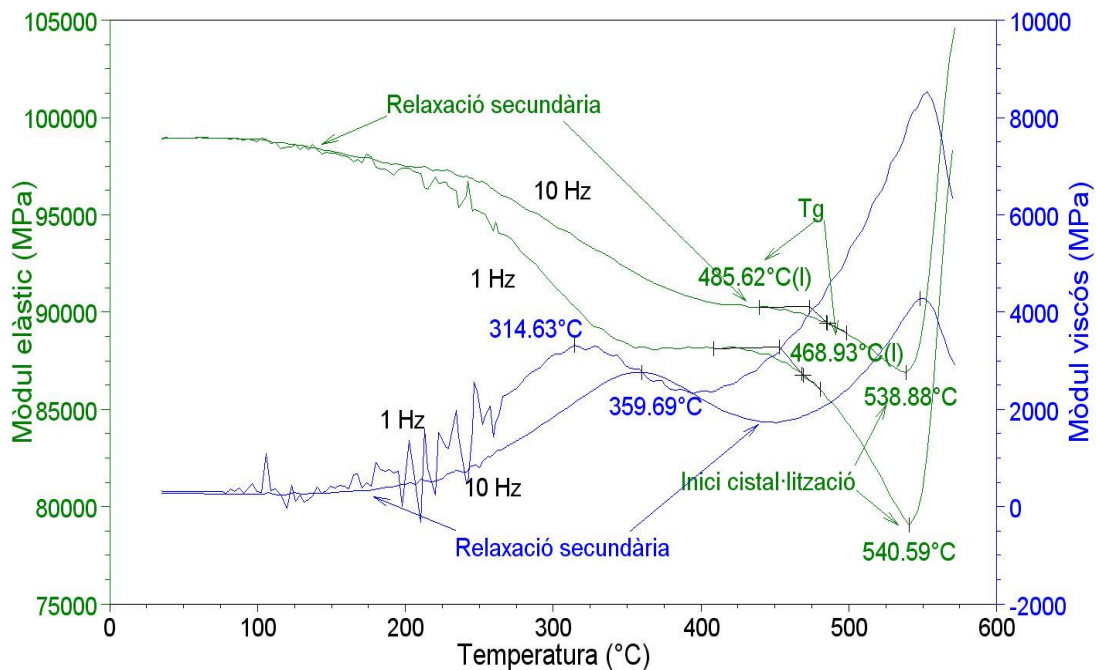
#### 4.2.2. Assaig Multifrequency Controlled Strain

Vam fer un assaig amb freqüències d'oscil·lació de 1 Hz i 10Hz.

**Taula. 4.5** Mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

<b>Paràmetres assaig mostra <math>\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4</math></b>	
Llargada inicial	14,0443 mm
Amplada inicial	0,85 mm
Gruix inicial	0,025 mm
GF	660,9082
Preload force	0,5 N
Force Track	125%
Deformació	0,05%
Temperatura inicial	35°C
Temperatura final	580°C
Rampa de temperatura	10°C/min

Per escollir els valors de *preload force* i de la deformació ens hem basat en la corba de tensió-deformació prèvia de la mateixa manera que ho vam fer en la mostra de  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$ . El valor de la *preload force* és suficientment gran per estar a la zona lineal elàstica de la corba tensió-deformació i alhora és el màxim de petita possible per minimitzar l'efecte de la deformació per fluència del material. Cal tenir en compte que activar aquesta deformació passarà a forces cada vegada més petites a mesura que la temperatura augmenti.



**Fig. 4.7** Corba assaig multifrequency controlled strain per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

La figura 4.7 presenta diferents comportaments a comentar. Primer de tot podem veure que tenim una baixada del mòdul elàstic i un pic en el mòdul viscosos que corresponen a una relaxació secundària. Aquesta relaxació també l'hem vist en dilatometria. Com veurem més endavant amb la comparació dels resultats obtinguts amb el DSC, aquesta relaxació no és detectable pel DSC en canvi pel DMA sí que ho és.

La temperatura a la que es veu aquesta relaxació depèn de la freqüència, això és signatura de la fase amorfa, mentre que la cristallització es veu a la mateixa temperatura per les dues freqüències. A part de la freqüència, també depèn de la rampa de temperatura que estem aplicant ja que com més baixa sigui la velocitat d'escalfament veurem els canvis estructurals i mecànics que sofreix el material a més baixa temperatura. Aquesta relaxació podria ser deguda a impureses que vagi agafar el Zr en el procés de creació o oxidació del Fe.

El que s'esperaria en una relaxació estructural seria un augment del mòdul elàstic. En el nostre cas passa el contrari, cosa que fa que encara s'entengui menys.

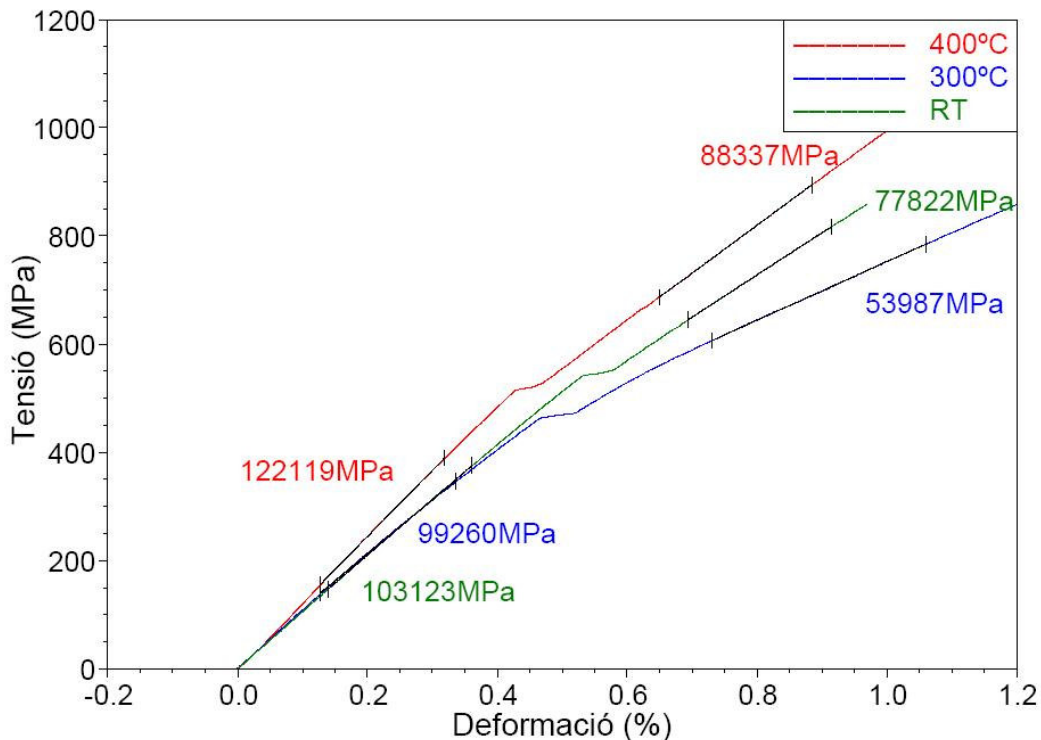
A més, hem de tenir en compte que sempre que en una mateixa mostra li apliquem més d'una freqüència en un mateix assaig, al principi la freqüència més baixa tindrà soroll tot i que després s'estabilitzi.

Per últim, comentar que la cristal·lització del material comença cap als 540°C i no podem veure'n el final ja que l'aparell només permet arribar fins als 600°C. La transició vítria començaria abans de la cristal·lització, on es veu la segona caiguda del mòdul elàstic

#### 4.2.3. Assajos complementaris

Arribats a aquest punt, vam fer altres experiments per intentar entendre què passava al interior del material durant tot el procés i intentar entendre perquè hi havia aquella relaxació abans de la T<sub>g</sub>.

Vam agafar una mostra nova i la vam escalfar a 400°C perquè és on es troba la suposada relaxació i després, a temperatura ambient, li vam aplicar un assaig de tensió-deformació; també ho vam fer amb una altre mostra escalfant-la a 300°C.



**Fig. 4.8** Corbes tensió-deformació per diferents mostres  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  tractades tèrmicament a diferents temperatures

Vam repetir els mateixos assajos amb un total de 3 mostres diferents i totes ens donaven el mateix resultat. El seu mòdul elàstic després d'escalfar-les a 400°C augmentava en uns 20 MPa aproximadament abans del canvi de pendent i 10MPa en la part plàstica respecte a una mostra sense fer-li cap tractament tèrmic previ.



Així que podem entendre, i és lògic, que a l'escalfar el material, els àtoms tenen suficient energia per moure's i ocupar aquells espais on els és més còmode estar provant, d'aquesta manera que, el volum lliure es redueix i com a conseqüència, augmenta la rigidesa del material. El que resulta més confós és que si només l'escalfem fins a 300°C, el mòdul elàstic és sempre inferior després del punt on hi ha el canvi de pendent de la corba. El punt on s'hi aprecia aquest canvi de pendent també era inferior al d'una mostra sense fer-li cap mena de tractament previ en totes les mostres estudiades.

Si es tractés d'un material cristal·lí, a l'escalfar-lo, reduiríem el nombre de dislocacions internes i per tant, l'estovaríem, en canvi en un material amorf per una banda li estem traient moltes tensions internes, això és el que deu passar a l'escalfar-lo només fins als 300°C. Per altre banda, si continuem escalfant-lo fins a 400°C, per exemple, el que deu passar és que com que ens estem acostant més a la temperatura de transició vítria la fluència és més gran i s'està reduint el volum lliure d'una forma considerable (augmenta la densitat) i augmenta la rigidesa del material.

