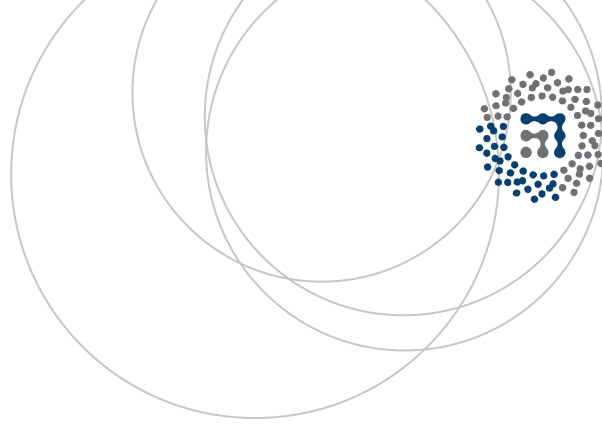


eman ta zabal zazu



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea



ZTF-FCT

Zientzia eta Teknologia Fakultatea
Facultad de Ciencia y Tecnología



Gradu Amaierako Lana
Fisikako Gradua

Energia-disipazioaren Prozesuak Indargetze Handiko Materialetan

Egilea:

Iñigo Morcillo Berrueta

Zuzendaria:

Alejandro Gabriel López

Eskerrak

Eskerrak eman nahi dizkiot, alde batetik, José M^a San Juan eta harek zuzendutako taldeari, proiektu honetan parte hartzeko eman didaten aukeragatik eta haien ikerketako materiala errazteagatik. Beste aldetik, Gabriel Alejandro López bidai honetan hainbeste erakusteagatik eta bidea leuntzeagatik, baita nirekin erakutsi duen prestutasunagatik ere. Azkenik, nire familiari, lana noiz bukatuko zain egon zaretenoi. Gurasoei gehien bat, proiektua espero baino gehiago luzatu arren egunero laguntza eskaintzen jarraitzeagatik. Aurrerantzean poza eta atsedena lehenago iristeko gogorrago lan egingo dudala agintzen dizuet.

Aurkibidea

1	Sarrera	3
2	Helburuak	5
3	Irismena	7
4	Problemaren analisi teorikoa	9
4.1	<i>Solido elastiko lineala</i>	9
4.2	<i>Solido anelastikoa</i>	9
4.3	<i>Energia barreiatua</i>	10
4.4	<i>Espektroskopia mekanikoa</i>	10
4.4.1	Erlaxazio prozesua barne aldagai batekiko	11
4.4.2	Erlaxazio prozesua tenperaturaren funtzioan	12
4.4.3	Aktibazio-entalpia eta erlaxazio-denbora termalki aktibatutako prozesuan	13
4.5	<i>Espektroaren analisia</i>	13
4.5.1	Espektro jarraituen distribuzio funtzioa	14
4.6	<i>Barne-marruskadurari lotutako fenomenoak</i>	16
4.6.1	Akats puntualen erlaxazioa	16
4.6.2	Transformazio martensitikoa	17
5	Prozedura	19
5.1	<i>Material metaliko egokiaren ekoizpena</i>	19
5.2	<i>Karakterizazio teknika</i>	19
5.3	<i>Neurturiko magnitudeak</i>	19
5.4	<i>Zarata elektronikoaren deuseztapena</i>	20
5.5	<i>Datuen analisia</i>	20
5.5.1	Hozte eta berotze zikloen espektroak	20
5.5.2	Hondoko seinalearen (<i>background</i>) tratamendua	22
5.5.3	Erlaxazio prozesuaren analisia	24
5.5.3.1	Erlaxazio prozesuaren aktibazio termikoa	24
5.5.3.2	Aktibazio-entalpiaren eta limiteko erlaxazio-denboraren neurketa	25
5.5.3.3	Erlaxazio gailurraren karakterizazioa	28
5.5.4	Berotze eta hozte prozesuetako gailurren analisia	31
5.5.4.1	Berotze eta hozte prozesuetako fenomenoaren itzulgarritasuna	32
5.5.4.2	Transformazio bolumen zatikiarra eta transformazio tenperaturak	33
6	Eztabaida eta ondorioak	35
7	Bibliografia	37

1 Sarrera

Azken urteotan indargetze handiko materialen inguruko interesaren igoera egon da. Material hauen ezaugarriak garrantzizkoena bibrazioak barreiatzeko erraztasunean datza, aplikazio zabala izan dezaketelarik, bereziki, eremu teknologiko ezberdinetan. Zehaztasun handiko zirkuituei bibrazioen isolamendua hobetzea, eraikinen babesa handitzea edo konposatu aeronautikoen balio-bizitza luzatzea aplikazio horietako batzuk baino ez dira [1,2,3]. Hori dela eta, interesgarri bihurtu da konposatu berriak asmatzea, bibrazioak barreiatzeko ahalmena maximizatuko dutenak eta, era berean, ekoizpen kostuak murriztuko dituztenak.

Ezaugarri mota horiek beteko dituzten materialak ekoizteko, Fisika Aplikatua II eta Materia Kondentsatuaren Fisika saileko taldeak azken urteetan ikertze lan zabala egin du. Talde honek aurkeztutako konposatuen artean Cu-Al-Ni (Sn-9 wt.% In) aurkitzen da [3]. Konposatu hau lortzeko, Cu-Al-Ni aleazioan oinarritutako hautsak Sn-9 wt. % In matrizeetan banatuarazi dira. Proiektu honetan aztergai den lagina aipatutako talde honek ekoiztu duen konposatuaren Sn-9 wt.% In matrizea da, hain zuzen.

Matrize honi tortsio-pendulu azpierresonantearen bidez tentsio oszilakorra aplikatu zaio matrizearen erantzuna ikertzeko eta haren ezaugarriak analizatzeko. Horrela, matrizearen baliagarritasuna aztertu daiteke aipatu diren aplikazioei dagokionez. Logikoa den bezala, matrizearen ezaugarri elastikoak ikertu nahi direnez, esparru horren inguruan egin da lana. Jakina da gainera, lagina ez dela solido ideala, eta erakutsiko dituen propietateak solido anelastikoaren portaerak barne hartuko dituela.

Datu esperimentalak bildu, antolatu eta analizatzeko nahiz grafikoak eraikitzeke software konkroetuetara jo da. Erabili den tresna nagusia *Microsoft Excel* kalkulu-orria izan da. Programa horren bidez datu esperimentalak biltzeaz gain, grafikoak eraiki eta tratatu dira. Bestalde, *Wolfram Mathematica* programa ere erabili da funtzio batzuen irudiak eskuratzeko eta azkenik, *QtiPlot* programarekin grafiko batzuk eraiki eta tratamendu bereziak egin dira.

2 Helburuak

Hauek dira proiektuan landuko diren alderdiak eta eskuratu nahi den ezagutza:

- Egungo egoeraren ezagutza eta ulerpena indargetze handiko materialen inguruan.
- Cu-Al-Ni (Sn-9 wt.% In) konposatuaren ekoizpenaren eta baliogarritasunaren ezagutza eta, bereziki, Sn-9 wt.% In matrizearen baliogarritasunaren ezagutza indargetze handiko materialen testuinguruan.
- Beharrezko teoriaren garapena indargetze handiko materialen portaera nahiz ezaugarriak aztertu eta ulertzeko. Ondoko puntuak aztertzea berebiziko garrantzia izango du:
 - Barne-marruskadura.
 - Erlaxazio prozesua eta erlaxazio gailurra.
 - Aktibazio-entalpia.
 - Erlaxazio-denbora.
 - Transformazio martensitikoa.
- Garatutako teorian oinarrituz, eskuratu diren datu esperimentalen analisisa egiteko gaitasuna lortzea.
- Datuen zein eraikitako grafikoen interpretazioa eta ondorioak lortzea: teoriaren garapenean aztertutakoarekin amaieran lortuko diren emaitzak interpretatu ahal izango dira, bereziki analisi teorikoan garrantziarik handiena duten puntuen ingurukoak.

3 Irismena

Lanaren nondik norakoa hurrengo lerroetan azaltzen da:

- Solidoen propietate anelastikoen oinarriko deskribapena eredu matematikoen bidez.
- Barne-marruskaduraren deskribapena eredu matematikoen bidez eta haren esangura energia barreiatzearen testuinguruan.
- Erlaxazio prozesu baten aktibazio-entalpia eta erlaxazio-denbora estimatzeko metodoa.
- Erlaxazio prozesuaren eta erlaxazio gailurraren deskribapen matematikoa.
- Ekoiztutako konposatuaren matrizearen (Sn-9 wt.% In) ezaugarri anelastikoen determinazioa datu esperimentalen analisitik.
- Sn-9 wt.% In matrizeak jasaten dituen prozesu nagusien analisia:
 - Erlaxazio prozesua.
 - Egoera transformazioa (transformazio martensitikoa eta atzerako transformazioa).
- Emaitzen interpretazioa eta ondorioak.

Ez dira landuko ondoko puntuak, eskatzen duten denbora luzeegia dela eta edota eskatzen duten azterketa mailak zehaztu den memoriaren gehienezko orrialde kopurua gaindituko luketela eta:

- Cu-Al-Ni aleazioaren ezaugarri anelastikoen ezaugarriak.
- Konposatuaren Cu-Al-Ni aleazioaren eragina Sn-9 wt. % In matrizearen gainean.
- Snoek edo Zener-en moduko ereduak [6, 10] ikerketa, besteen artean, prozesu konkretuak deskribatzeko.
- Transformazio martensitikoaren izaeraren azterketa: trantsizioari dagokion gailurrean hiru ekarpen ezberdin bereizi daitezke, ekarpen trantsitorioa, ekarpen intrintsekoa eta fase transformazioarena [9].

4 Problemaren analisi teorikoa

Proiektuan landuko diren kontzeptuak ulertu eta laginetik informazioa eskuratzeko esperimentuan jarraitu behar diren pausuak ezagutzeko teoria garatzea derrigorrezkoa da. Eskuratu den matrizearen lagina ez da solido zurruna. Argi dago, beraz, solido elastikoaren tratamendua egin behar zaiola. Solido elastikoen artean, portaera linealak eta ez linealak bereizi daitezke, isotropoak eta anisotropoak, besteen artean. Atal honetan solidoa deskribatzeko ereduak eta haren propietateak determinatzeko metodoak landuko dira. Solido anelastikoaren inguruan garatuko da ia teoria guztia, hain zuzen.

4.1 Solido elastiko lineala

Deformazio txikietarako, material askok portaera lineala erakusten dute tentsio eta deformazioaren artean, Hooke-en legeak dioen bezala:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (4.1)$$

σ_{ij} tentsio tentsorea, ε_{kl} deformazio tentsorea eta C_{ijkl} elastikotasun moduluen tentsorea direlarik. (4.1) ekuazioan antzeman daitekeen bezala, material bat tentsiopean jartzen denean berehalako deformazio bat pairatuko du.

4.2 Solido anelastikoa

Solidoak pairatzen duen deformazioak solido elastiko linealaren kasuko ezaugarri guztiak betetzen ez baditu solido anelastikoaren eredura jo beharko da. Horixe da lan honetan erabiliko den eredua. Solido elastiko linealarekin alderatuz ageri diren ezberdintasunen artean garrantzitsuena, lan honi dagokionez, solidoari aplikatzen zaion tentsioaren eta honen erantzunaren arteko desfasea da. Kasu honetan, deformazioa gertatzeko denbora finitu bat igaroko da, materialaren erantzuna ez baita abiadura infinituan ematen. Horrek esan nahi du tentsioaren eta deformazioaren artean atzerapena egongo dela. Atzerapena kuantifikatu daiteke Δt denbora tartearen bidez edota ϕ angelua eta f maiztasuna direla medio, tentsio oszilakor baten kasuan,

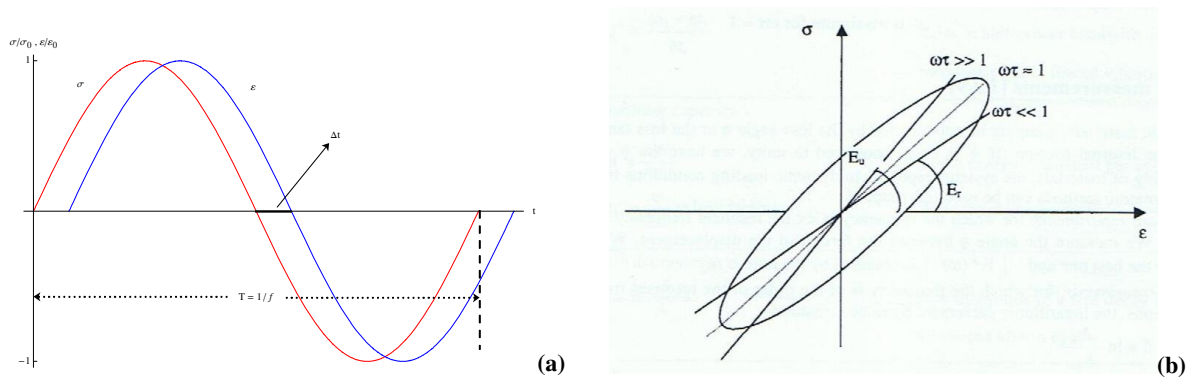
$$\Delta t = \frac{\phi}{2\pi \cdot f}$$

berdintza erabiliz. Tentsio eta deformazio oszilakorrak, hortaz, hurrengo eran adierazi daitezke:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cdot \sin(\omega \cdot t + \phi) \quad (4.2-a)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cdot \sin(\omega \cdot t) \quad (4.2-b)$$

σ_0 eta ε_0 tentsioaren eta deformazioaren moduluak izanik, hurrenez hurren, eta $\omega = 2\pi \cdot f$ maiztasun angeluarra delarik. Ekuazio horiek elipse baten ekuazio parametrikokoak dira, hain zuzen. 4.1 irudian ikusi daitezke tentsioaren eta deformazioaren arteko desfasea eta haiek osatzen duten elipsea.