El punt on tenim el canvi de pendent sempre és una mica inferior respecte a una mostra que no li hem fet cap tractament previ, l'estem endurent.

Posteriorment vam fer un assaig tensió-deformació:

**Taula. 4.6** Paràmetres d'un assaig tensió-deformació per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

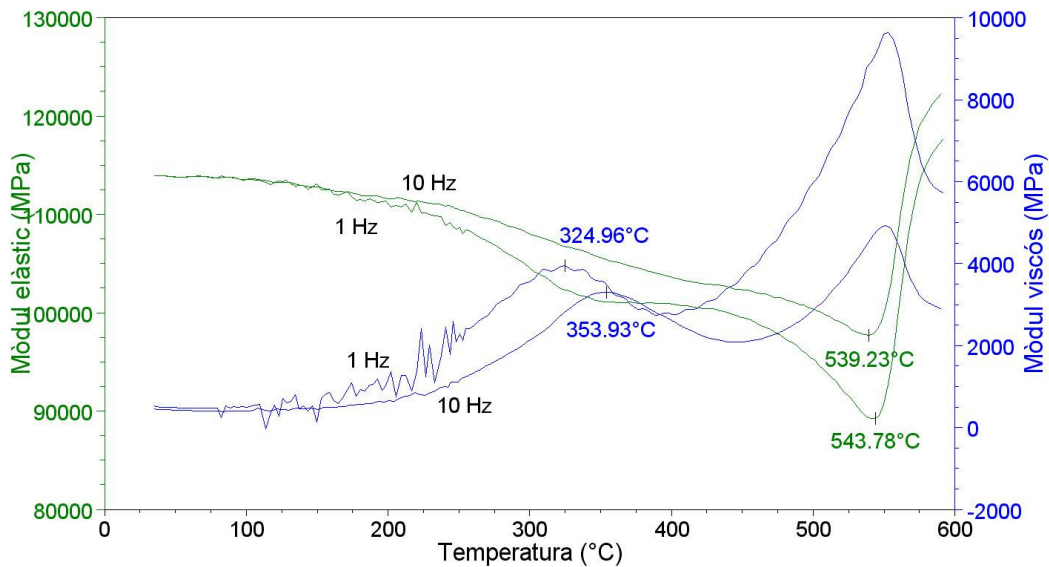
<b>Paràmetres assaig mostra <math>\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4</math></b>	
Llargada inicial	12,0995 mm
Amplada inicial	0,87 mm
Gruix inicial	0,022 mm
GF	632,1578
Preload force	0,3 N
Temperatura	35°C
Rampa de força	3 N/min
Límit força superior	18 N

I, després; vam fer un assaig *Multifrequency Controlled Strain* a la mateixa mostra:

**Taula. 4.7** Paràmetres d'un assaig dinàmic fixant la deformació per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$

<b>Paràmetres assaig mostra <math>\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4</math></b>	
Llargada inicial	12,1078 mm
Amplada inicial	0,87 mm
Gruix inicial	0,022 mm

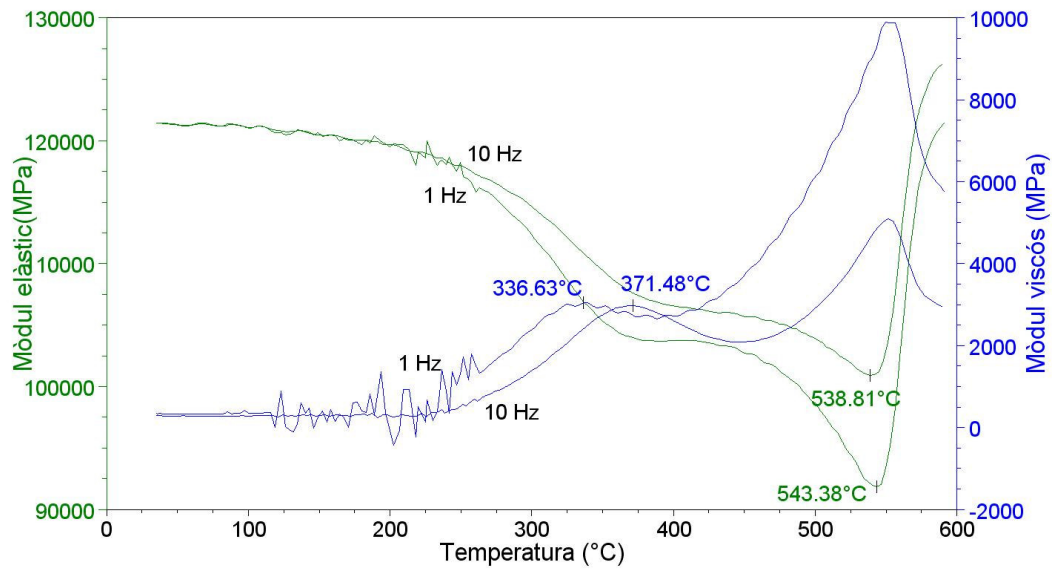
GF	632,5914
Preload force	0,5 N
Force Track	125%
Deformació	0,05%
Temperatura inicial	35°C
Temperatura final	600°C
Rampa de temperatura	10°C/min



**Fig. 4.9** Assaig multifrequency controlled strain per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  després d'haver-li aplicat un assaig tensió-deformació previ

Veiem que la relaxació continua apareixent però ja no surt amb una diferència en temperatura tan gran com abans segons la freqüència sinó que ara ens surt amb una diferència d'uns 20-30°C entre les dues freqüències.

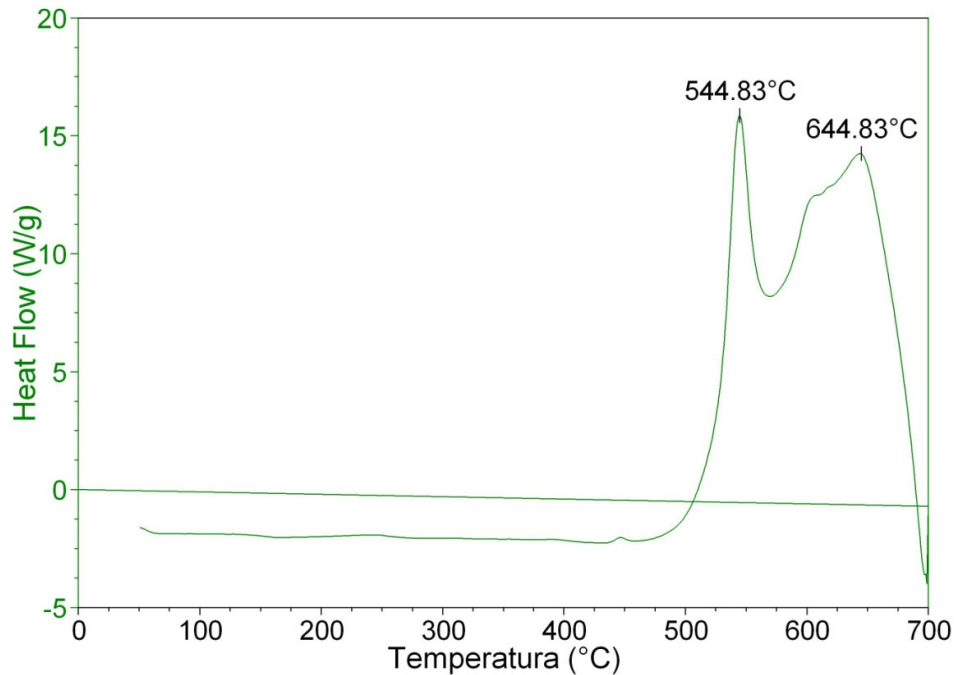
Per acabar vam escalfar diferents mostres a 400°C o 350°C o 300°C i mantenir aquesta temperatura durant 30 minuts per tal de veure si podíem si podíem relaxar-les completament abans de fer els assaigs. En cap dels casos ho vam aconseguir. A continuació es mostren les dades obtingudes en un assaig *Multifrequency Controlled Strain* després de mantenir la mostra durant 30 minuts a 300°C.



**Fig. 4.10** Assaig multifrequency controlled strain per una mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  després d'haver-li aplicat una temperatura constant de  $300^\circ\text{C}$  durant 30 minuts

El que vam aconseguir, com es pot apreciar, va ser endarreir aquesta relaxació (veiem que comença al voltant dels  $240^\circ\text{C}$  quan sense fer-li cap mena de tractament tèrmic començava als  $150^\circ\text{C}$ ) però que tot hi així continua sent-hi. En les mostres escalfades a  $300^\circ\text{C}$ ,  $350^\circ\text{C}$  o  $400^\circ\text{C}$  sense mantenir-les un cert temps a aquesta temperatura, el retard de la relaxació és molt més petit.

#### 4.2.4. Comparació amb DSC



**Fig. 4.11** Corba DSC per una mostra Fe<sub>89</sub>Zr<sub>7</sub>B<sub>4</sub>

Aquest DSC es va fer amb una rampa de 10°C/min, igual que els nostres assajos dinàmics.

Com es pot apreciar, entre els 220°C i els 390°C, on nosaltres hi veiem el que sembla una relaxació del material tant en assajos dinàmics com en la dilatometria, en un assaig de DSC aquest canvi no es veu. Per tant, confirmem que un DMA és molt més sensible que un DSC per aquest tipus de processos.