4.1 irudia: tentsioaren eta deformazioaren denborarekiko funtzio unitarioak, bien arteko desfasea antzeman daitekeelarik, (a) eta tentsioak eta deformazioak osatzen duten elipsea (b) ([5]-etik aterata).

Tentsioa eta deformazioa definiturik daudela, bariazio-modulu dinamikoa ere definitu daiteke, bien arteko zatiketaren bitartez:

$$E^* = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon(t)} \tag{4.3}$$

Magnitude honek material baten elastikotasuna neurtzen laguntzeaz gain, materialak jasan ditzakeen prozesuen isla izango da, E^* balioaren bariazio nabarmenen bidez, prozesu horiek materialaren propietate elastikoak aldatzen badizkie.

4.3 Energia barreiatua

Aurreko atalean ikusi den tentsioak eta deformazioak osatzen duten elipsearen (4.1 irudia) azalera ziklo batean barreiatzen den bolumen unitateko ΔW energia ematen du [5]. Barreiatutako energiaren eta materialak gorde dezakeen W energia elastiko maximoaren arteko ratioari indargetze gaitasun espezifikoa deritzo:

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \cdot \tan \phi \tag{4.4}$$

Bertan, $\tan \phi$ zikloko energia galera zatikiarra da eta barne-marruskadura izenez eza-gutzen da.

Barne-marruskadura da lan honen muina. Biziki garrantzizkoa da konturatzea solido bati aplikatu dakioken tentsioaren eta horrek eragingo lukeen deformazioaren arteko desfasea edo atzerapena beharrezkoa dela barne-marruskadura existitu dadin. Izan ere, ϕ desfasea nulua izanez gero, $\Delta W/W$ ratioa ere nulua izango bailitzateke eta ondorioz, energia disipaziorik ez litzateke gertatuko.

4.4 Espektroskopia mekanikoa

Esperimentuan erabilitako tresneriaren arabera eta hortaz, metodoaren arabera, barne-marruskadura esperimentalki neurtu daiteke aldagai baten funtzioan [6]:

- Maiztasunaren funtzioan, tenperatura konstantean.
- Tenperaturaren funtzioan, maiztasun konstantean.
- Denboraren funtzioan, tenperatura eta maiztasun konstantean.
- Tentsioaren funtzioan, tenperatura eta maiztasun konstantean.

Lan honi dagokionez bigarren metodoa erabili da, hots, tenperaturarekiko menpekotasuna duten espektroak lortu dira, maiztasun ezberdinetarako, espektro bakoitzean maiztasuna konstantea dela harturik, aurrerago ikusiko den bezala. Laginari berotze eta hozte ziklo bat ezartzen zaio tenperaturaren funtzioko barne-marruskaduraren espektroa lortu eta ikertzeko. Atal honetan, barne-marruskaduraren espektrotik informazio baliagarria eskuratzeko metodo batzuk landuko dira, bereziki bertatik identifikatu daitekeen prozesu bati dagokionez: erlaxazio prozesua.

4.4.1 Erlaxazio prozesua barne aldagai batekiko

Perturbaturiko sistema fisiko bat oreka egoerara itzultzen denean erlaxazio prozesu bat eman dela esaten da. Erlaxazio hori sistemaren barne aldagai batek edo gehiagok pairatu dezakete. Demagun solido baten mikro estrukturak akats mugikorak dituela eta akats horiek egoera egonkorrean daudela kanpo-tentsiorik egon ezean. Egoera horri energiarekiko minimo lokal bat dagokio. Solidoa σ tentsio konstantepean jazartzen bada, egoera egonkor berri batera joko dute akatsek. Horrek, deformazio anelastiko bat eragingo du solidoan. Deformazio hori ξ barne aldagai baten bidez deskribatu daiteke [6,10]. Barne aldagai horren ekuazio zinetikoa honela idatzi daiteke lehenengo ordenako hurbilketan:

$$\frac{d\xi}{dt} = -\frac{(\xi - \xi_R)}{\tau} \quad (4.5)$$

non t denbora aldagaia, τ erlaxazio prozesua gertatzeko behar den denbora edo erlaxazio-denbora eta ξ_R prozesu amaierako egoera egonkor (egoera erlaxatu) berriari dagokion barne-aldagaiaren balioa diren. τ konstantea dela suposatuko da momentuz, nahiz eta hori ez den kasu orokorra. (4.5) ekuazioaren soluzioa

$$\xi = \xi_R \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right] \quad (4.6)$$

adierazpenak ematen du.

Demagun oraingoan, solidoa tentsio konstantepean jazarri beharrean, ω maiztasun angeluarra duen tentsio oszilakorra aplikatzen zaiola. Kasu honetan, barne aldagaia Debye-ren ekuazioek deskribatuko dute [5]:

$$J'(\omega) = J_U + \frac{\delta J}{(1 + \omega^2 \cdot \tau_\sigma^2)}, \quad J''(\omega) = \delta J \cdot \frac{\omega \cdot \tau_\sigma}{(1 + \omega^2 \cdot \tau_\sigma^2)} \quad (4.7)$$

$$E'(\omega) = E_U - \frac{\delta E}{(1 + \omega^2 \cdot \tau_\epsilon^2)}, \quad E''(\omega) = \delta E \cdot \frac{\omega \cdot \tau_\epsilon}{(1 + \omega^2 \cdot \tau_\epsilon^2)} \quad (4.8)$$

J' eta J'' funtzioak $\varepsilon(\omega)/\sigma_0$ zatiketaren zati erreala eta irudikaria dira, hurrenez hurren. E' eta E'' funtzioak, berriz, $\sigma(\omega)/\varepsilon_0$ zatiketaren zati erreala eta irudikaria dira. Erlaxazio prozesuak maiztasun angeluarraren menpekotasuna izango du, noski, eta J'' edota E'' funtzioek deskribatu dezakete prozesua. Horiek maximo bat emango dute $\omega \cdot \tau = 1$ baldintza (4.1-b irudian ikus daitekeen bezala) betetzen denean. Maximo horren deitura erlaxazio gailurra da. Garrantzizkoa da, gainera, maiztasunaren eta erlaxazio-

denboraren magnitude ordenak ezberdinegiak ez izatea. Izan ere, $\omega \cdot \tau \gg 1$ kasuan, non tentsioaren maiztasuna oso altua den, solidoaren akatsek ez baitute nahikoa denborarik mugitzeko. Horrek esan nahi du barne aldagaiak erlaxatzeko denborarik izango ez dela, barne-marruskadura nulua emanez. Kontrako kasuan, hau da, $\omega \cdot \tau \ll 1$ denean, tentsioaren maiztasuna oso baxua da. Ondorioz, barne aldagaiak beti dauka egoera egonkor batera iristeko denbora: aldagaia beti aurkituko da egoera erlaxatuan (ξ_R). Barne-marruskadura nulua izango da baita bigarren kasu honetan ere. Tarteko maiztasunetan barne aldagaia beti dago egoera erlaxatu baterantz jotzen. Orduan aplikatutako tentsioaren eta deformazioaren artean atzerapena gertatuko da zeinak barne-marruskaduraren balio ez nulua emango duen. Dagoeneko aipatu den moduan, balio horren maximoa $\omega \cdot \tau = 1$ baldintzak zehaztuko du.

Esan bezala, τ erlaxazio-denbora konstantea suposatuta da orain arte. Hori beti egia ez denez, beste kontsiderazio batzuk egin beharko lirateke, bereziki hemen aztergai izan den kasuari begira.

4.4.2 Erlaxazio prozesua tenperaturaren funtzioan

Solidoaren akatsen higidura Arrhenius legearen arabera termalki aktibatzen dela jotzen bada, erlaxazio-denbora ez da konstantea izango:

$$\tau = \tau_0 \cdot \exp\left(\frac{H_{akt}}{k_B \cdot T}\right) \quad (4.9)$$

H_{akt} prozesuaren aktibazio-entalpia da, k_B Boltzmann-en konstantea, T tenperatura absolutua eta τ_0 limiteko erlaxazio-denbora, konstante hartuko dena. Gogoan behar da izan prozesu baten aktibazio-entalpia berau gertatzeko beharrezko energia minimoa dela. Kasu zehatz honetan, solidoaren akats estrukturalak egin behar duen energia jauzia da, hurrengo egoera egonkorrera iritsiko bada.

Maiztasun konstantean lan egingo dela onartuz eta (4.9) ekuazioaren arabera, tenperatura aldatu ezkerko erlaxazio-denborak ere aldaketa bat pairatuko du. Tenperatura baxuetan ξ barne aldagaiak denbora luzeagoa behar du egoera erlaxatura iristeko tenperatura altuetan baino. Argi dago, beraz, oso tenperatura baxuetan denbora hori oso luzea izango dela eta $\omega \cdot \tau \gg 1$ baldintzaren aurrean aurkitzen dela solidoaren akatsa. Hortaz, akatsak ez du nahikoa denborarik egoera erlaxatura iritsi eta energia jauzia egin dezan. Barne-marruskadura nulua izango da, aurreko azpiatalean deskribatu den moduan. Oso tenperatura altuetan, berriz, energia jauziari lotutako erlaxazio-denbora oso motza da, $\omega \cdot \tau \ll 1$ kasuari dagokiona, hain zuzen ere. Oraingoan, akatsa egoera erlaxatura berehala iritsiko da, solidoaren gainean aplikatutako tentsioaren eta honek jasaten duen deformazioaren artean atzerapenik egongo ez delarik. Hori dela eta, barne-marruskadura nulua neurtuko da. Aurreko atalarekin berriro bat eginez, tarteko tenperaturetan akatsek energia jauzia egin ahal izango dute eta gainera, tentsioaren eta deformazioaren artean barne-marruskadura nulua izan ez dadin behar den atzerapena existitzen da. Barne-marruskadurak maximoa emango du $\omega \cdot \tau = 1$ baldintza betetzean.

4.4.3 Aktibazio-entalpia eta erlaxazio-denbora termalki aktibatutako prozesuan

Arrhenius-en legetik abiatuz (4.9) ekuazioa maiztasunaz biderkatuko da maiztasun konstanteko baldintzapean, zeina aparatu azpierresonantearen kasuan baino ez den egia. Beraz,

$$\omega \cdot \tau = \omega \cdot \tau_0 \cdot \exp\left(\frac{H_{akt}}{k_B \cdot T}\right) \quad (4.10)$$

adierazpena lortzen da. Ekuazioaren bi aldeetan logaritmo nepertarrak hartuz, eskuratuko den ekuazioa ondokoa da:

$$\ln(\omega \cdot \tau) = \ln(\omega \cdot \tau_0) + \frac{H_{akt}}{k_B \cdot T} \quad (4.11)$$

Ikusten den bezala erlazio lineala existitzen da $\ln(\omega \cdot \tau)$ adierazpenaren eta $1/T$ tenperatura alderantzikatuaren artean. Erlazio hori lagungarri gertatzen da aktibazio-entalpia eta limiteko erlaxazio-denbora modu erraz batean kalkulatzeko. Maiztasunak eta tenperatura finkatu ondoren, espermentalki lortutako datuetatik Arrhenius-en diagrama logaritmikoa eraiki ezker, zeinean lerro zuzena lortuko den, era simple batean lortu ahal izango dira aipatutako bi magnitudeak. Aktibazio-entalpia lerro zuzenaren maldarekin erlazionatzen da. Limiteko erlaxazio-denbora, berriz, zuzenak ordenatua mozten duen puntuarekin. Oraindik aipatu ez den beste ezaugarri bat ondorioztatu daiteke, erlaxazio gailurren maximoari dagokionez, aurkeztu diren ekuazioetatik. (4.11) adierazpenean, adibidez, tenperaturaren eta maiztasun angeluarraren arteko erlazioa aztertuz, esan daiteke maiztasuna handitu ezker gailurrari dagokion tenperatura ere handitu egingo dela, beti ere onartuz prozesuko aktibazio-entalpia eta limiteko erlaxazio-denbora berdin mantentzen direla. Hain zuzen, ω igotzen denean, $\omega \cdot \tau = 1$ maximoaren baldintza bete dadin, τ txikitu behar da. Hori gertatzeko bide bakarra, T -ren balioa handitzea da. Arrhenius-en legea eta erlaxazio prozesua tenperaturarekiko desplazamendu batekin erlazionatuko dira, hortaz.

4.5 Espektoaren analisisa

Hainbat xehetasun kontuan hartuko dira espektoaren analisisa egiteko. Xehetasun horien arabera, tratamendu konkretuak egin behar zaizkie espektoei. Esaterako, espekto jarraituak lortu dira espermentuan zehar eta espekto horiei dagozkien erlaxazio gailurrak ez dira zehatz-mehatz teorikoki lortzen direnen berdinak. Landu den kasuan, batetik, espekto jarraituak eskuratu direnez, horiek deskribatuko dituzten distribuzio funtzio jarraituak beharko dira. Bestetik, espermentalki lortutako emaitzak teorikoki lortuko liratekeenekin alderatzeko, bi emaitza motak erlazionatuko dituzten funtzioak bilatu behar dira. Aztertu eta konparatu nahi den ezaugarri garrantzitsua erlaxazio gailur teoriko eta espermentalaren arteko bateragarritasuna da. Gailurra- ren forma, zabalera eta simetrikotasuna behatuko dira.