Per altra banda, amb el DMA no podem veure tot el procés de cristal·lització del material perquè l'aparell està limitat a una temperatura màxima de 600°C. En el DMA només veiem el principi de la primera cristal·lització al voltant dels 540°C quan, en el DSC, també podem veure el principi d'aquesta cristal·lització a la mateixa temperatura que la veiem en el DMA i a més a més una segona que comença als 562°C i el seu pic màxim es troba als 645°C, on acabaria de cristal·litzar completament el material. Tampoc es veu clarament on es trobaria la T<sub>g</sub> però podríem concloure amb els experiments de DMA que la transició vítria començaria just abans de la cristal·lització on s'observa el començament d'una caiguda del mòdul elàstic. Tanmateix, el procés de cristal·lització que s'observa en l'assaig DMA com un augment bruscat del mòdul elàstic, es solapa amb la transició vítria evitant la seva finalització.

## CAPÍTOL 5. CONCLUSIONS

El principal objectiu d'aquest treball ha estat entendre el funcionament del DMA mitjançant diferents assajos en diferents materials amorfs per tal d'estudiar les seves propietats mecàniques i les transformacions del material amb la temperatura com són la cristallització i la transició vítria. Aquest objectiu s'ha aconseguit de forma satisfactòria.

Inicialment vam haver d'ubicar l'aparell i un cop fet, es va haver de calibrar i posar-lo en marxa. El primer calibratge el van realitzar els tècnics de TA Instruments i ens van explicar una mica per sobre el funcionament del DMA i els elements que el formen.

A partir d'aquí vam començar a fer els primers assajos. El primer error que vam detectar va ser que l'ordinador amb el software que controla el DMA estava a la mateixa taula que l'aparell i si l'empràvem a l'hora que fèiem un experiment es produïen vibracions que, degut a la sensibilitat del DMA, provocaven soroll i mesures errònies. Vam canviar l'ordinador a una taula independent a la del DMA. La complexitat de l'equip i els múltiples tipus d'assajos diferents que permet realitzar van fer necessari comprendre el significat de diversos paràmetres i funcions durant els primers mesos d'utilització. Algunes de les qüestions que vam resoldre foren trobar els valors adequats per a les diferents forces que aplica l'equip en un assaig i el conveni de signes en els assajos de dilatomètria. A mesura que anàvem provant els diferents assajos que es poden fer amb l'aparell anàvem aprenent com funcionaven vàrem explorar els rangs permesos per veure com afectaven la operació. El que va costar més d'entendre van ser les diferents forces que es defineixen en els diferents tipus d'assaig. Quant al conveni de signes en dilatomètria vàrem observar que no era cap problema de signes, sinó que, no enteníem els resultats que ens mostrava perquè no estava calibrada la dilatació dels suports que subjecten la mostra i el resultat que obteníem era la suma de la dilatació de la mostra i la dels suports. Ho vam solucionar fent dilatomètries amb alguns materials dels quals es coneix perfectament el seu coeficient d'expansió tèrmic i així vam trobar, de forma aproximada, quina és la contribució dels suports per poder-la restar posteriorment als resultats obtinguts pel DMA.

Fins ara el DMA s'havia utilitzat per l'estudi de propietats mecàniques de polímers i altres materials però l'ús en vidres metàl·lics és molt recent, per aquesta raó hem hagut de fer tantes proves en els assajos canviant-ne els paràmetres de força i altres per aconseguir els òptims de treball.

Un cop entès bé el funcionament i havent après dels errors vam començar a fer assajos més interessants en freqüència, variant diferents paràmetres com la temperatura, tensió o deformació i veure la resposta del material. Vam obtenir resultats força interessants i vam veure que el DMA en assajos dinàmics és molt sensible i s'hi poden detectar canvis en algunes propietats i en el material que en altres tipus de mesures experimentals no es veuen.

Els resultats que vam obtenir en dilatomètria els vam comparar amb uns altres obtinguts en sincrotró per tenir-ne més redundància; aquest estudi es publicarà properament – veure [2] –. En assajos dinàmics obtenim els mateixos resultats que en les dilatomètries, però per exemple, en la mostra  $\text{Fe}_{89}\text{Zr}_7\text{B}_4$  s'hi veu una relaxació secundària que en dilatomètria no es veu. Aquesta relaxació no sabem perquè pot venir deguda ni l'entendem gaire bé ja que el mòdul elàstic hauria d'augmentar i s'observa el contrari. També vam comparar els resultats de DMA amb els obtinguts en DSC i veiem que per aquests processos el DMA és més sensible perquè aquesta relaxació tampoc es veu i a més a més, en la mostra de  $\text{Al}_{90}\text{Fe}_5\text{Nd}_5$  es detecta un canvi en les constants elàstiques que podria ser degut a una última cristal·lització que veiem amb el DMA i no es detecta en DSC.

Val a dir, que tot hi que la mostra està en un ambient de nitrogen, s'ha de tenir en compte que en augmentar la temperatura la mostra pot patir oxidacions al llarg dels assaigs. Una solució que vam trobar per reduir aquesta oxidació va ser la de posar un tros de paper de plata a la part superior del forn per tal de reduir l'entrada d'oxigen en el seu interior.

Aquest treball obre les portes a futurs projectes amb nous materials dels quals es vulgui estudiar les seves propietats mecàniques. Aquest projecte s'ha basat principalment en estudiar les propietats de dos materials amorfs per aprendre el funcionament del aparell. S'ha fet servir només el suport de tensió i tots els experiments s'han fet a temperatures per sobre la temperatura ambient. Es deixa per futurs projectes, doncs, l'estudi d'altres propietats i l'execució d'altres assajos mitjançant altres tipus de suports i la possible incorporació d'un accessori extern al DMA que permetrà arribar a baixes temperatures; fins als  $-145^\circ\text{C}$ .

Finalment, cal dir que el treball necessita una gran dedicació al laboratori. Han aparegut molts entrebancs en tot aquest temps i a vegades, en algun d'ells, ens ha sigut impossible continuar i hem necessitat l'ajuda de personal de TA Instruments; d'altres ho hem pogut solucionar nosaltres mateixos.

Personalment crec que ha sigut un treball molt profitós, he après molt sobre materials i l'ambient de treball ha estat molt agradable. A més, si es millora la tècnica de producció de vidres metàl·lics per aconseguir peces massisses més grans es podrien introduir en la fabricació d'algunes peces per al món aeronàutic ja que, com hem anat dient al llarg de tot aquest treball, aquests materials tenen unes propietats excepcionals que no presenten els materials cristal·lins. A més, són molt menys densos, això podria ajudar a reduir el consum de combustible i els costos d'operació.

## BIBLIOGRAFIA

- Articles:

- [1] Greer, A.L., "Metallic Glasses", *Frontiers in Materials Science: Articles*, vol.267, 1947-1953 (1995).
- [2] Pineda, E., Bruna. P., Pradell. T., Labrador. A., Crespo. D. and **Boneu. F.**, "Structural evolution of metallic glasses during annealing through in-situ Synchrotron X-ray diffraction", *Journal of Non-Crystalline Solids*, no publicat.
- [3] Cardoso, K. R., García, A. and Botta, W. J., "Heat treatment of amorphous  $Al_{90}Fe_5Nd_5$  and  $Al_{88}FeNi_6Nd_5$  alloys", *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol.273, 266-270 (2000).
- [4] Martínez, L. M. and Video, M., "Introducción al tema de los vidrios no tradicionales", *Transferencia*, vol.56, (2001).

- Llibres:

- [5] Miller, M. and Liaw. P., "Bulk Metallic Glasses", Springer, New York (2008).
- [6] Callister, W. D., "Ciencia e Ingeniería de los Materiales", Cap. 3 en *La estructura de los sólidos cristalinos*, pp. 32-63, Reverté, S.A., Barcelona (1995).

- Pàgines web:

- [7] <http://www.matweb.com/>



**Escola Politècnica Superior  
de Castelldefels**

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

# ANNEXOS

**TÍTOL DEL TFC: Estudi de les propietats mecàniques d'aliatges amorfs**

**TITULACIÓ: Enginyeria Tècnica Aeronàutica, especialitat Aeronavegació**

**AUTOR: Francesc Boneu Pascual**

**DIRECTOR: Daniel Crespo Artiaga**

**DATA: 3 de juliol de 2008**



## ANNEXOS

### 1.1. Factor de geometria

És important per saber quin tipus de suport podem utilitzar per fer un determinat assaig i si les mides de la mostra són correctes per a realitzar-lo, o bé, les hem de variar.

A continuació es mostren les equacions i les gràfiques que mostren el mòdul elàstic en funció del factor de geometria (GF).