4.5.1 Espekto jarraituen distribuzio funtzioa

Kontuan hartu da distribuzio funtzioak simetrikoa izan beharko lukeela eta erlaxazio-denboraren batezbestekoan zentratua egon beharko dela. Gainera, funtzioa distribuzio parametro bakarraren bidez deskribatu ahal izatea komeni da. Azkenik, funtzioak erlaxazio gailurra deskribatu behar du erlaxazio-denbora bakarraren kasuan ere. Baldintza horiek beteko dituen distribuzio funtzioa Gaussiarra da. τ_b erlaxazio-denboraren batezbestekoaren bitartez aldagai aldaketa bat egingo da. Erlaxazio-denbora erabili ordez, $z = \ln(\tau/\tau_b)$ aldagai berria erabiliko da. Orain, erlaxazio-denbora logaritmikoan zentratutako funtzioa lortuko da, $z = 0$ baldintza betetzean, hain zuzen. Hortaz, erlaxazio-funtzio normalizatua

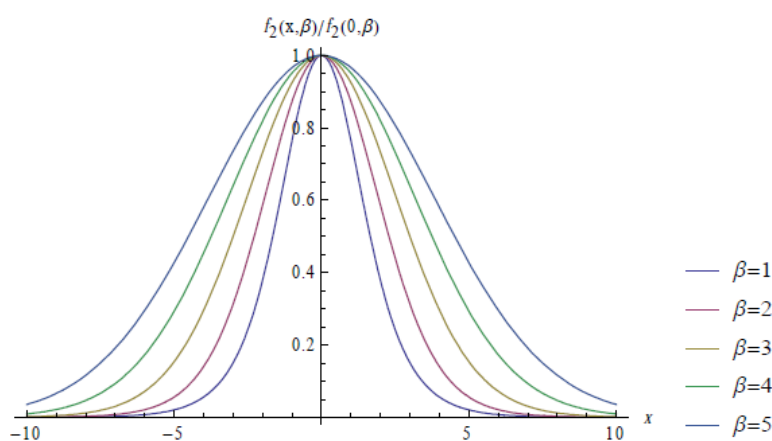
$$\Lambda(z) = \frac{1}{\beta \cdot \sqrt{\pi}} \cdot \exp\left[-(z/\beta)^2\right] \quad (4.12)$$

ekuazioak emandakoa izango da. β parametroak Gaussiar distribuzioaren zabalera neurtzen du, eta horixe da distribuzio funtzioaren parametro bakarra, komeni zen bezala. (4.12) adierazpeneneko distribuzio funtzio Gaussiarraren bidez beste ondoko funtzioak eskuratu daitezke [6]:

$$f_1(x, \beta) \equiv \frac{1}{\beta \cdot \sqrt{\pi}} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\exp\left[-(z/\beta)^2\right]}{1 + \exp[2(x+z)]} \cdot dz \quad (4.13-a)$$

$$f_2(x, \beta) \equiv \frac{1}{2\beta \cdot \sqrt{\pi}} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \exp\left[-(z/\beta)^2\right] \cdot \cosh^{-1}(x+z) \cdot dz \quad (4.13-b)$$

(4.13) funtzioetan, $z = \ln(\tau/\tau_b)$ eta $x = \ln(\omega \cdot \tau_b)$ aldagaiak erabili dira. 4.2 irudiak $f_2(x, \beta)/f_2(0, \beta)$ distribuzio funtzio normalizatua erakusten du, β parametroak funtzioaren zabalera duen eragina garbi ikusten delarik.



4.2 irudia: $f_2(x, \beta)/f_2(0, \beta)$ distribuzio funtzio normalizatuak $x = \log(\omega \cdot \tau_b)$ aldagaiaren funtzioan, β parametroaren balio ezberdinentzat.

Barne-marruskaduraren espekto esperimentalak $1/T$ temperatura alderantzikatua-
ren funtzioan irudikatu ondoren, eta behin aktibazio-entalpia nahiz limiteko erlaxazio-

denbora neurtu direla, 4.4.3 atalean deskribatu den moduan, hurrengo eran jardungo da erlaxazio gailurraren ezaugarriak lortu eta erlaxazio gailur teorikoa eraikitzeko: Debye-ren gailurrari dagokion $\beta = 0$ kasua hartuz, altuera erdiko zabalera kalkulatzen da, horretarako

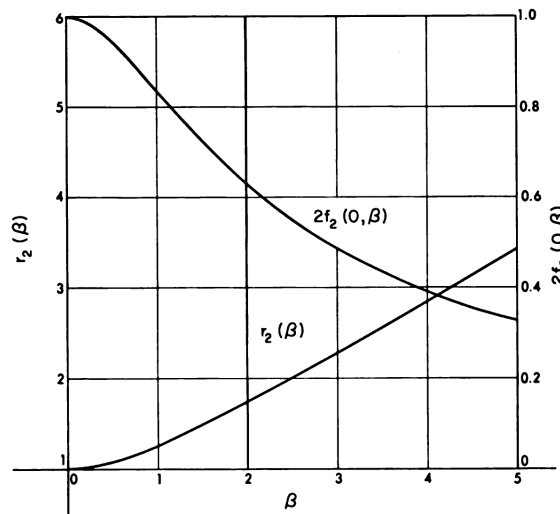
$$\Delta T^{-1}(\beta = 0) = 2.635 \cdot \frac{k_B}{H_{akt}} \quad (4.14)$$

ekuazioa erabiliz. Ondoren, esperimentalki lortutako gailurraren altuera erdiko zabalera neurtuz, datuen gainean zuzenean kalkuluak eginez, $\Delta T^{-1}(\beta)$ lortuko da. Orain, $r_2(\beta)$ gailur esperimentalaren zabalera erlatiboa kuantifikatu daiteke

$$r_2(\beta) \equiv \frac{\Delta T^{-1}(\beta)}{\Delta T^{-1}(0)} \quad (4.15)$$

berdintzarekin.

Erlaxazio gailurraren $r_2(\beta)$ zabalera erlatiboaren balioa kalkulatu ondoren, Nowick eta Berry-k egindako lanean aurkezten diren datuetatik edo datu horiekin eraikitako grafikotik [10] $r_2(\beta)$ -ri dagokion β -ren balioa lortzen da, 4.3 irudian antzematen den moduan.



4.3 irudia: $r_2(\beta)$ eta $2f_2(0, \beta)$ -ren β ldagaiarekiko menpekotasuna ([10]-tik aterata).

Erlaxazio prozesuaren karakterizazioa osatzeko erlaxazio indarraren batezbestekoa kalkulatzen da erlaxazio gailurraren garaiera neurtuz [6]:

$$\bar{A} = 2 \tan \phi_{\max} \quad (4.16)$$

Erlaxazio indarra bolumen unitateko higitzen diren akatsen erlaxazioarekin erlazionatzen da. Bistakoa da barne-marruskaduraren balio handiak antzematen direnean akatsen erlaxazio kopuruak gora egin duelako izango dela.

Erlaxazio prozesua guztiz karakterizatzeko derrigorrezkoak diren magnitudeak ezagunak direla, gailur esperimentalaren forma aztertu behar da. Horretarako, gailur

esperimentala zabalera bereko gailur teorikoarekin alderatuko da. Gailur teorikoa ekuazio honek emandakoa da [6]:

$$\tan \phi(T^{-1}) = \tan \phi_{\max} \cdot \cosh^{-1} \left[\frac{H_{akt}}{r_2(\beta) \cdot k_B} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}} \right) \right] \quad (4.17)$$

non $\tan \phi_{\max}$ erlaxazio gailurraren maximoari dagokion barne-marruskaduraren balioa eta T_{\max} erlaxazio gailurraren maximoari dagokion tenperatura diren. (4.17) ekuazioari dagokion grafikoa gailur esperimentalarenarekin batera eraikiz, erraz egin ahal izango da bi gailurren konparaketa. Hala ere, gailur esperimentalaren forma era xeheagoan ikertzeko, asimetria faktorea ere kalkulatu daiteke, $\alpha(T^{-1})$ magnitudeak emana eta hurrengo moduan adierazten dena:

$$\alpha(T^{-1}) \equiv \frac{(1/T - 1/T_{\max})^{(+)}}{(1/T - 1/T_{\max})^{(-)}} \quad (4.18)$$

Adierazpenaren zenbakitzailea, hau da, $(1/T - 1/T_{\max})^{(+)}$ zatia, gailurraren maximoaren eskuin aldeko zabalera erdia da. Izendatzailea, hots, $(1/T - 1/T_{\max})^{(-)}$ zatia, ezkerreko zabalera erdia da.

4.6 Barne-marruskadurari lotutako fenomenoak

Barne-marruskaduraren espektroak informazio ugari eskaini dezake. Haren joera ezberdinekin erlazionatu daitezkeen fenomenoaren artean solidoaren akatsen erlaxazioa eta egoera aldaketak daude. Fenomeno horiek identifikatzeko, barne-marruskaduraren portaera aztertu behar da. Akatsen erlaxazioari dagokionez, eta 4.4 atalarekin bat etorriz, barne-marruskaduraren maximo batekin erlazionatuko da, baita tenperaturarekiko desplazamendu (termalki aktibaturiko prozesua) batekin ere, maiztasun ezberdinen espektroak aztertzerakoan. Egoera aldaketari begira, solidoaren sarearen estruktura aldaketa gertatuko da. Gainera, azken kasu horretan ere barne-marruskadurak maximoa emango du, nahiz eta aktibazio termikorik ikusiko ez den.

4.6.1 Akats puntualen erlaxazioa

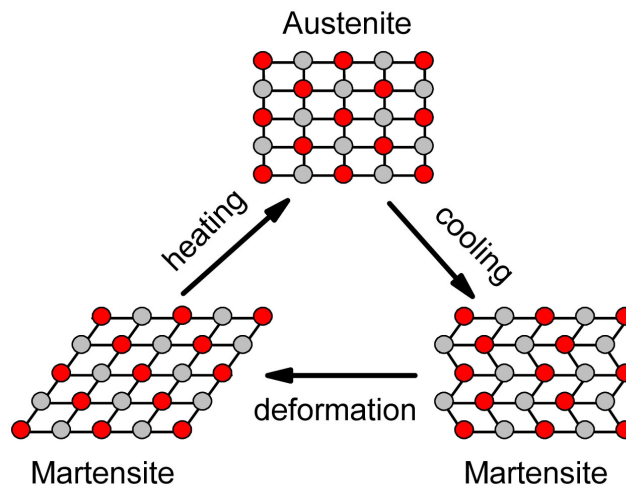
Solidoek orokorrean akatsak erakusten dituzte haien egitura kristalinoan, akats estruktural deiturikoak. Akats estrukturalen artean akats puntualak daude. Akats atomiko suposatuko dira, haien dimentsioengatik eta gainera, oreka termodinamikoan agertzen direla. Akats estruktural puntualik sinpleenen artean sareko posizio hutsak eta posizio gainbeteak daude. Lehenengoaren kasuan, solidoa osatzen duen sarean hutsune bat dago, hots, atomo bat falta da. Bigarrenean, berriz, egon beharko ez lukeen gehiegizko atomo bat dago. 4.4 atalean azaldu da erlaxazio prozesu bat barne aldagai bati lotzen zaiola eta gainera, aldagaia solidoaren akats puntual higikorren kontzentrazioari lotu dakiokela. Solidoa tentsiopean jartzean akatsek egoera egonkor berrietara jotzen dute eta horrek erlaxazio prozesu bat eragingo du: akats puntual higikorrek erlaxazio prozesu batekin erlazionatu daitezke, hortaz. Ez hori bakarrik, aurreko paragrafoan aurreratu den moduan, erlaxazio prozesu horri barne-marruskaduraren maximo bat lotu baitakioke, baita aktibazio termikoa ere.

4.6.2 Transformazio martensitikoa

Transformazio martensitikoa, oro har, difusiorik gabe gertatzen den egoera solidoaren fase aldaketa da, sarearen egituraren transformazioak eraginda. Austenita deritzen egoeratik, egitura Kubikoa Aurpegietan Zentratua duena (ingelesez Face Centred Cubic edo FCC inizialez ezagutzen dena), martensita egoerara igarotzen da, azken honetan, kasuaren arabera, egitura Kubikoa Gorputzean Zentratua (Body Centred Cubic edo BCC) edo Tetragonala Gorputzean Zentratua (Body Centred Tetragonal edo BCT) duena.

Bi transformazio mota bereizten dira. Lehenengoa, difusiozkoa da. Egoera berria soilik atomoen higidura handiek eraginda lortzen da, matrizearen konposizio kimikoa aldatzen baita. Temperatura nahiz denboraren menpeko transformazioa da. Bigarren transformazio mota difusiorik gabekoa da. Atomoen higidurek ez dute handiak izan beharrik. Atomoak birkokatu egiten dira sarean, egitura berri bat eratzeko, aurreko paragrafoan azaldu den bezala, egonkorragoa izango dena. Kasu honetan matrizearen izaera kimikoa ez da aldatzen. Denboraren independentea da, baina ez tenperaturarena.

Martensitari dagokionez ere bi bereizketa egin daitezke: martensita termoelastikoa eta ez-termoelastikoa. Martensita termoelastikoaren kasuan, transformazioak aurrera egiten du, aurreko egoeratik, hozte prozesu batean. Hozte prozesua gelditzean, transformazioa ere gelditzen da. Hoztea berriro martxan jartzean transformazio prozesuak ere aurrera jarraitzen du. Berotzea aplikatzen bazaio, atzerako transformazioa gertatzen da, aurreko egoerara itzuliz, solidoaren sarearen orientazio aldaketaren bidez. Martensita ez-termoelastikoak kontrako portaera erakusten du. Transformazioaren puntu konkretu batera iristean, honek ez du gehiago aurrera egiten hozteak jarraitu arren. Gainera, alderantzizko transformazioa ez da jazotzen sarearen orientazioa aldatuz, nukleazioaren bidez baizik. Hurrengo irudian agertzen da transformazio martensitikoaren eta atzerako transformazio martensitikoaren diagrama, kasu termoelastikoan:



4.4 irudia: transformazio martensitiko eta atzerako transformazioaren diagrama, martensita termoelastikoaren kasuan.

Transformazio martensitikoa ematen da martensitaren energia askea aurreko fasearena baino baxuagoa delako T_0 temperatura kritiko baten azpiko eremuan. Hala ere, transformazioa ez da hasiko T_0 tenperaturan, baxuagoa den M_s tenperaturan baizik, transformazio martensitikoaren hasiera markatzen duen temperatura adierazten duenak. Hozteak jarraitzen duen heinean, transformazio martensitikoak aurrera jarraitzen du, M_f

transformazioaren amaiera zehazten duen temperaturara iristen den arte. Aurkako noranzkoan gertatzen den transformazioa, hots, atzerako transformazioa (austenita egoera lortzen denekoa), M_f baino altuagoa den A_s temperaturan hasiko da, berotze prozesu baten bidez, transformazioa amaituko den A_f temperaturara iritsi arte. A_f temperatura M_s baino baxuagoa da orokorrean, baina ez beti. Transformazio martensitikoaren eta atzerako transformazioaren artean desplazamendu bat ematen da. Histeresia deritzo fenomeno horri. Histeresia zabala (ehundaka gradu Kelvin batzuk) izan hoi da martensita ez-termoelastikoaren kasuan. Martensita termoelastikoarenean histeresia txikia (hamarreko gradu Kelvin batzuk) izango da.

Indargetzeari dagokionez, esperimentu ezberdinetan [1, 8, 9] frogatu da egoera martensitikoak materialaren indargetze ahalmena handitzen duela. Ezaugarri hori barne-marruskaduraren balio altuek iradokitzen dute, bai martensitaren interfaze higikorrei eta baita sareko akats higikorrei lotzen baitzaie. Beraz, ez da harrizkoa izango barne-marruskaduraren espektroan gailurrak agertzea trantsizioa gertatzen den eremuetan. Gainera, prozesuaren itzulgarritasunaren arabera, laginari aplikatzen zaion berotze eta hozte prozesuetan trantsizio horiek agertuko dira. Hala izango ez balitz, prozesua itzulezina dela esan nahiko luke.

Transformazio martensitikoari buruzko azken aipamen modura zera esango da, transformazioari dagokion gailurrak ez duela termikoki aktibaturiko prozesua jarraitzen eta gainera, haren anplitudea edo garaiera, laginari ezarritako tentsioaren maiztasunaren alderantzizko proportzionala izango dela orokorrean, proposatutako ereduaren arabera, hurrengo adibideek (proposamen zerrenda zabalagoa [9]-n) erakusten duten bezalaxe:

$$\tan \phi(T) = \frac{K\mu\dot{T}}{\omega} \cdot \frac{dn}{dT} \quad (4.19)$$

K konstante bat da, μ ebakidura modulua, \dot{T} temperatura tasa (temperaturaren denborarekiko deribatua), ω maiztasun angeluarra eta n transformazio bolumen zatikiarra (transformazioan egoera batetik bestera igarotako bolumen portzentaia) direlarik. Bestalde,

$$\tan \phi(T) = \frac{A\dot{T}}{\omega} \cdot \frac{dn}{dT} \quad (4.20)$$

A konstantea delarik. Barne-marruskaduraren espektroetan transformazio gailurren anplitudeek gora egiten dutela ikusi beharko da maiztasuna txikitzen den heinean.

5 Prozedura

Esperimentua gauzatzeko aztertuko den lagina prestatu behar da, noski. Prozesu konkretua erabili da horretarako. Bestalde, lagina ikertzeko teknika zehaztuko da matrizearen ezaugarriak modurik optimoenean eskuratzeko eta laborategiko tresneria ere gertu beharko da. Azkenik, datuen analisisa egiteko prozedura zehaztuko da.

5.1 Material metaliko egokiaren ekoizpena

Indargetze handiko konposatu metalikoa forma-memoriadun Cu-Al-Ni aleazioko hautsetan oinarrituz prestatu da. Horretarako, Cu-Al-Ni hautsak Tefloizko tubo baten azpian ezartzen dira, hutsean. Materialaren (Sn-9 wt.% In) matrizeak ere tuboan sartzen dira. Muntaia berotzen da, denbora labur batez (≈ 3 min) presio moderatuean ezarriz. Azkenik, muntaia uretan hozten da, Cu-Al-Ni partikulak materialaren matrizeetan distribuitzen direlarik. Erabilitako matrizea Sn-9 wt.% In izanik, lortu den konposatua Cu-Al-Ni (Sn-9 wt.% In) da. Cu-Al-Ni hautsek eta matrize egokiek indargetze ahalmena hareagotzen dizkiote materialari. Hala ere, berriro azpimarratu nahi da, aurrerago aipatu den moduan, lan honetan matrizea dela aztertu den lagina, ez konposatua.

5.2 Karakterizazio teknika

Espektroskopia Mekanikoa erabili da tortsio-pendulu azpierresonante baten bidez gauzatua. Sn-9 wt.% In matrizearen laginari 60 K/h tasako hozte eta berotze ziklo bat aplikatu zaio, tortsio-pendulu azpierresonanteak tentsio oszilakorraren eraginpean jarri duelarik bitartean. Konstante mantendu diren maiztasun ezberdinak erabili dira ziklo bakoitzean. Zikloaren tenperatura absolutu maximoa eta minimoa, gutxi gora behera, eta erabilitako maiztasunak hurrengo taulan bildu dira:

Temperatura	Maiztasunak (Hz)	
$T_{\max} \approx 455$ K	3.00	
	1.00	
	0.30	
	$T_{\min} \approx 140$ K	0.10
		0.03
		0.01

5.1 taula: hozte eta berotze zikloen tenperatura maximo eta minimoak (gutxi gora behera) eta erabilitako maiztasunak.

5.3 Neurturiko magnitudeak

Laginari maiztasun bakoitzeko tentsioa hozte eta berotze zikloan aplikatu zaion bitartean, hainbat magnitude neurtu dira. Tenperatura absolutua, tortsio-penduluak aplikatutako tentsioaren eta laginaren deformazioaren arteko desfase angeluarra, barne-marruskadura, bariazio-modulu dinamikoa eta igarotako denbora dira neurtu diren magnitude garrantzitsuenak.

5.4 Zarata elektronikoaren deuseztapena

Neurketak egiteko erabili den tresneriak zarata elektronikoa deritzon perturbazioa ekartzen die datu esperimentalei. Zarata horrek datuak kutsatzen ditu, eta txikia den arren, komenigarria da zarata hori deusezteko benetako espektroak eskuratzeko. Zarata elektronikoa ezberdina da maiztasun bakoitzerako, eta banan-banan neurtu dira. Hala ere, zarata konstantea denez maiztasun bakoitzerako, ez du gehiegizko arazorik ematen datuetatik deuseztatzen. Hurrengo taulan biltzen dira neurtutako zarataren balioak, barne-marruskadurari dagokionez, maiztasun bakoitzerako:

Maiztasuna (Hz)	Zarata Elektronikoa (Barne-marruskadura)
3.00	0.004505700
1.00	0.001501900
0.30	0.000450570
0.10	0.000150100
0.03	0.000045057
0.01	0.000015019

5.2 taula: esperimentua gauzatzeko aparatu elektronikoek barne-marruskadurari eragindako zarata maiztasun bakoitzean.

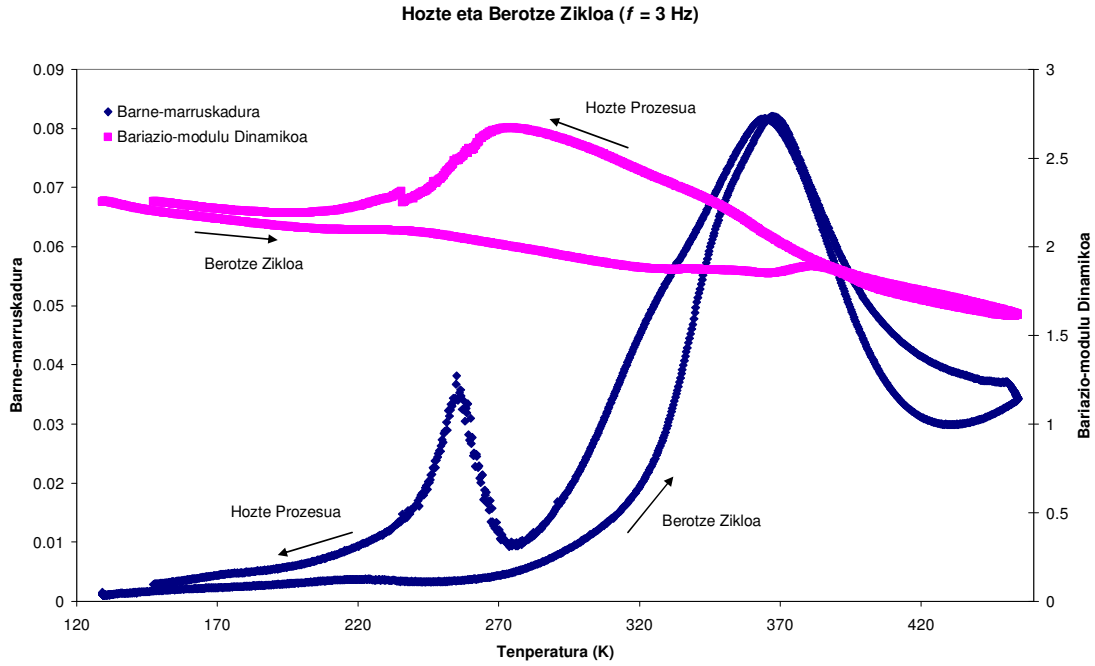
Behin zarata elektronikoa espektro guztietatik deuseztatu dela, barne-marruskaduraren espektro zuzenak eskuratu dira.

5.5 Datuen analisisa

Espektroskopia mekanikoaren teknikan oinarrituz egin da laginaren azterketa. Teknika horrekin neurtutako datuen analisisa egiteko pausoak hurrengo lerroetan zehaztu dira. Pauso horiek jarraituz eskuratu ahal izan dira teoriaren atalean deskribatu diren magnitude nahiz grafikoak.

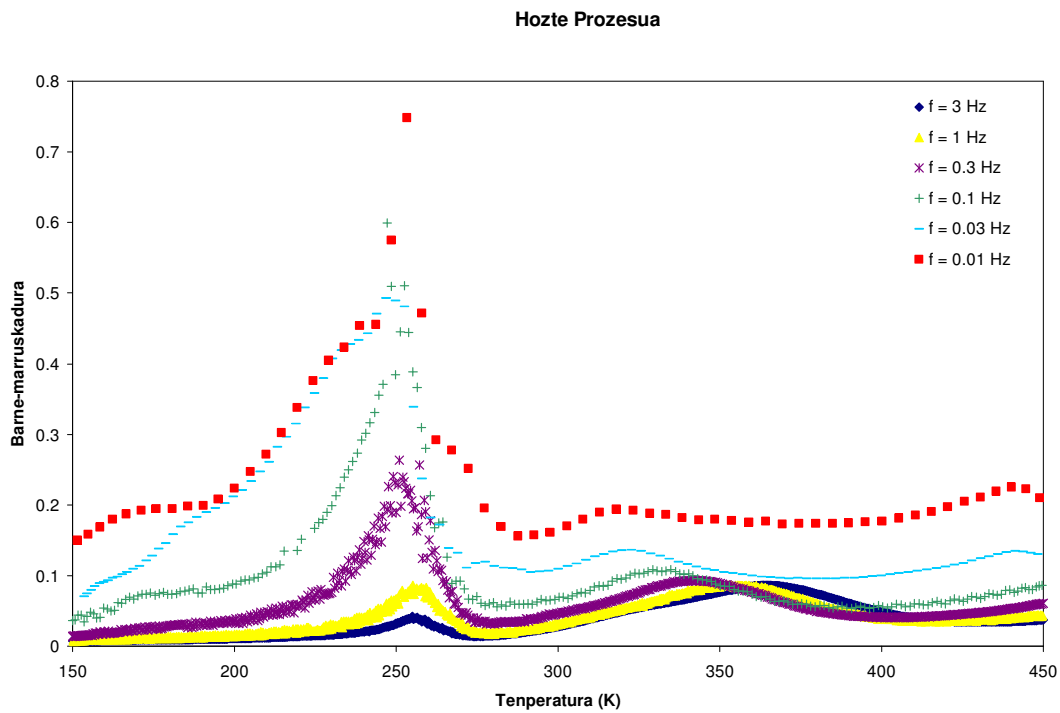
5.5.1 Hozte eta berotze zikloen espektroak

Esperimentuan zehar neurtutako datuak bildu eta gero, maiztasun bakoitzerako temperatura absolutuaren funtzioan irudikatu da barne-marruskadura, baita bariazio-modulu dinamikoa ere. 5.1 irudian $f = 3$ Hz maiztasunari dagozkion espektroak adierazi dira. Hozte eta berotze zikloaren espektroez gain, prozesu bakoitza (berotze prozesua eta hozte prozesua) bereizirik agertzen dituzten barne-marruskaduraren grafikoak ere eraiki dira maiztasun bakoitzerako, analisisa erraztearren. 5.2 irudian hozte prozesuari dagokion barne-marruskaduraren espektro multzoa aurkezten da. 5.3 irudian berotze prozesukoak.