#### 1.1.1. Suport per tensió

Per aquest suport, l'equació és la següent:

$$GF = \frac{L}{A} \quad (1.1)$$

On:

L = longitud de la mostra

A = àrea de la secció de la mostra

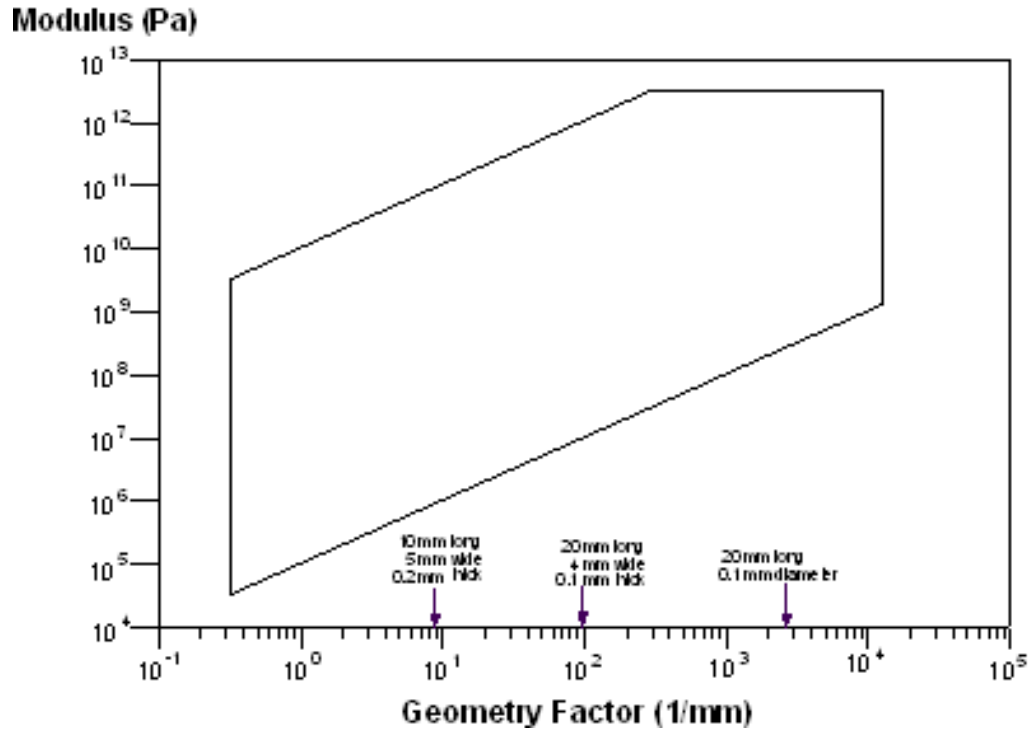


Fig. 1.1 Gràfica del GF pel suport de tensió

### 1.1.2. Suport de compressió

En aquest suport, el rang del mòdul elàstic està basat en el rang de rigidesa que pot operar el DMA 2980 que és de 102N/m a 107N/m. No treballa gaire bé en materials que tenen uns mòduls d'elasticitat molt grans per sota la  $T_g$  com per exemple els polímers.

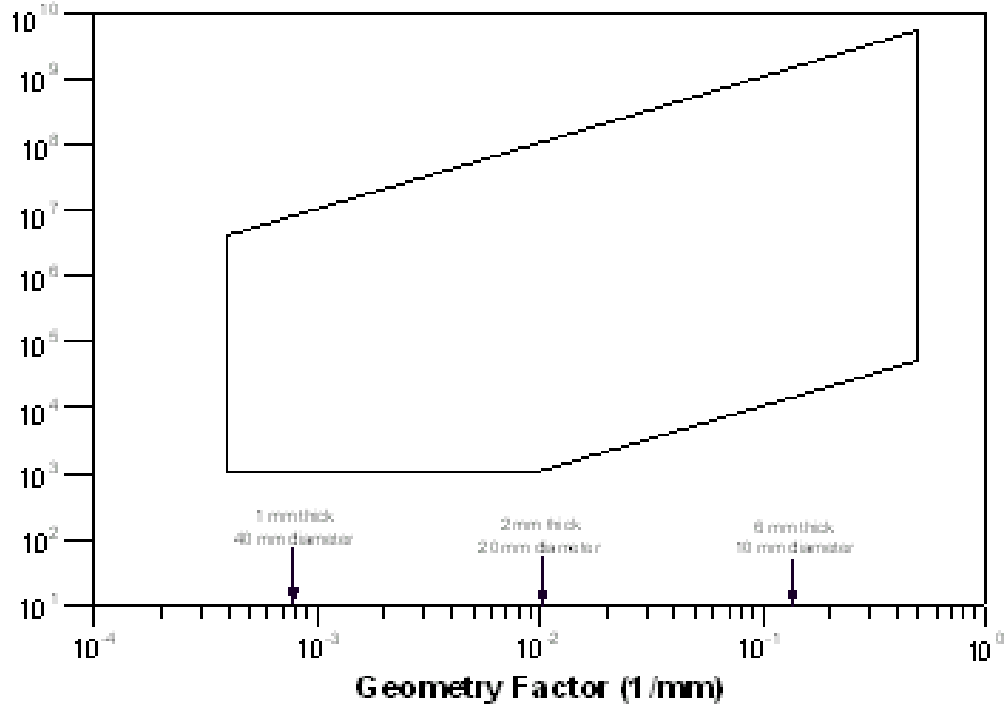
L'equació pel GF és la següent:

$$GF = F_c \frac{T}{A} \quad (1.2)$$

On:

T = gruix de la mostra  
 A = àrea de la secció de la mostra  
 Fc = factor de correcció

I, la gràfica que representa el mòdul elàstic en funció del GF és la següent:

**Modulus (Pa)**

**Fig. 1.2** Gràfica del GF pel suport de compressió

### 1.1.3. Suport dual cantilever

En aquest tipus de suport, per tenir els millors resultats possibles es recomana que el quocient entre llargada/gruix sigui més gran o igual a 10.

$$GF = \frac{1}{F_c} \left[ \frac{L^3}{24I} + S(1 + \nu) \frac{L}{2A} \right] \quad (1.3)$$

On:

L = longitud de la mostra

A = àrea de la secció de la mostra

T = gruix de la mostra

W = amplada de la mostra

$\nu$  = coeficient de Poisson

$F_c$  = factor de correcció

S = factor de cisalla

I = moment d'inèrcia

Per obtenir més informació sobre  $F_c$ , S i I d'aquest suport és recomanable veure l'apartat 1.2.3 dels annexos.

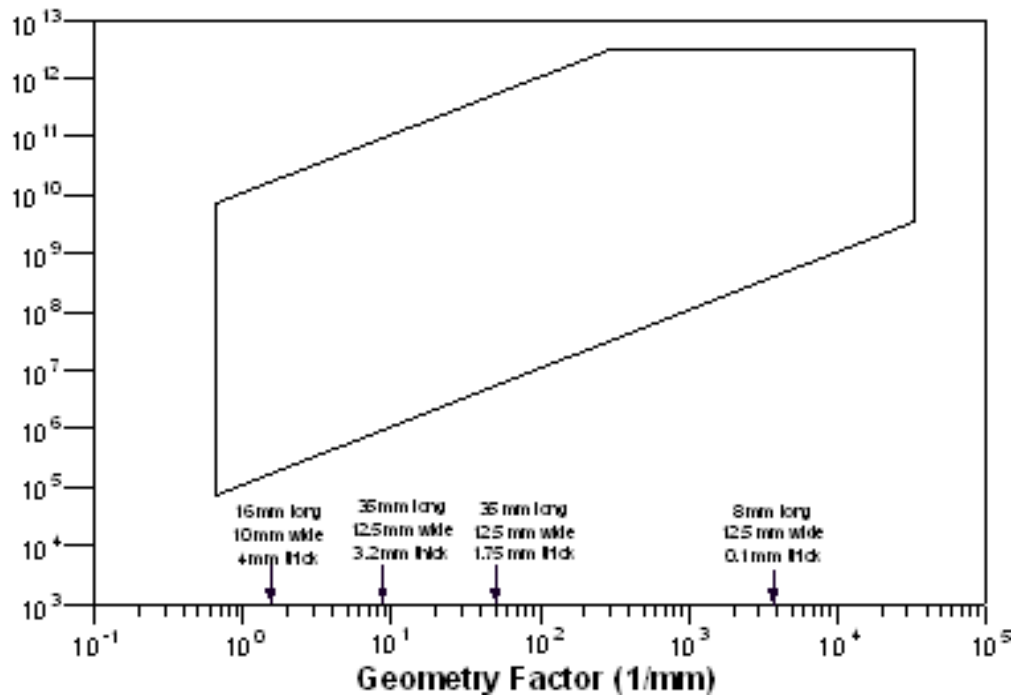
**Modulus (Pa)**

Fig. 1.3 Gràfica del GF pel suport dual cantilever

#### 1.1.4. Suport de cisalla

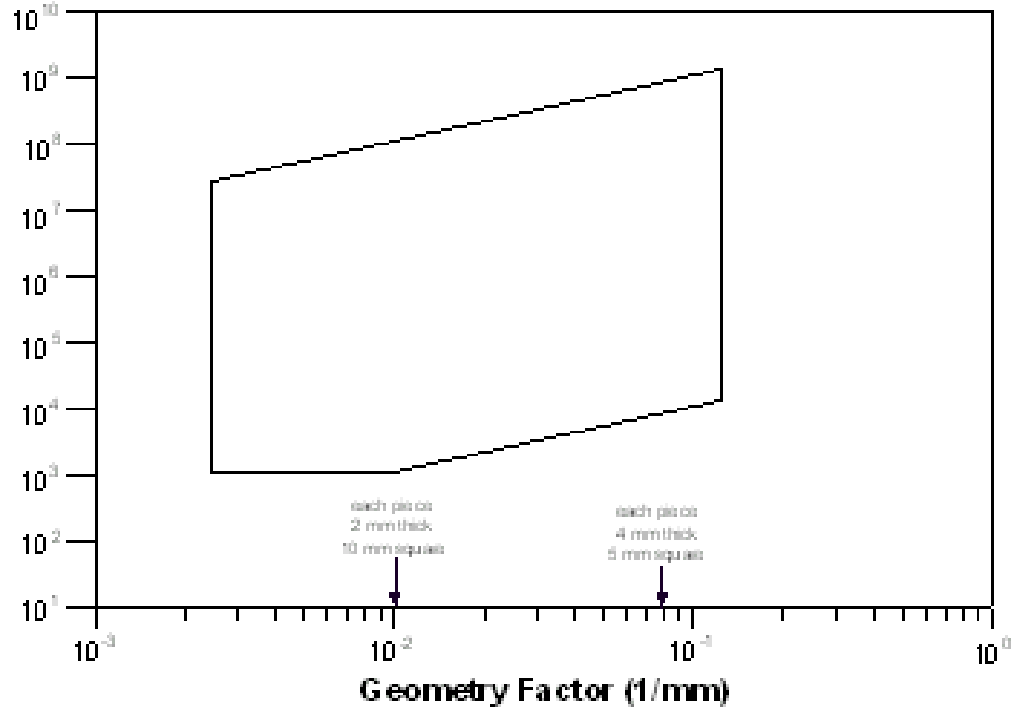
L'equació per aquest suport és,

$$GF = \frac{3 T}{10 A} \quad (1.4)$$

On:

T = gruix de la mostra

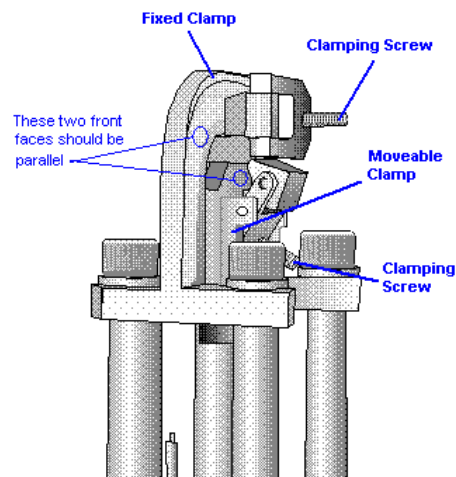
A = àrea de la secció de la mostra

**Modulus (Pa)**

**Fig. 1.4** Gràfica del GF pel suport de cisalla

## 1.2. Fórmules pels diferents suports

### 1.2.1. Suport de tensió



**Fig. 1.5** Suport de tensió

### 1.2.1.1 Mòdul elàstic

L'equació per la rigidesa d'una mostra analitzada en aquest tipus de suport és la següent:

$$K = \frac{A \cdot E}{L} \quad (1.5)$$

On:

K = constant de rigidesa

E = mòdul elàstic

A = àrea de la secció de la mostra

L = longitud de la mostra

I, ja que la area de la mostra és molt petita comparada amb la llargada, no s'aplica cap correcció pels punts de subjecció; llavors, l'equació del mòdul elàstic és:

$$E = K_s \cdot \frac{L}{A} \quad (1.6)$$

On:

E = mòdul elàstic

A = àrea de la secció de la mostra

L = longitud de la mostra

K<sub>s</sub> = rigidesa mesurada

### 1.2.1.2 Tensió i deformació

On:

$$\sigma_0 = \frac{F}{A_0} \quad (1.7)$$

i,

$$\varepsilon_0 = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (1.8)$$

On:

$\sigma_0$  = tensió

$\varepsilon_0$  = deformació

P = força aplicada

$\Delta L$  = variació de longitud de la mostra

$L_0$  = longitud inicial

$A_0$  = area de la secció de la mostra inicial

El DMA utilitza la corba tensió-deformació nominal per la qual assumeix que el canvi de longitud de la mostra és petit en poc temps que dura un experiment.

### 1.2.2. Suport de compressió



Fig. 1.6 Suport de compressió

#### 1.2.2.1 Mòdul elàstic

L'equació per la rigidesa d'una mostra analitzada en suport per assajos a compressió és:

$$K = \frac{AE}{t} \quad (1.9)$$

On:

K = constant de rigidesa

E = mòdul elàstic

A = àrea de la secció de la mostra

t = gruix de la mostra

L'equació considera que les elongacions transversals són negligibles. A causa dels efectes de la dilatació, aquestes elongacions no les podem considerar negligibles, per tant, la rigidesa mesurada serà més petita que la pròpia de la mostra i hem d'utilitzar un factor de correcció de la rigidesa i substituint K en aquesta equació i aïllant E de l'equació tenim:

$$E = \frac{K_s}{F_c} \cdot \frac{t}{A} \quad (1.10)$$

On:

E = mòdul elàstic

t = gruix de la mostra

$K_s$  = rigidesa mesurada pel DMA

A = àrea de la secció de la mostra

$F_c$  = factor de correcció

$F_c$  es determina de la mateixa manera que es determina en el dual cantilever, veure equació 1.17.

### 1.2.2.2 Tensió i deformació

$$\sigma_0 = F_c \cdot \frac{P}{A_v} \quad (1.11)$$

i,

$$\varepsilon_0 = \frac{\delta}{T} \quad (1.12)$$

On:

$\sigma_0$  = tensió

$\varepsilon_0$  = deformació

P = força aplicada

$\delta$  = amplitud de deformació

A = àrea de la secció de la mostra

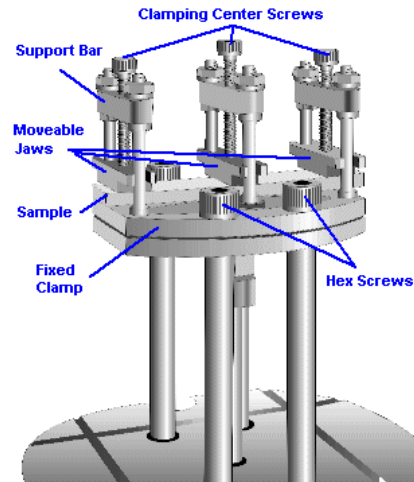
T = separació de les superfícies del suport

$F_c$  = factor de correcció

El DMA fa servir la corba tensió/deformació nominal, per tan assumeix que l'àrea seccional és sempre constant i igual al valor inicial.



### 1.2.3. Suport Dual Cantilever



**Fig. 1.7** Suport Dual Cantilever

#### 1.2.3.1 Mòdul elàstic

L'equació per calcular-ne la rigidesa d'una mostra rectangular és la següent:

$$K = \frac{24 \cdot E \cdot I}{L^3 \left[ 1 + \frac{12}{5} (1 + \nu) \left( \frac{L}{2t} \right)^2 \right]} \quad (1.13)$$

On:

K = constant de rigidesa

E = mòdul elàstic

L = longitud de la mostra

t = gruix de la mostra

I = Moment d'inèrcia de la mostra

$\nu$  = Coeficient de Poisson

I, el moment d'inèrcia és:

$$I = \frac{w \cdot t^3}{12} \quad (1.14)$$

On:

$t$  = gruix de la mostra

$w$  = amplada de la mostra

Aquest model assumeix que les puntes de la mostra són fixes o que no hi ha deformació més enllà dels punts de subjecció de la mostra amb aquest suport. Com que això mai s'aconsegueix, s'aplica un factor de correcció:

$$F_c = \frac{K_s}{K} \quad (1.15)$$

On:

$K$  = constant de rigidesa

$K_s$  = rigidesa mesurada

$F_c$  = factor de correcció del suport

Substituint per  $K$  en l'equació de la rigidesa i aïllant el mòdul elàstic:

$$E = \frac{K_s}{F_c} \cdot \frac{L^3}{24I} \left[ 1 + \frac{12}{5} \left[ 1 + \nu \right] \frac{t^2}{L} \right] \quad (1.16)$$

i,

$$F_c = 0,7616 - 0,02713 \sqrt{\frac{L}{t}} + 0,1083 \ln \left( \frac{L}{t} \right) \quad (1.17)$$

On:

$E$  = mòdul elàstic

$L$  = longitud de la mostra

$K_s$  = rigidesa mesurada

$t$  = gruix de la mostra

$I$  = Moment d'inèrcia de la mostra

$\nu$  = Coeficient de Poisson

$F_c$  = factor de correcció del suport

$F_c$  es determina trobant la rigidesa de la mostra fent servir un anàlisi d'elements finits (Finite Element Analysis, FEA) de la deformació de la mostra.

$E$  es calcula amb l'equació de la rigidesa de la mostra i la de la rigidesa a través de la tècnica FEA. Això s'ha fet amb un estudi previ de moltes mostres diferents i formes.

Per mostres cilíndriques tenim:

$$K = \frac{E}{\frac{L^3}{24I} + S(1+\nu)\frac{L}{A}} \quad (1.18)$$

On:

K = constant de rigidesa

E = mòdul elàstic

L = longitud de la mostra

I = Moment d'inèrcia de la mostra

$\nu$  = Coeficient de Poisson

S = Factor de cisalla

El moment d'inèrcia és:

$$I = \frac{\pi}{64} (D^4 - d^4) \quad (1.19)$$

I, el factor de cisalla és:

S =

$$1,112 - 0,04086 \frac{d}{D} + 1,033 \left(\frac{d}{D}\right)^2 + 0,5935 \left(\frac{d}{D}\right)^3 - 2,226 \left(\frac{d}{D}\right)^4 + 1,029 \left(\frac{d}{D}\right)^5 \quad (1.20)$$

D = diàmetre exterior

d = diàmetre interior

Aquest factor es troba fent servir Mètodes d'energia i integració numèrica. De la mateixa manera que per una mostra rectangular, hem d'aplicar un factor de correcció:

$$F_c = \frac{K_c}{K} \quad (1.21)$$

On:

K = constant de rigidesa

$K_s$  = rigidesa mesurada  
 $F_c$  = factor de correcció del suport

S'utilitza el mateix  $F_c$  que per una mostra rectangular i substituint  $K$  en l'equació 1.18 i aïllant  $E$ , tenim que:

$$E = \frac{K_s}{F_c} \left[ \frac{L^3}{24I} + S(1 + \nu) \frac{L}{A} \right] \quad (1.22)$$

On:

$E$  = mòdul elàstic  
 $K_s$  = rigidesa mesurada  
 $L$  = longitud de la mostra  
 $I$  = Moment d'inèrcia de la mostra  
 $\nu$  = Coeficient de Poisson  
 $S$  = Factor de cisalla  
 $F_c$  = factor de correcció del suport

### 1.2.3.2 Tensió i deformació

Quan fem servir aquest tipus de suport, la tensió i la deformació no són constants en tots els punts del gruix de la mostra. La deformació màxima es troba a la superfícies de la mostra mentre que el centre no pateix cap deformació. Això també implica que tan la tensió com la deformació poden ser positives o negatives depenent si es tracte de la cara superior o posterior de la mostra. Les següents equacions mostren els nivells màxims de tensió i deformació i no inclouen cap mena de contribució del suport.

$$\sigma_x = \frac{3.P.L}{w.t^2} \quad (1.23)$$

i,

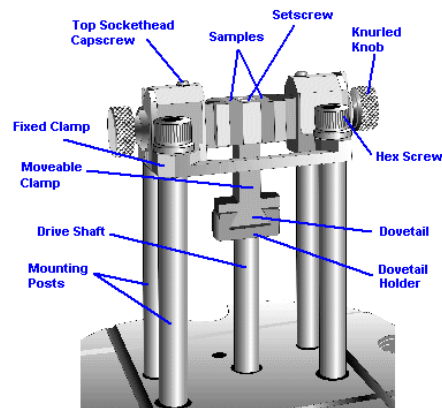
$$\varepsilon_x = \frac{3.S.P.L}{L^2 \left[ 1 + \frac{4S}{3}(1+\nu) \left( \frac{L}{t} \right)^2 \right]} \quad (1.24)$$

On:

$\sigma_0$  = tensió  
 $\varepsilon_0$  = deformació  
 $P$  = 1/2 de la força aplicada

$\delta$  = amplitud de deformació  
 $L$  = longitud de la mostra  
 $t$  = gruix de la mostra  
 $w$  = amplada de la mostra  
 $F_c$  = factor de correcció del suport  
 $\nu$  = Coeficient de Poisson

#### 1.2.4. Suport de cisalla



**Fig. 1.8** Suport de cisalla

Aquest suport encara no el tenim, però estem molt interessats en ell i per això he cregut oportú incloure'l.

##### 1.2.4.1 Mòdul elàstic

L'equació de la rigidesa d'una mostra en la que la seva secció és rectangular és la següent:

$$K = \frac{E_s G_w h t}{3L} \quad (1.25)$$

On:

$K$  = constant de rigidesa  
 $G$  = mòdul de cisalla  
 $w$  = amplada de la mostra  
 $h$  = alçada de la mostra  
 $t$  = gruix de la mostra

En aquest suport també hem d'utilitzar un factor de correcció de la rigidesa; substituint K i aïllant G de l'equació 1.25, tenim:

$$G = K_s \cdot \frac{3t}{5wh} \quad (1.26)$$

On:

G = mòdul de cisalla  
 w = amplada de la mostra  
 h = alçada de la mostra  
 t = gruix de la mostra  
 K<sub>s</sub> = rigidesa mesurada pel DMA

#### 1.2.4.2 Tensió i deformació

$$\tau_0 = \frac{P}{2A} \quad (1.27)$$

i,

$$\gamma_0 = \frac{\delta}{T} \quad (1.28)$$

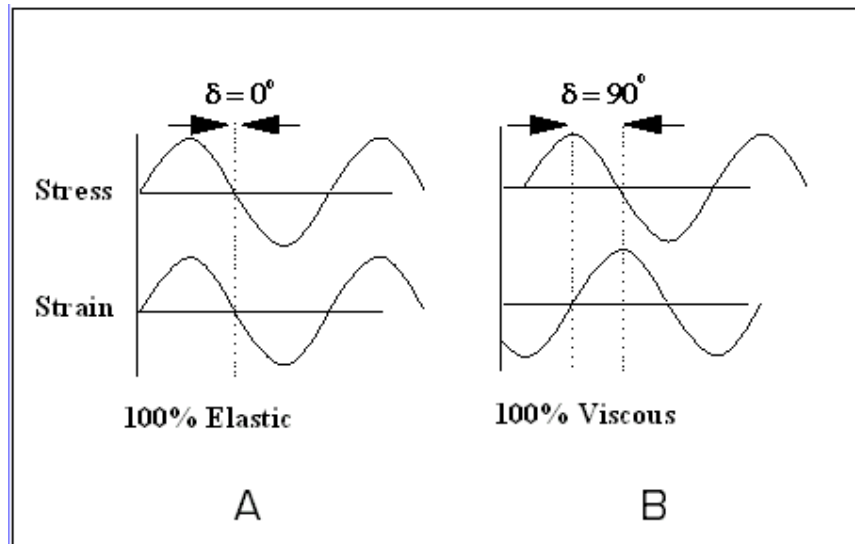
On:

$\sigma_0$  = tensió  
 $\epsilon_0$  = deformació  
 P = força aplicada  
 $\delta$  = amplitud de deformació  
 A = àrea de la secció de la mostra  
 T = separació de les superfícies del suport

### 1.3. Equacions bàsiques per l'anàlisi mecànic dinàmic

Recordant el terme de viscoelasticitat, explicat en l'apartat 2.4, tenim que durant un assaig dinàmic, una deformació o tensió oscil·latòria s'aplica al material i es mesura la resposta d'aquest a la deformació o tensió aplicada. Per un sòlid ideal, la tensió resultant serà proporcional a la amplitud de la deformació aplicada. La deformació estarà en fase amb la tensió, és a dir, la diferència de fase entre la tensió i deformació serà igual a 0° perquè el temps

de resposta d'un sòlid ideal a una pertorbació és nul. En canvi, per un líquid ideal, la tensió serà proporcional a la deformació aplicada però desplaçada  $90^\circ$ .



**Fig. 1.9** Gràfica comparativa del temps de resposta entre un sòlid i un líquid ideals

La majoria de materials mostren respostes mecàniques que tenen un comportament tan elàstic com plàstic. Es diuen materials viscoelàstics. En aquests materials, la resposta dinàmica que obtindrem al aplicar un canvi en el material no estarà en fase amb el canvi aplicat (elàstic, sòlid ideal) ni desplaçat  $90^\circ$  (viscós, líquid ideal); tindrem un valor entremig.

La tensió resultant generada en un material viscoelàstic, també anomenada tensió complexa, es pot fer servir per calcular el mòdul complex  $E^*$  o  $G^*$ .

El mòdul complex és una mesura de la resistència a la deformació del propi material. Engloba la resposta elàstica i viscosa a la vegada. La gràcia dels tests dinàmics és que mesurant la fase de l'angle, aquesta tensió complexa pot ser descomposada en dues parts:

- Una tensió elàstica ( $\sigma'$  o  $\tau'$ ), que està en fase amb la deformació
- Una tensió viscosa ( $\sigma''$  o  $\tau''$ ), que està desfasada  $90^\circ$  respecte la deformació.

El mòdul elàstic ( $E'$  o  $G'$ ) i el mòdul viscós ( $E''$  o  $G''$ ) es poden calcular directament de la tensió elàstica o viscosa. A continuació es mostren les fórmules per dur a terme aquests càlculs. Per suports com el de tensió, compressió i flexió podem calcular el mòdul complex d'aquesta manera:

$$E^* = \frac{\sigma^*}{\epsilon} \quad \text{o bé,} \quad E^* = E' + iE'' \quad (1.29)$$

I per suports com el de cisalla:

$$G^* = \frac{\tau^*}{\gamma} \quad \text{o bé,} \quad G^* = G' + iG'' \quad (1.30)$$

I al conèixer el mòdul complex i l'angle de fase entre la tensió i la deformació podem saber el mòdul elàstic de la següent forma pels suports de tensió, compressió i flexió:

$$E' = \frac{\sigma'}{\varepsilon} \quad \text{o bé,} \quad E' = E^* \cos \delta \quad (1.31)$$

I pel suport per fer assajos de cisalla:

$$G' = \frac{\tau'}{\gamma} \quad \text{o bé,} \quad G' = G^* \cos \delta \quad (1.32)$$

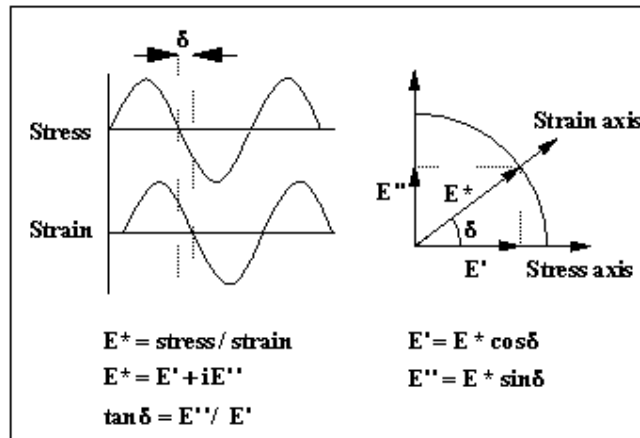
De la mateixa manera, podem conèixer el mòdul viscos:

$$E'' = \frac{\sigma''}{\varepsilon} \quad \text{o bé,} \quad E'' = E^* \sin \delta \quad (1.33)$$

I per cisalla:

$$G'' = \frac{\tau''}{\gamma} \quad \text{o bé,} \quad G'' = G^* \sin \delta \quad (1.34)$$