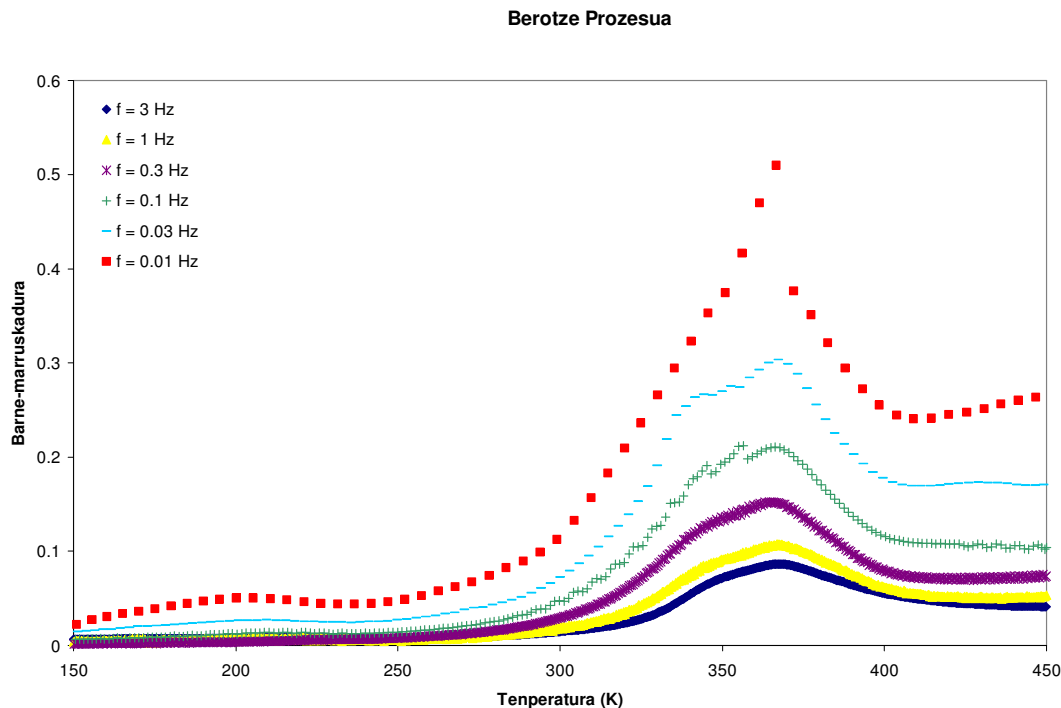
5.1 irudia: barne-marruskadura eta bariazio-modulu dinamikoa temperaturaren funtzioan, hozte eta berotze zikloan zehar ($f = 3$ Hz).

Aipatu den moduan, 5.1 irudian barne-marruskadurarekin batera bariazio-modulua irudikatu da. Ikusten denez, propietate elastikoen aldaketa ebidentek erakusten dira barne-marruskaduraren gailurren inguruan. Garbi dago aldaketa horiek eragiten dituzten prozesuak direla laginaren propietate elastikoak aldatzen dituztenak.



5.2 irudia: barne-marruskadura temperaturaren funtzioan, hozte prozesuan zehar (maiztasun guztientzat).

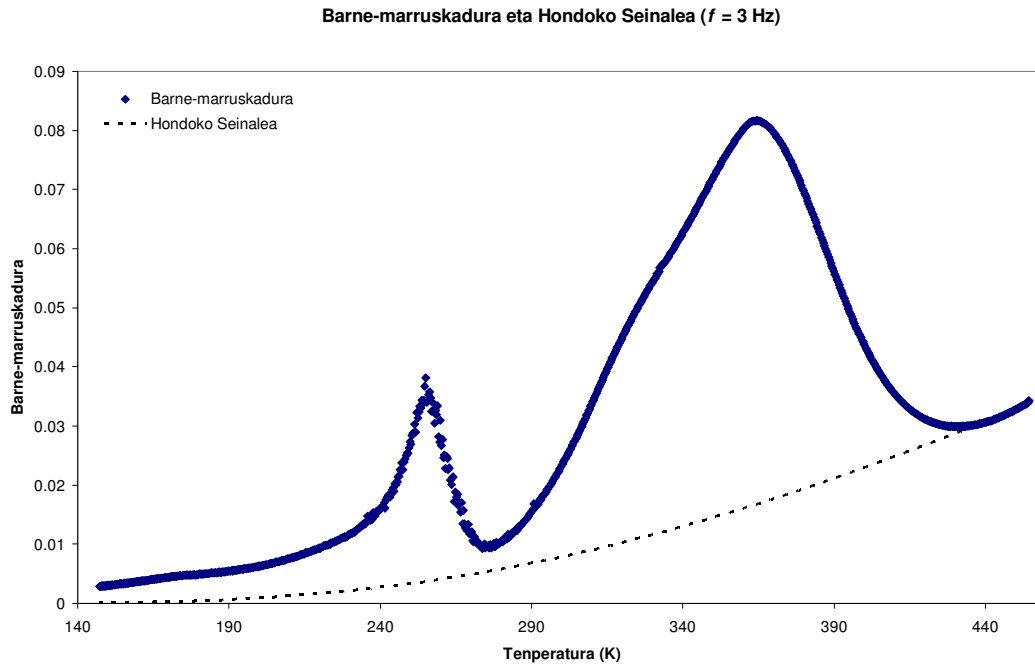
Grafiko horietatik egin daitekeen analisisan gehiegi sartu gabe, lehenengo ezau-garriak bistan geratzen dira. Hozte prozesuari dagokionez, argi eta garbi bereizten dira espektro guztietan barne-marruskaduraren bi gailur. Bata 250 K inguruan kokatua dago. Ez da termalki aktibatutako prozesuari dagokion gailurra eta erabilitako tentsioaren maiztasuna jeisten den heinean gailurraren anplitudea handitzen da. Gailur hori, beraz, egoera trantsizio batekin lotu daitekeela esan daiteke, teoriako 4.6 atalean aztertu den bezala. Bigarren gailurra 320 K eta 365 K bitartean kokatzen da, maiztasunaren arabera. Bestalde, berotze prozesuan, gailur bakarra ageri dela dirudi. Hala ere, bi gailur gainezarrita daudela esan liteke, gailurrak ondo behatuz. Aurrerago aztertuko da ezaugarri berezi hori sakonago, 5.5.4 atalean, zehazki.



5.3 irudia: berotze prozesuko barne-marruskaduraren espektroak temperaturaren funtzioan (maiztasun guztientzat).

5.5.2 Hondoko seinalearen (*background*) tratamendua

Laginaren barne-marruskaduraren espektroetan hondoko seinale bat agertzen dela nabari da, espektroei joera gorakorra ekartzen diena. Ez da nahastu behar 5.4 atalean tratatu den zarata elektronikorekin, zeina neurketak egiteko erabili diren aparatu elektronikoei eragiten duen. Atal honetan ikertuko den hondoko seinaleak beste iturri bat du: iturria lagina bera da. Laginean ematen diren prozesuek eragiten dute, atomoen bibrazioek, zehazki. Seinale honek espektroari joera esponentziala ekartzen diola ikusi da eta benetako barne-marruskaduraren balioak neurtuko badira, derrigorrezko bihurtzen da seinalea filtratzea. Hemen, hozte prozesuko espektroak tratatu dira, bertatik lortuko baitira proiektuko neurketarik garrantzitsuenetarikoa. Adibide argigarri modura, 5.4 irudian, barne-marruskaduraren espektro bat eta hari dagokion hondoko seinalearen estimazioa irudikatu dira.



5.4 irudia: barne-marruskaduraren espektroa eta haren hondoko seinalearen estimazioa ($f = 3$ Hz).

Izan bitez $y'(x_i)$ eta $y(x_i)$, $i = 1, 2, \dots, n$ (maiztasunaren arabera n -k balio ezberdina hartu dezakeelarik), i -garren zuzendu gabeko barne-marruskaduraren balioak eta barne-marruskaduraren hondoko seinalearen balioak, hurrenez hurren. $\tan \phi$ barne-marruskaduraren balio zuzenduak

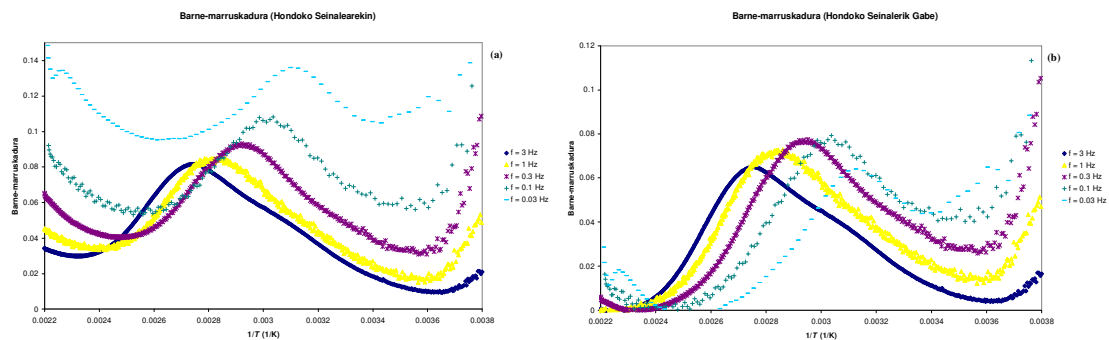
$$\tan \phi = y'(x_i) - y(x_i) \quad (5.1)$$

adierazpenak definitzen ditu.

Espektroen tendentzia-kurbak eta tendentzia-ekuazioak lortzea da lehenengo pausoa, haiek definitzen baitute hondoko seinalea. Horretarako, maiztasun bakoitzeko hozte prozesuko espektroak tenperatura alderantzikatuaren funtzioan irudikatu eta tenperatura altuaren eremuko datu multzo mugatuak erabiliz espektroen joerak lortu dira, maiztasun bakoitzerako. Horrela, joeraren ekuazioa lortzen da, hau da, tendentzia-ekuazioa.

Bigarren pausoa, tendentzia-ekuazioak erabiliz tendentzia-kurbei dagozkien balioak kalkulatzeko da, horretarako, maiztasun bakoitzeko hozte prozesuko tenperatura alderantzikatua ekuazioaren aldagaiarekin ordezkatzuz.

Azkenik, lortutako tendentzia-kurben balioak (5.1) ekuazioak deskribatu bezala zuzendu gabeko balioei kenduz, barne-marruskaduraren balio zuzenduak (seinalerik gabekoak) lortu dira. Pauso hauek burutu ostean, barne-marruskaduraren datuen balio zuzenak jaso eta hondoko seinalerik gabeko grafikoak eraiki daitezke. Tendentzia-kurba eta tendentzia-ekuazioa *Microsoft Excel* kalkulu-orriko *tendentzia-lerroa* aplikazioaren bidez lortu dira. 5.5 irudian hondoko seinalea kendu aurretik eta kendu ondorengo barne-marruskaduraren espektroak ageri dira, seinalearen eragina garbi ikusten delarik.



5.5 irudia: barne-marruskaduraren espektroen xehetasuna, hondoko seinalearekin (a) eta hondoko seinalerik gabe (b).

Barne-marruskaduraren espektroei hondoko seinalea kendu aurreko eta ondorengo espektroen grafikoak behatuz argi eta garbi nabari da seinalearen eragina, baita hura tratatzeko garrantzia ere, benetako barne-marruskaduraren balioak eskuratuko badira.

5.5.3 Erlaxazio prozesuaren analisia

Frekuentzia ezberdinei dagokien espektroa aztertuz, 5.2 irudian antzeman zitekeen bezala, espektroen artean antzeko joerak nabari direla ikusten da. Esaterako, gutxienez bi maximo bereizi daitezke espektro guztietan, lehenengoa 250 K inguruan eta bigarrena, 320 K eta 365 K bitartean. Hala ere, joera horien nondik norakoak ez dira inolaz ere berdinak. Erraz nabarmentzen da barne-marruskaduraren balioak ez direla beti magnitude berekoak. Oraindik are interesgarriagoa dena, espektroek ez dituzte tenperatura berdinetan joera konkretu horiek agertzen. Hori bigarren gailurrari begira baieztazen da. 4.4.3 azpiatalean dagoeneko aipatu da maiztasuna aldatu ahala erlaxazio prozesu bati dagokion gailurraren maximoaren tenperatura ere aldatuko dela eta aldaketa hori Arrhenius-en legearen arabera deskribatu daitekeela. Hori oinarritzat hartuz espektroan agertzen diren 320 K eta 365 K bitarteko gailurren tenperaturarekiko desplazamendua erlaxazio prozesu batekin identifikatuko da.

Atal honetan aztergai izango da espektroetan ageri den bigarren maximoa, 320 K eta 365 K bitartean kokaturik daudenak, hain zuzen. Erlaxazio gailur izendatuko da hementik aurrera eta bertatik lortu ahal izango da lan honetan jorratzen den informaziorik baliagarrienetarikoa.

5.5.3.1 Erlaxazio prozesuaren aktibazio termikoa

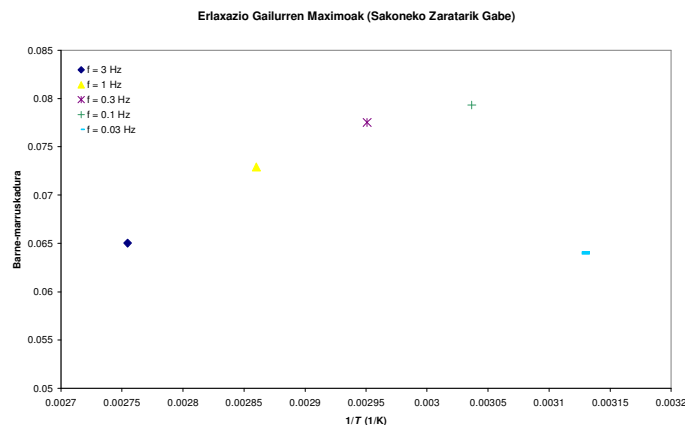
Lehenengo hurrats modura, erlaxazio prozesuaren tenperaturarekiko menpekotasuna badagoela frogatuko da. Maiztasun bakoitzeko erlaxazio gailurrari dagokion barne-marruskaduraren balio maximoa bilatu da eta balio horiei dagozkien tenperatura alderantzikatuaren funtzioan adierazi dira grafiko batean. Tenperatura alderantzikatua erabili da, haren menpekotasuna erakusten duten (4.9-4.11) ekuazioetara joko baita datoren azpiatalean.

Hurrengo taulan (5.3 taula) maiztasun bakoitzari dagokion erlaxazio gailurreko barne-marruskaduraren balio maximoa eta haren tenperatura alderantzikatuak bildu dira. Datu horiekin eraiki da 5.6 irudiko grafikoa, bertan nabarmentzen delarik aurrerago azaldu den erlaxazio-gailurraren desplazamendua tenperaturaren ($f = 0.01$ Hz maiztasunaren datuak alderatu dira, hurrengo azpiatalean azalduko den bezala, datu horietatik eskuratuko diren magnitudeen zehaztasuna hondatuko baitute). Teoriaren atalean aurreikusitako portaera argi nabari da orain: maiztasuna igo ahala, tenperatura altuagoetara jotzen

dute gailurrek. Hemendik ondorioztatzen da prozesua termalki aktibatzen dela, hots, prozesua tenperaturaren menpekoa dela. Dagoeneko aipatu den moduan, prozesu mota horiek Arrhenius-en legeak deskribatu ditzazke. Hortaz, lege hori aplikatuko da 5.5.3.2 azpiatalean prozesuaren ezaugarri garrantzitsuak kalkulatzeko.

f (Hz)	$\tan\phi$	$1/T$ (1/K)
3.00	0.06503587	0.00275441
1.00	0.07290218	0.00286022
0.30	0.07753123	0.00295102
0.10	0.07932413	0.00303670
0.03	0.064017826	0.00312701

5.3 taula: maiztasun bakoitzeko erlaxazio gailurren barne-marruskaduraren balio maximoak eta horiei dagozkien tenperatura alderantzikatuak.



5.6 irudia: erlaxazio gailurren balio maximoak. Antzeman daiteke maximoen desplazamendua tenperaturan zehar.

Aurkeztu den 5.6 irudia aztertuz, $f = 0.03$ Hz maiztasuneko kasuan portaera ezberdina dagoela dirudi. Erlaxazio gailurren lehenengo lau maximoek antzeko joera gorakorra jarraitzen dute, baina azkenak joera anomalo bat erakusten du. Gainera, erlaxazio gailurrak osorik beatuz, 5.5-b irudiko xehetasunean ikusi daitekeen bezala, lehenengo lau gailurrek ($f = 3$ Hz, $f = 1$ Hz, $f = 0.3$ Hz eta $f = 0.1$ Hz) joera konkretua jarraitzen dutela ikusi daiteke: joera gorakorra eta gailurren paralelotasuna nabaritu daiteke. Laugarren gailurrak, hots, $f = 0.03$ Hz maiztasuneko kasuak, berriz, bi ezaugarri horiek hausten ditu. Baieztatu daiteke lehenengo lau maiztasunen kasuei dagozkien gailurrek prozesu bera azaltzen dutela. $f = 0.03$ Hz kasuan, ezin da, printzipioz, gauza bera esan. Prozesu bera izan liteke, baina komenigarria dirudi kasu hori baztertzea. Esan daiteke portaera berezi hori 250 K inguruan zentraturiko gailurrarekin duen hurbiltasunak eragiten diola. Agian, gailur hori erlaxazio gailurrari gehiegi gainezartzen zaiolako ematen da fenomeno hori.

5.5.3.2 Aktibazio-entalpiaren eta limiteko erlaxazio-denboraren neurketa

Erlaxazio gailurren maximoen tenperaturarekiko joera tratatuz informazio ugari lortzen da. Aktibazio-entalpia (H_{akt}) eta limiteko erlaxazio-denbora (τ_0), adibidez, magnitude garrantzitsuak dira. Gogoan izan behar da aktibazio-entalpia prozesu bat

martxan jartzeko energia minimoa dela. Sistema bat energia potentzial bati lotuta badago, potentzial hori gaintzeko energia da aktibazio-entalpia. Bestalde, erlaxazio-denborak, prozesuaren iraupena mugatuko du. Hortaz, erlaxazio prozesuari dagokionez, haren aktibazio-entalpia nahiz limiteko erlaxazio-denbora neurtuko dira. Hori egin ahal izateko, eskura diren magnitudeen erlaxazio agertuko duen ekuazioa behar da. Esperimentuan erabilitako tortsio-penduluaren maiztasuna tenperaturarekin, aktibazio-entalpiarekin eta erlaxazio-denborarekin erlazionatzen dituen ekuazioa Arrhenius-en ekuazio logaritmikoa (4.11) da:

$$\ln(\omega \cdot \tau) = \ln(\omega \cdot \tau_0) + \frac{H_{akt}}{k_B T}$$

Oinarri aldaketa eginez, logaritmo nepertarretik 10 oinarriko logaritmora pasatu daiteke aurreko ekuazioa

$$\log_a(b) = \frac{\log_c(b)}{\log_c(a)} \Rightarrow \log(b) = \frac{\ln(b)}{\ln(10)}$$

Beraz,

$$\log(\omega \cdot \tau) = \log(\omega \cdot \tau_0) + \frac{H_{akt}}{\ln(10) \cdot k_B \cdot T}$$

Kontuan hartuz $\omega \cdot \tau = 1$ (erlaxazio gailurraren maximoaren baldintza) eta $\omega = 2\pi \cdot f$ direla,

$$\log(1) = \log(2\pi \cdot f \cdot \tau_0) + \frac{H_{akt}}{\ln(10) \cdot k_B \cdot T}$$

$$0 = \log(f) + \log(2\pi \cdot \tau_0) + \frac{H_{akt}}{\ln(10) \cdot k_B \cdot T}$$

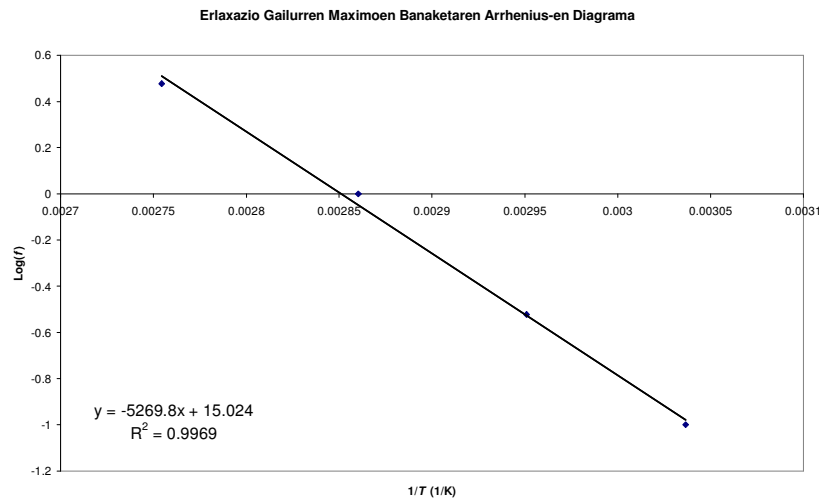
$$\log(f) = -\log(2\pi \cdot \tau_0) - \frac{H_{akt}}{2.3026 \cdot k_B \cdot T} \quad (5.2)$$

non f maiztasuna, τ_0 limiteko erlaxazio-denbora, H_{akt} aktibazio-entalpia, k_B Boltzmann-en konstantea eta T tenperatura absolutua diren. Arrhenius-en ekuazioaren forma logaritmikoa da aurrekoa, eta funtzio lineal bat adierazten du.

Lehenago aurkeztu den 5.5.3.1 azpiataleko 5.3 taulako maiztasunen logaritmoak (10 oinarrian) kalkulatu dira eta balio horiek nahiz taulan bildutako erlaxazio prozesuko maximoei dagozkien tenperatura alderantzikatuak erabili dira grafiko berri bat eraikitzeko ($f = 0.03$ Hz kasua baztertu dela kontuan izan behar da). Datu berri horiek 5.4 taulan daude gordeta. $f = 0.01$ Hz maiztasunari dagokion datua alboratu da Arrhenius-en lege logaritmikoak aurreikusten duen datuen tendentzia lineala apurtzen duela nabaritu baita. Horrek, neurtu nahi diren magnitudeei errore handiegia ekarriko die (ez da erakutsiko kasu horri dagokion inongo grafiko edo kalkulurik). 5.4 taulako datuekin 5.7 irudiko grafikoa adierazi da. Grafikoan, datuen tendentzia-kurba eta haren ekuazioa edo erregresio lineala kalkulatu dira. Espero zen bezala, logaritmoak hartuta, menpekotasun lineala agertzen dute erlaxazio gailurreko balio maximoek.

Log(f)	$1/T$ (1/K)
0.47712125	0.00275441
0.00000000	0.00286022
-0.52287875	0.00295102
-1.00000000	0.00303670

5.4 taula: maiztasunen logaritmoak eta erlaxazio gailurren maximoei dagozkien temperatura alderantzikatuak.



5.7 irudia: maiztasunen logaritmoak erlaxazio gailurren maximoei dagozkien temperatura alderantzikatuaren funtzioan, datu horien erregresio linealarekin batera.

Kalkulatu den erregresio linealaren ekuazioa hurrengoa izan da:

$$y(x) = -5269.8x + 15.024 \quad (5.3)$$

non x eta y aldagaiek T^{-1} temperatura alderantzikatua eta $\log(f)$ maiztasunaren 10 oinarriko logaritmoa adierazten duten, hurrenez hurren. Kalkulatu ahal izan diren erroreak, zifra esanguratsu bakarrarekin, bestalde, hauek dira:

$$\Delta y_1 = 200$$

$$\Delta y_2 = 0.6$$

Δy_1 maldarekin lotutako koefizientearen errorea da, Δy_2 zuzenak ordenatua mozten duen puntuarekin lotutako koefizientearen errorea den bitartean. Erregresio lineala honela geratzen dira:

$$y(x) = (-5300 \pm 200)x + 15.0 \pm 0.6$$

Orain, (5.2) eta (5.3) adierazpenak erabiliz, ekuazio-sistema erraz ebatzi daiteke bi ekuazioak berdinduz. Erregresio linealaren maldarekin, hots, temperatura alderantzikatua duen adierazpenarekin, aktibazio-entalpia kalkulatu da

$$\frac{H_{akt}}{2.3026 \cdot k_B \cdot T} = \frac{5300}{T}$$

$$H_{akt} = 5300 \cdot (2.3026 \cdot k_B)$$

$$H_{akt} = 12203.78 \cdot k_B$$

$k_B = 8.6173324(78) \cdot 10^{-5} \text{ eV} \cdot \text{K}^{-1}$ baliokoa izanik [12]:

$$H_{akt} = 1.052 \text{ eV}$$

Zuzenak ordenatua moztzen duen puntuak (5.2 ekuazioaren eskuineko atalaren lehenengo batugaiak) limiteko erlaxazio-denbora kalkulatzeko ahalbidetzen du:

$$-\log(2\pi \cdot \tau_0) = 15.0$$

$$\tau_0 = \frac{10^{-15.0}}{2\pi} \text{ s}$$

Erroreak kalkulatu behar dira orain, erregresio linealaren Δy_1 eta Δy_2 erroreak eta Boltzmann-en konstantearen $\Delta k_B = 9 \cdot 10^{-7} \text{ eV} \cdot \text{K}^{-1}$ [12] errorea erabiliz. Aktibazio-entalpiaren errorea honela zehaztuko da:

$$\Delta H_{akt} = \sqrt{\left(\frac{\partial H_{akt}}{\partial y_1}\right)^2 \cdot (\Delta y_1)^2 + \left(\frac{\partial H_{akt}}{\partial k_B}\right)^2 \cdot (\Delta k_B)^2}$$

$$\Delta H_{akt} = 0.04 \text{ eV}$$

Bestalde, limiteko erlaxazio-denboraren kasuan beste era honetan jardungo da:

$$\tau_0 = \frac{10^{(-15.0 \pm 0.6)}}{2\pi} \text{ s}$$

Beraz, emaitza guztiak batera idatziz, erlaxazio prozesuaren aktibazio-entalpia eta limiteko erlaxazio-denbora (bakoitzaren erroreekin) definiturik gelditzen dira:

$$H_{akt} = (1.05 \pm 0.04) \text{ eV}$$

$$\tau_0 = \frac{10^{(-15.0 \pm 0.6)}}{2\pi} \text{ s}$$

5.5.3.3 Erlaxazio gailurraren karakterizazioa

Aktibazio-entalpia eta limiteko erlaxazio-denbora kalkulatu direla, erlaxazio gailurra karakterizatu behar da. Debye-ren prozesuarekin aldatu nahi da, eredu horrekin deskribatu daitekeen jakiteko, eskaintzen duen sinpletasunagatik eta eredu horretan oi-

narritu baita solidoaren deskribapen anelastikoa. Lehenik eta behin, Debye-ren gailurra-
ren altuera erdiko zabalera kalkulatu da. Horretarako, (4.14) ekuazioa erabiliko da:

$$\Delta T^{-1}(\beta = 0) = 2.635 \cdot \frac{k_B}{H_{akt}}$$

Aktibazio-entalpiaren balioa sartuz,

$$\Delta T^{-1}(\beta = 0) = 0.00021221 \text{ (1/K)}$$

Hau egin ondoren, $r_2(\beta)$ gailur esperimentalaren zabalera erlatiboa kalkulatu da
(4.15) adierazpenaren bidez:

$$r_2(\beta) \equiv \frac{\Delta T^{-1}(\beta)}{\Delta T^{-1}(0)}$$

Debye-ren gailurrari dagokion zabalera (4.14) ekuazioa erabiliz kuantifikatu da. Espe-
rimentalki lortutako gailurren zabalera, ordea, eskuratutako datuetatik atera dira.
Orain, Nowick eta Berry-k erabilitako datuetan oinarrituz [10] neurtzen da $r_2(\beta)$
konkretu bati dagokion β -ren balioa.