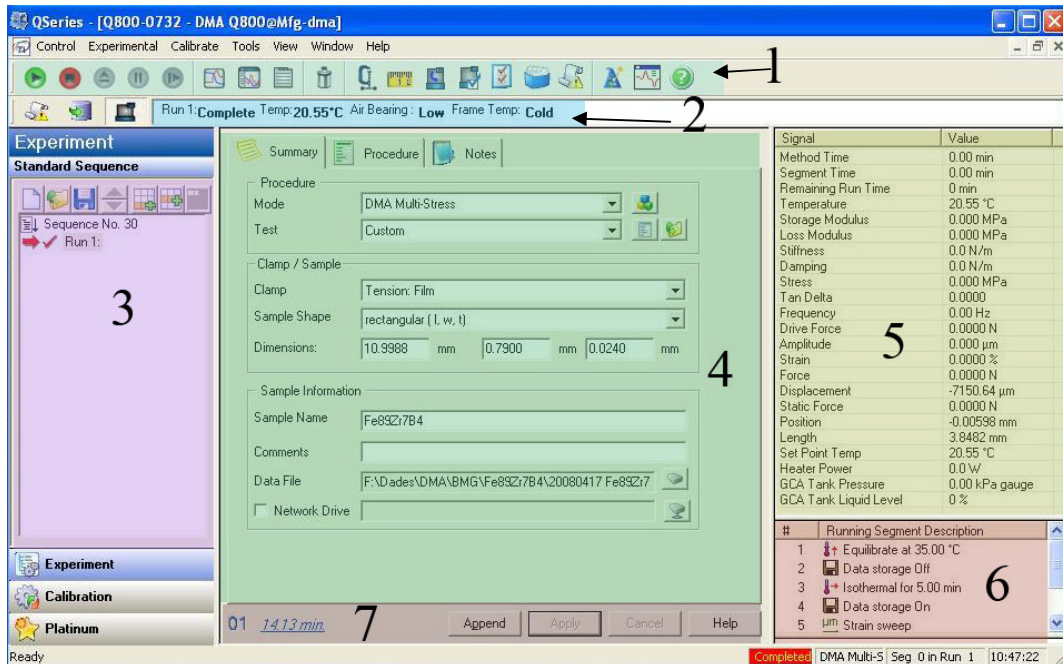
**Fig. 1.10** Descripció en vectors dels càlculs anteriors

En aquesta figura es pot veure que la tangent de l'angle és el coeficient entre el mòdul viscos i el mòdul elàstic. Aquest coeficient és una mesura de la viscositat del material.

#### 1.4. Software del DMA

El software ens permetrà introduir els paràmetres per dur a terme l'experiment, controlar i observar des de l'ordinador tot el que passa en cada moment mentre fem l'experiment.

Quan obrim el software, ens apareixerà una pantalla com aquesta:



**Fig. 1.11** Pantalla que apareix a l'hora d'engegar el software del DMA

Hi podem veure un menú on ens apareix en primer lloc *Control*. Aquí podem controlar el DMA i ens permet fer accions com posar en marxa o parar un experiment, obrir o tancar el forn, bloquejar a una posició o desbloquejar el pistó, ... totes aquestes accions també les podem fer des de la mateixa pantalla tàctil del DMA. Segueix *Experimental*; aquest ens permet obrir un assaig des d'una *wizard* com també obrir un experiment que haguem guardat prèviament, o, fins i tot, una seqüència composta per varis assajos. El següent és *Calibrate* i serveix bàsicament per fer totes les cal·libracions que necessiti l'aparell; cal recordar que és obligatori abans de fer el primer assaig després de la posta en marxa del DMA un calibratge de posició perquè sinó les dades del assaig seran incorrectes. El segueix *Tools* i ens serveix per veure i canviar les preferències d'usuari i les del instrument, també ens permet veure en temps real una gràfica on s'hi representen les variables que vulguem, podem veure la llicència del controlador, la del DMA, etc. *View* ens permet canviar el que volem veure en la pantalla com la barra d'eines(1), la barra d'estat (2), d'informació de tots els paràmetres a temps real(5), etc i també podem obrir el programa per analitzar les dades anomenat *Universal Analysis*. En penúltim lloc tenim *Window* que ens canviar la forma de veure el menú en horitzontal o vertical, en forma de cascada i ens permet seleccionar entre una finestra o una altre depenent de si tinguéssim una o més d'una seqüència obertes a la vegada. Per últim *Help* ens proporciona tota l'ajuda necessària referent a característiques del DMA, funcionament, instal·lació de suports, assajos, cal·libracions, etc.

En (1) tenim un munt d'ícones però els més importants són la rodona verda amb una fletxa negra al seu interior que serveix per posar en marxa un assaig; la rodona vermella amb un quadradet negre al mig que serveix per parar-lo (això també es pot fer des de *Control/Start* o *Control/Stop*); el sisè i setè icona

on tenen unes gràfiques representades en el seu interior que ens permeten veure la gràfica en temps real de les variables que vulguem a pantalla parcial o completa i el onzè icona que serveix per mesurar la longitud de la mostra.

Si ens hi fixem, en la barra d'estat(2), ens diu quina temperatura tenim dintre el forn, la pressió de gas, i si el DMA està fred o no. Quan el posem en marxa, ens haurem d'esperar uns 15 minuts abans de començar qualsevol assaig per tal de que agafi una temperatura òptima per començar. Això ho sabrem quan a *Frame Temp* hi posi *Ok*.

Mentrestant ens esperem, el que hem de fer per guanyar temps és preparar l'experiment i introduir tots els paràmetres necessaris.

Continuem amb (3) on hi podrem veure el número de seqüència que estem treballant i dintre d'aquella seqüència el o els assajos que farem i, concretament, el que tenim seleccionat indicat amb una fletxa vermella a la esquerre. Si tenim més d'un assaig en una seqüència, el DMA començarà per aquell on hi hagi la fletxa vermella i un cop acabat, continuarà amb el següent fins que arribi al final de la seqüència.

(4) ens mostra tota la informació sobre l'assaig seleccionat i és també on hem d'introduir tota la informació i paràmetres referents al assaig. Posteriorment, s'explica aquesta part de la pantalla amb més detall.

A la dreta tenim (5) i com es pot veure ens surt tota la informació a temps real de tots els paràmetres que controlen l'aparell i l'assaig.

Podem observar en (6) que ens mostra tots els passos que seguirà segons l'assaig que tenim seleccionat.

Finalment, (7) ens indica el temps que tardarà en completar l'assaig i a la dreta tenim un *Help* per si necessitem ajuda sobre l'assaig i un *Apply* i un *Cancel* per si volem aplicar o cancel·lar els canvis que haguem fet en (4). *Append* serveix per crear un nou assaig en la seqüència.

Referent a (4), en la primera pestanyeta *Summary* tenim:

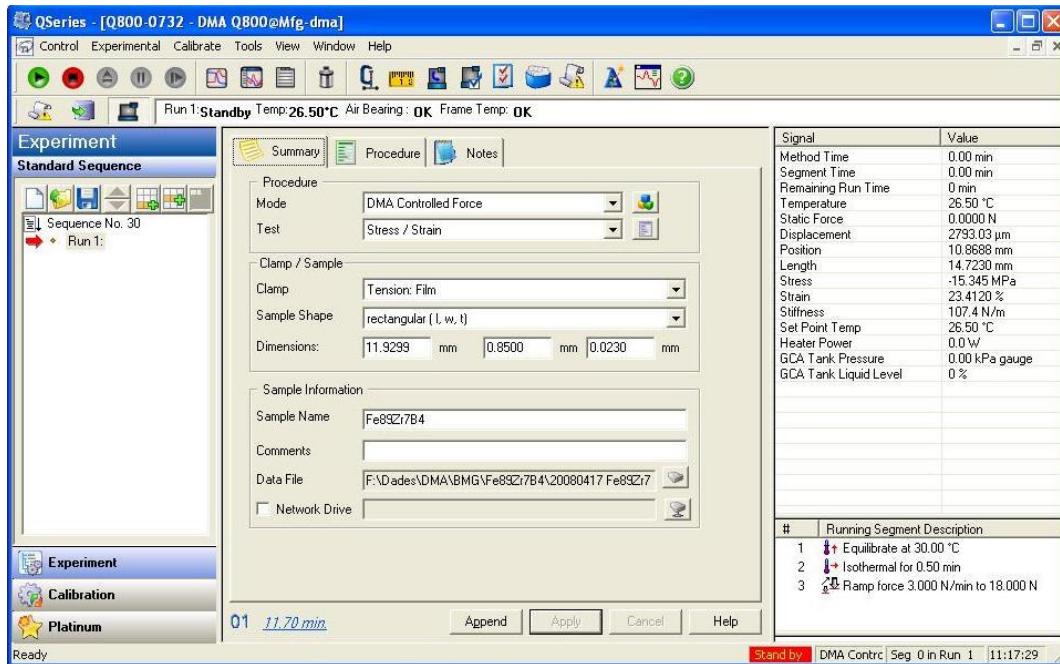


Fig. 1.12 Mostra de la pestanyeta *Summary* del software del DMA

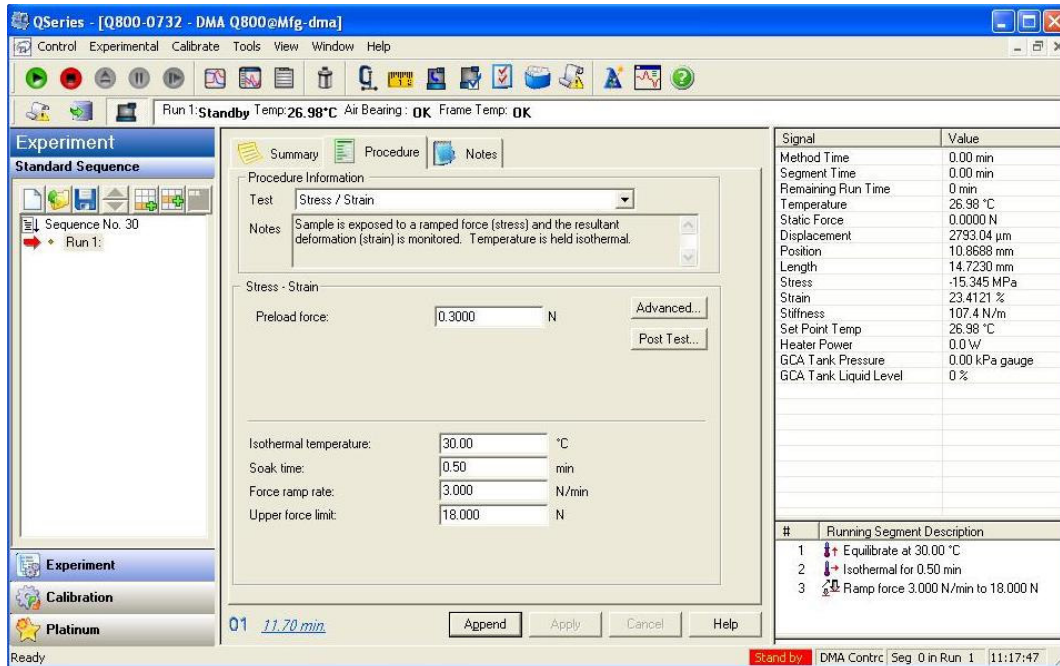
En la primera part ens apareix el *Mode* ens permet seleccionar molts tipus d'assajos. En aquest cas tenim seleccionat el *DMA Controlled Force* però també hi ha el *Multistrain*, *Multistress*, *Multifrequency Controlled Strain/Stress* o *Stress Relaxation*, entre d'altres. Amb *Test* podem seleccionar quin tipus de test volem fer per aquest assaig seleccionat, ara mateix tenim el *Stress/Strain* però dintre d'aquest assaig també hi ha el *Temperature Ramp/Controlled Force* i el *Custom*.

Aquest últim, *Custom*, està en qualsevol tipus d'assaig. Ja que per cada tipus de test ens venen definits tots els passos que es duran a terme, amb *Custom* en podem eliminar o afegir per tal de crear un assaig nou al nostre gust, personalitzat. A la següent pestanyeta, *Procedure*; podem canviar, eliminar o afegir els passos que vulguem.

Després tenim una part sobre paràmetres de la pròpia mostra, en el primer, *Clamp*; posarem el tipus de suport que tenim instal·lat, a *Sample Shape* indicarem la forma de la mostra i a *Dimensions* introduïrem la llargada, amplada i gruix.

L'últim apartat és per més informació de la mostra, hi podem posar un nom, en aquest cas està posat la composició de la mostra, Fe89Zr7B4, també si volem fer algun comentari i finalment el directori on ens guardarà tota la informació del assaig i que posteriorment analitzarem.

En *Procedure* ens apareix el següent:



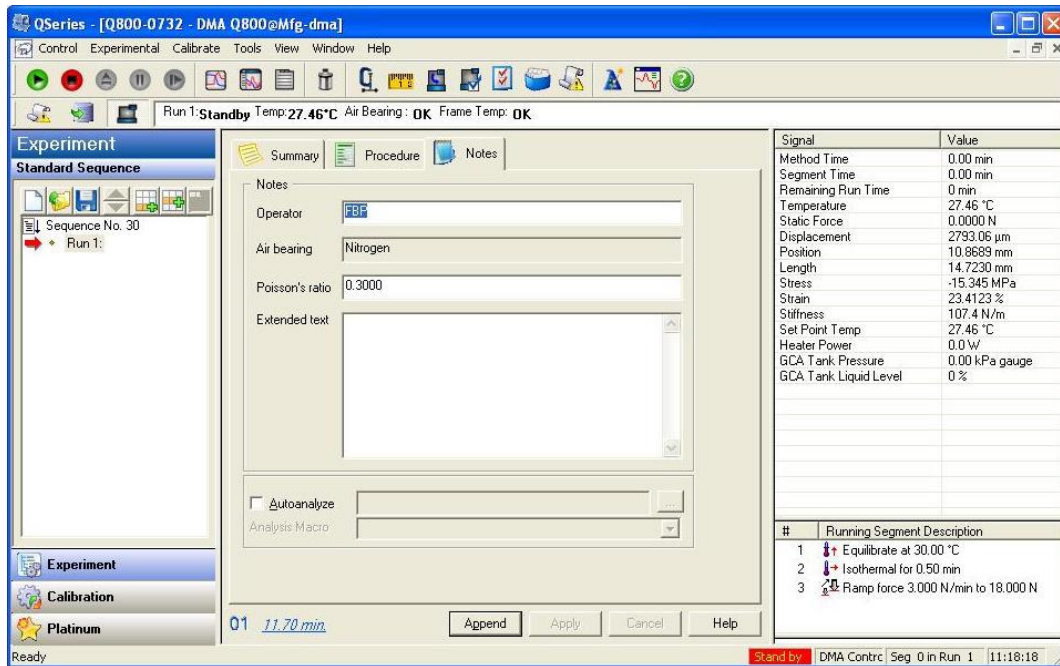
**Fig. 1.13** Mostra de la pestanya *Procedure* del software del DMA

Està dividit en dues parts, en la primera ens torna a aparèixer el tipus de test seleccionat i informació sobre què fa.

La segona part ens permet introduir paràmetres per l'execució del test. Ens apareix una *Preload force* que serà la que aplicarà just abans de començar l'assaig per mesurar-ne la llargada de la mostra i la rigidesa. A *Advanced* ens permet canviar el nombre de punts per segon que volem que prengui i a *Post Test* per si volem que un cop acabat l'experiment, s'obri el forn automàticament o no i si volem que el pistó quedi lliure, flotant, o fix.

Finalment, tenim una part on introduïrem els paràmetres necessaris.

En la última pestanyeta:

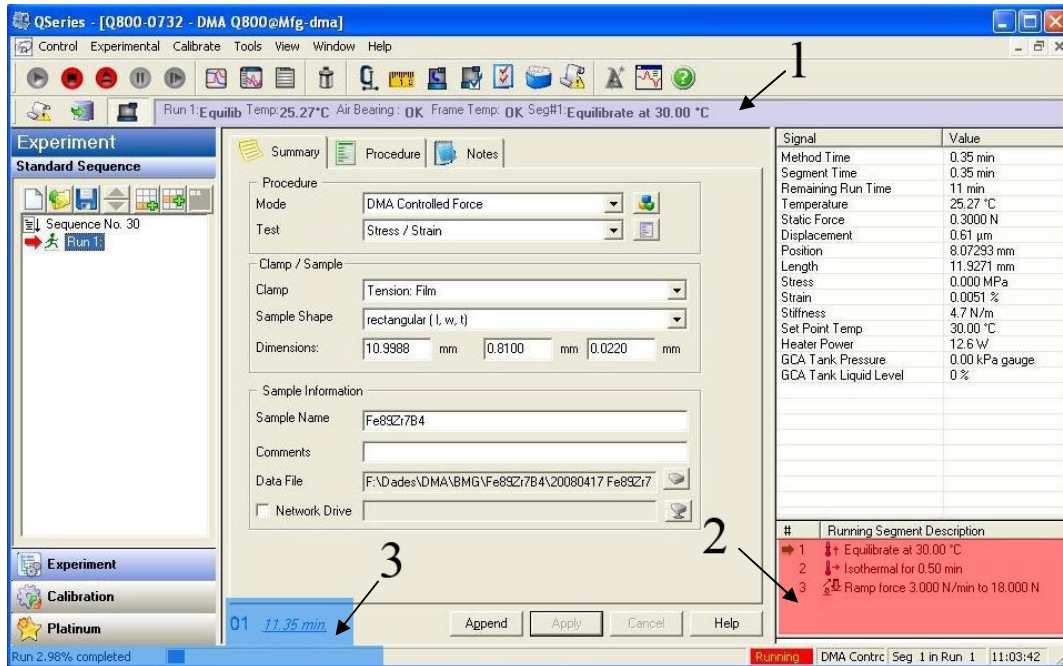


**Fig. 1.14** Mostra de la pestanyeta *Notes* del software del DMA

Podem posar el nom de la persona que fa l'assaig, el tipus de gas que fem servir, el coeficient de Poisson de la mostra i si volem fer una explicació més extensa de l'assaig, posar més informació sobre la mostra o el que creiem oportú.

Tot això, juntament amb les dades que prendrà del experiment, queda guardat en un fitxer que posteriorment podrem analitzar.

Un cop tenim preparada la mostra, el software i ens aparegui que la temperatura del DMA és correcte, ja podrem començar l'assaig. Ho farem a través de *Control/Start*, o bé, clicant sobre el icona verd amb una fletxa negra al seu interior o bé sobre la mateixa pantalla tàctil clicant aquest mateix icona.



**Fig. 1.15** Mostra de la pantalla de software un cop comencem l'assaig

Aquí podem veure com en la barra d'estat (1) ens apareix què esta fent en aquest moment, la temperatura que tenim a l'interior del forn i si la pressió de gas i la temperatura del DMA són correctes. També podem veure en quin pas es troba en aquest moment i els que ja s'han executat en (2). I en (3) ens mostra el temps restant per finalitzar l'assaig i el percentatge que ja ha completat.