Gailurren simetrikotasuna ere neurtu da. (4.18) adierazpenak agertzen duen be-
zala, gailurren maximoen eskuin eta ezker aldeko zabalera erdien zatiketarik emango du
simetrikotasuna:

$$\alpha(T^{-1}) \equiv \frac{(1/T - 1/T_{\max})^{(+)}}{(1/T - 1/T_{\max})^{(-)}}$$

Erlaxazio gailurrak karakterizatzen dituzten parametroak 5.5 taulan laburtu dira.
Bertan, maiztasun bakoitzerako eskuraturiko $r_2(\beta)$ gailurren zabalera erlatiboak, β za-
balera parametroak, $\alpha(T^{-1})$ asimetria faktoreak eta $\bar{\Delta}$ erlaxazio indarren balioak aurki-
tzen dira.

f (Hz)	$r_2(\beta)$	β	$\alpha(T^{-1})$	$\bar{\Delta}$
3.00	3.32684284	4.80	-1.88970569	0.13007174
1.00	3.32772756	4.80	-1.446400584	0.14580436
0.30	3.30936421	4.75	-1.18377243	0.15506246
0.10	3.30835698	4.75	-1.06137986	0.15864826

5.5 taula: maiztasun bakoitzeko erlaxazio gailur esperimentalaren zabalera erlatiboa, zabalera parametroa, asimetria
faktorea eta erlaxazio indarra.

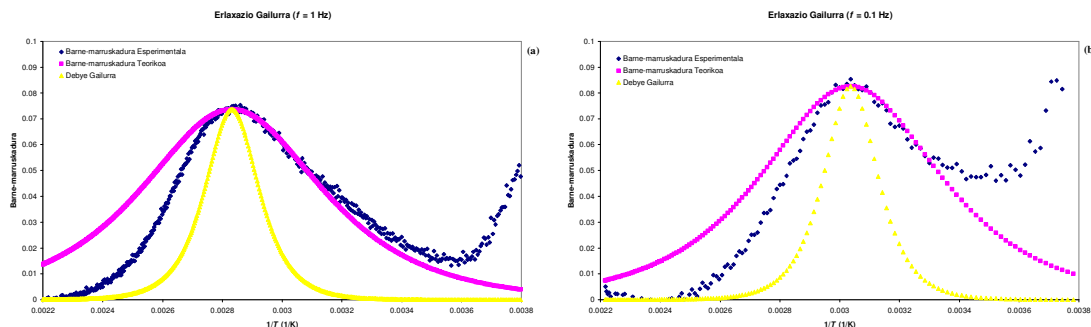
Dagoeneko ezagunak direnez erlaxazio gailurra karakterizatzeko magnitude eta parame-
troak, azken pausoa erlaxazio gailur esperimentalek duten zabalera berdineko gailur
teorikoak edo, hobeto esanda, distribuzio gailurrak eraikitzea da (4.16) ekuazioarekin:

$$\tan \phi(T^{-1}) = \tan \phi_{\max} \cdot \cosh^{-1} \left[\frac{H_{akt}}{r_2(\beta) \cdot k_B} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}} \right) \right]$$

Bestalde, $\beta = 0$ balioari dagokion Debye gailurrak ere eraiki dira. Horretarako, (4.17) ekuazioan aldaketa bat egitea besterik ez da behar: $r_2(\beta)$ ekuaziotik kendu ezkerro, lehenengo hurbilketan Debye-ren gailurrari dagokion adierazpena [6] lortzen da:

$$\tan \phi(T^{-1}) = \tan \phi_{\max} \cdot \cosh^{-1} \left[\frac{H_{akt}}{k_B} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}} \right) \right] \tag{5.4}$$

Hiru espeketroak (Debye-ren gailurra, distribuzio gailurra eta gailur esperimental) batera jarritz, konparaketak errazago egin daitezke. Garbi ikusten da, zoritxarrez, gailur esperimental eta teorikoak ez direla bateragarriak. Seguru aski 250 K inguruan zentratutako gailurrak du horretan zerikusirik. Gailur horren eta erlaxazio gailurren arteko hurbiltasuna dela eta, bien ekarpenak gainezartzen dira, erlaxazio gailurra kutsatuz. 5.8 irudian adibide pare bat aurkezten da.



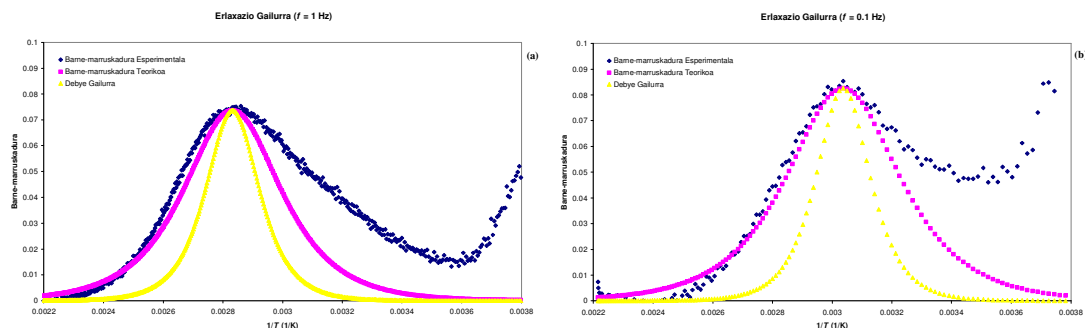
5.8 irudia: Erlaxazio gailur esperimental eta teorikoak gainezarriak Debye-ren ($\beta = 0$) gailurrarekin batera, $f = 1$ Hz (a) eta $f = 0.1$ Hz (b) maiztasunei dagozkienak.

Lortu diren gailur teorikoen ezaugarriak antzekoak diren arren (kasu guztietan zabalera erlatiboak ia berdinak dira), eskuzko doiketa baten bidez gailurren bateragarritasuna handitu da. Horretarako, besterik gabe, gailurren zabalera erlatiboak (edo zabalera parametroak) aldatu dira, 5.6 taulan ageri direnak, haien itsura egokiak eskuratu arte. Hala ere, erlaxazio prozesuaren gainontzeko ezaugarriak ontzat hartu daitezke berau deskribatzeko.

f (Hz)	$r_2(\beta)$	β
3.00	1.8	2.2
1.00	1.8	2.2
0.30	2.2	2.85
0.10	2.1	2.75

5.6 taula: doiketa berriaren zabalera erlatiboaren eta zabalera parametroaren balioak.

Ezaugarri berri horiekin emaitza hobekiago lortu dira. Ikusten da, gainera, 250 K inguruko gailurretik urrunago dagoen erlaxazio gailurraren aldean hobeto doitzen direla gailur experimental eta teorikoak (espero beharko litzatekeen moduan), ekarpen txikiagoa baitu lehenengo horrek eremu horretan. 5.9 irudian doiketa berriaren adibide pare bat ikusi daiteke.

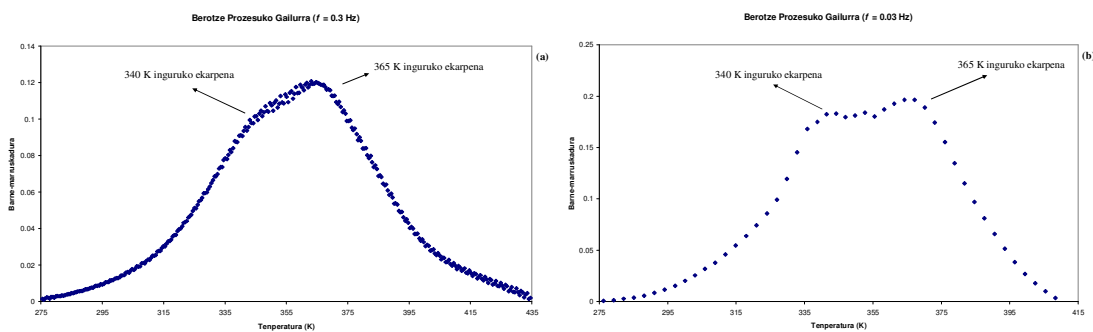


5.9 irudia: Erlaxazio gailur experimental eta teorikoak gainezarrita, Debye-ren ($\beta = 0$) gailurrarekin batera, $f = 1$ Hz (a) eta $f = 0.1$ Hz (b) maiztasunei dagozkienak, eskuzko doiketaren ondoren.

5.5.4 Berotze eta hozte prozesuetako gailurren analisia

Aurreko ataletan ikusi da barne-marruskaduraren espektroetan fenomeno ezberdinei lotuta bi gailur agertzen direla. Gailur horiek, hoztean zehar, transformazio martensitikoarekin, bata, eta erlaxazio prozesuarekin, bestea, erlazionatu dira. Berotzean zehar, berriz, gailur bakarra ikusi da. Printzipioz, zein prozesuri dagokion determinatzea ez da posible izan. Hala ere, ondoko hipotesia planteatuko da: prozesu horiek itzulgarriak direla. Horrela, berotzean ere prozesu bereberri dagozkien gailurrak agertu beharko lirakeela ondorioztatzen da. Hortaz, berotzeko gailurra hurrengo prozesu posibleei legokie: egoera transformazioari (atzerako transformazioa, kasu honetan), erlaxazio prozesuari, ala bai transformazioari eta baita erlaxazioari ere. Azken kasua posiblea da baldin eta bi prozesuei dagozkien gailurrak gainezarrita badaude. Zehazki kasu horren inguruan egingo da ikerketa atal honetan. Gailur gainezarriaren kasua aukeratu da, gailurrek, begi-bistaz, bi ekarpen dituztela sumatu baita. Izatez, beste prozesu motei dagozkien gailurrak izatea posible da, beste eredu batzuek deskribatu ditzaketanak. Hala ere, aukeratu den norabidea hartzea zuzena dirudi.

Hurrengo grafikoetan (ikus 5.10 irudia) berotze prozesuko gailurra erakusten da, $f = 0.3$ Hz eta $f = 0.03$ Hz maiztasuneko kasuei dagozkienak. Bertan sumatu daitezke aipaturiko bi ekarpenak. Lehenengoa 340 K inguruan ematen da, bigarrena 365 K inguruan zentratuta dagoen bitartean.

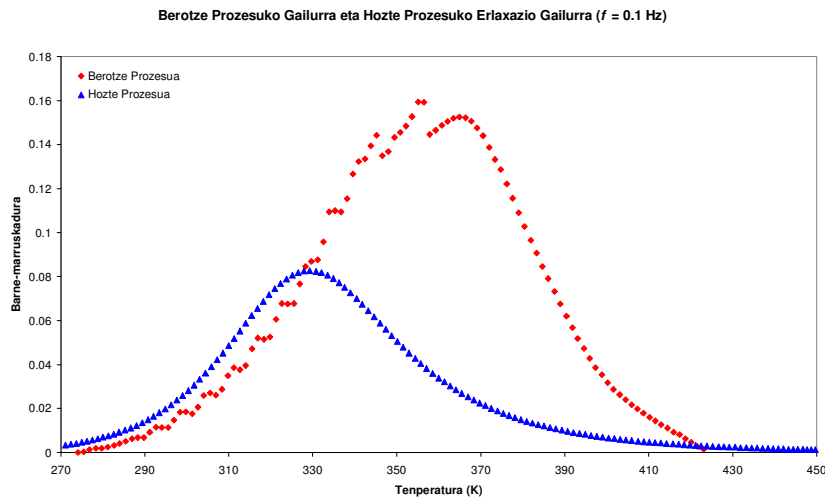


5.10 irudia: berotze prozesuko gailurra, bertan bi ekarpen bereiztu daitezkeelarik, $f = 0.3$ Hz (a) eta $f = 0.03$ Hz (b) kasuetan.

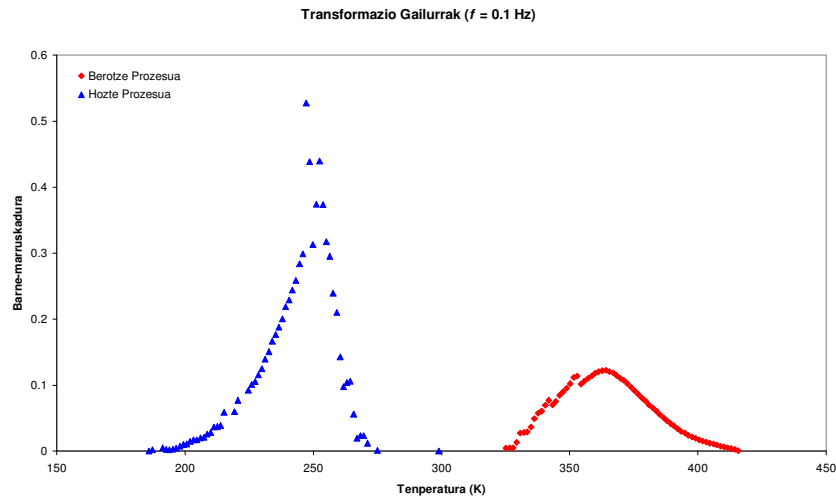
5.5.4.1 Berotze eta hozte prozesuetako fenomenoaren itzulgarritasuna

Berotze prozesuan ikusi den gailurra eta 5.5.3.3 azpiatalean eskuratu diren hozte prozesuko erlaxazio gailur teorikoak erabiliz, berotzeko gailurraren barne-marruskaduraren balioei hozteko erlaxazio prozesuaren gailurrekoenak kenduz, gailur erresultante bat lortu da. Gailur berri hori, berotze prozesuari dagokion fenomeno bakarri lotu dakiokeela dirudi. Prozesuak itzulgarriak direla suposatu denez, fenomeno hori egoera transformazioa izan behar da, erlaxazio prozesuaren eragina kendu baitzaio. Ondorioztatzen da berotze prozesuko gailurra, berez, transformazio gailurraren eta erlaxazio gailurraren gainezarmena dela. Erlaxazio gailur teorikoak erabiltzearen arrazoia hurrengoa da, erlaxazio gailur hutsa dela. Gailur esperimentalak erabili izan balira, hauek, izatez, transformazio martensitikoaren ekarpena barne hartzen dutenez, berotzeko transformazioari kendu beharko ez litzaiokeen ekarpena (transformazioarena) ezabatuko litzatekela. Emaitzarik onenak tarteko maiztasunek eskaintzen dituzte. Maiztasunik altuenetan ($f = 3 \text{ Hz}$ eta $f = 1 \text{ Hz}$ kasuak) erlaxazio gailurra zabalegia eta anplitude handiegikoa da gailur erresultante garbia lortzeko. Honekin guztiarekin, prozesuen itzulgarritasuna ikertzeaz gain, berotze eta hozte prozesuetako transformazio gailurren histeresia argi ikusi daiteke.

5.11 eta 5.12 irudietan, deskribatu den prozeduraren emaitzak beatu daitezke. 5.11 irudian berotze prozesuko gailurra (gorriz) eta hozte prozesuko erlaxazio gailurra (urdinez) ageri dira. Irudi hori gailurren barne-marruskaduraren balioen arteko kendura egin aurreko kasuari dagokio. 5.12 irudian, gailurren arteko kendurari dagokion gailur erresultantea (gorriz), atzerako transformazioari legokiokeena, eta hozte prozesuko transformazio gailurra (urdinez) irudikatu dira. Begien bistan dago gailurren arteko histeresia, 100 K baino apur bat zabalagoa dena.

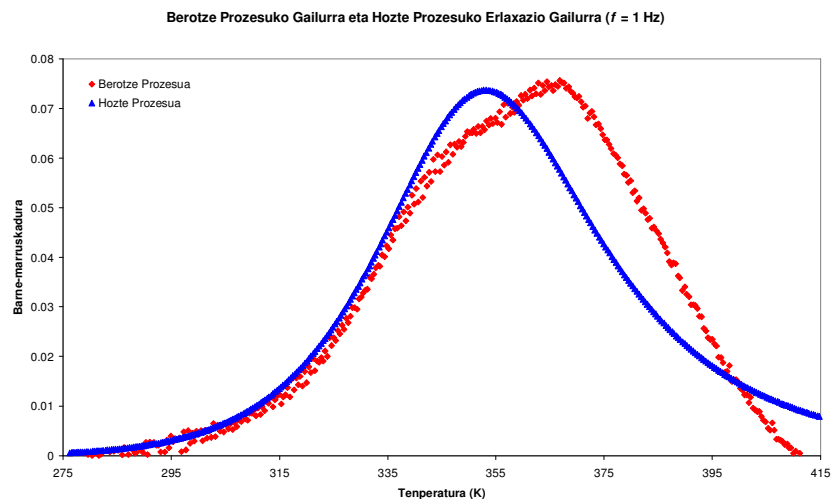


5.11 irudia: berotzeko gailurra eta hozteko erlaxazio gailurra, bien arteko kenketa egin aurretik, $f = 0.1 \text{ Hz}$ kasuan.



5.12 irudia: berotze prozesuko gailur erresultantea edo transformazio gailurra eta hozte prozesuko transformazio gailurra $f = 0.1$ Hz maiztasunaren kasuan.

5.13 irudian $f = 1$ Hz maiztasunaren kasuari dagozkion gailurrak agertzen dira. Aipatu den moduan, hozte prozesuko erlaxazio gailurra oso zabala eta anplitude handikoa da berotze prozesuko gailurrekin alderatuz. Hemendik lortzen den gailur erresultantea ez da gailur garbi bat. Emaizta hori teoriara joz azaldu daiteke. 4.6.2 ataleko (4.19) eta (4.20) ekuazioetan aipatuenez, laginari aplikatutako tentsioaren maiztasuna handitu ahala transformazio gailurraren anplitudeak behera egiten du. Posible izan daiteke $f = 3$ Hz eta $f = 1$ Hz kasuetan berotzeko gailurra ia osotasunean erlaxazio gailurra izatea.

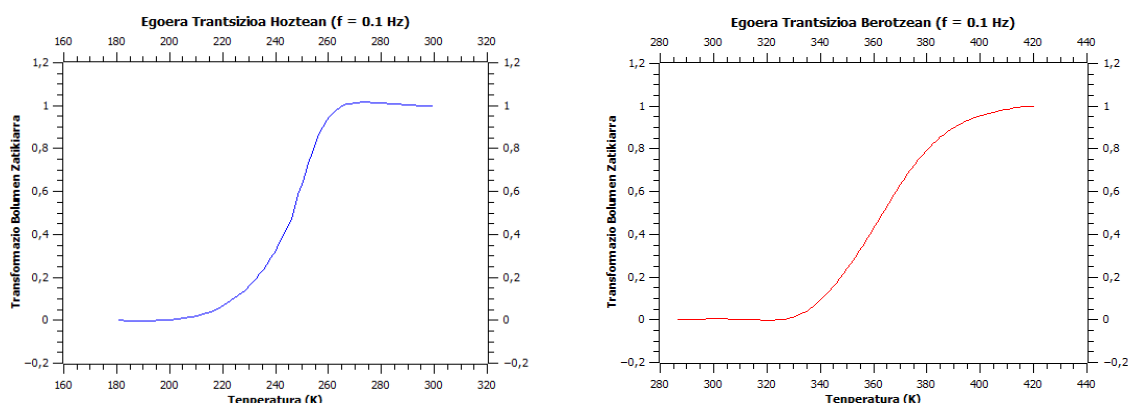


5.13 irudia: berotzeko gailurra eta hozteko erlaxazio gailurra bien arteko kenketaren aurretik, $f = 1$ Hz maiztasuneko kasuan. Erraz ikusi daiteke gailurrek ia anplitude berbera dutela.

5.5.4.2 Transformazio bolumen zatikiarra eta transformazio tenperaturak

Lortu diren bi transformazio gailurrak erabiliz analisi sakonagoa egin daiteke egoera trantsizioari buruz. Berotze eta hozte prozesuetako transformazio gailurrak integratuz, Kolmogorov, Johnson, Mehl eta Avrami-ren (KJMA) ereduan [13] fase trantsizio baten bereizgarria den transformaturiko bolumen zatikiarraren grafikoaren itxurako irudia, forma sigmoidalekoa, lortzen da (5.14 irudia). Hortaz, transformazio gailurrak zirela baieztatzea zuzena zela dirudi. Grafiko horietan egoera transformazioaren bolu-

men zatikiarra adierazi da tenperaturaren funtzioan. Hau da, egoera batetik bestera igarotako materialaren bolumenaren zenbatekoa adierazi da. Bertatik transformazio tenperaturak eskuratu daitezke. Transformazio bolumen zatikiarraren 0.05 eta 0.95 balioetarako transformazioak hasi eta bukatutzat joko dira, beti ere kontuan hartuz transformazioen noranzkoak, berotzean eta hoztean zehar aurkakoak baitira. Balio horiei dagozkien tenperaturak hartuko dira transformazio martensitikoaren nahiz atzerako transformazioaren hasiera eta bukaera moduan. 5.14 irudian adierazi dira transformazio bolumen zatikiarren grafikoak eta 5.7 taulan ikusgai dira transformazioen hasiera eta amaieraren tenperaturak maiztasun bakoitzerako. $f = 3 \text{ Hz}$ eta $f = 1 \text{ Hz}$ kasuak baztertu dira berotze prozesuko transformazioaren tenperaturetan, ez baita gailur garbirk lortu 5.5.4.1 atalean deskribaturiko metodoarekin (5.12 irudian aurkeztu da $f = 1 \text{ Hz}$ kasuko adibidea). Hozte prozesuan gailur guztiak kontuan hartu ahal izan dira.



5.14 irudia: hozte eta berotze prozesuetako transformazioaren bolumen zatikiarra, ($f = 0.3 \text{ Hz}$).

	Berotze Prozesua		Hozte Prozesua	
Maiztasuna (Hz)	A_s	A_f	M_s	M_f
3.00	---	---	266 K	224 K
1.00	---	---	270 K	220 K
0.30	335 K	395 K	265 K	220 K
0.10	335 K	400 K	262 K	220 K
0.03	325 K	385 K	258 K	216 K
0.01	320 K	400 K	270 K	215 K
Batezbestekoa	$(329 \pm 7) \text{ K}$	$(395 \pm 7) \text{ K}$	$(265 \pm 5) \text{ K}$	$(219 \pm 3) \text{ K}$

5.7 taula: hozte eta berotze prozesuetako egoera transformazioen hasiera eta amaierako tenperaturak, haien batezbesteko eta erroreekin.

Kalkulatu diren tenperaturak nahiko antzekoak dira, oro har. Horiek lortzeko egin den analisia, beraz, ez da okerra izan eta benetan tenperatura horiek transformazio tenperaturak direla onartuko da.

6 Eztabaida eta ondorioak

Sn-9 wt.% In matrizeari tortsio-pendulu azpierresonante baten bidez aplikatutako kanpo-tentsio eremu oszilakorraren eta matrizearen deformazioaren arteko atzerapena dela eta, barne-marruskadura neurtu ahal izan da hozte eta berotze ziklo batean. Matrizeak energia barreiatzeko ahalmena agertu du, barne-marruskadura material batek duen energia barreiatzeko gaitasunarekin lotuta baitago. Barne-marruskaduraren balioaren aldaketak matrizearen akats higikorren erlaxazio kopuruaren aldaketarekin erlazionatu daiteke, baita egoera trantsizioekin ere, matrizearen propietate elastikoak aldatu dituztelarik, bariazio-modulu dinamikoaren aldaketek iradoki duten bezala.

Hozte prozesuko barne-marruskaduraren espektroetan bi gailur bereiztu dira. Lehenengoa, 250 K inguruan zentratua dago. Bigarrena, 320 K eta 365 K bitartean, maiztasunaren arabera. 250 K inguruan kokatua dagoen gailurraren disposizioa berbera da maiztasun guztientzat: temperatura berean zentratua daude, gailurren anplitudea eta zabalera ezberdinak diren arren. Gailur horren disposizioak zera adierazten du, gailur hori eragiten duen prozesua ez dela termalki aktibatzen. Ez da gauza bera gertatzen bigarren gailurrarekin, izan ere, temperatura altuagoetara desplazatzen baita tortsio-penduluaren maiztasuna igotzen den heinean. Portaera hori termalki aktibatutako prozesuek erakusten dute.

Hozte prozesuko 320 K eta 365 K inguruan kokaturik dauden gailurrak, dagoeneko esan den moduan, temperaturaren desplazatzen direnez maiztasuna aldatzean, termalki aktibatutako prozesua dela ondorioztatu da. Hori Arrhenius-en legearekin bat datorren portaera da, erlaxazio prozesuei aplikatu dakiokeena. Gailur horiek, beraz, erlaxazio prozesu batekin erlazionatu dira. Baieztapen hori $f = 3$ Hz, $f = 1$ Hz, $f = 0.3$ Hz eta $f = 0.1$ Hz maiztasuneko kasuetan egin daiteke bereziki, joera berbera erakutsi dutelako gailur horiek. $f = 0.03$ Hz eta $f = 0.01$ Hz kasuak baztertzea erabaki da horietan ez baita guztiz ziurra zein prozesu gertatzen diren. Erlaxazio prozesuak direla susmatzen da, baina lehenengo lau maiztasunetan oinarrituz egin da erlaxazio prozesuaren analisisa. Arrhenius-en diagrama logaritmikoa erabiliz gailurren desplazamendua aztertu da eta prozesuaren aktibazio-entalpia eta limiteko erlaxazio-denbora balioztatu dira. $H_{akt} = (1.05 \pm 0.04)$ eV balioko aktibazio-entalpia eta $\tau_0 = (1/2\pi) \cdot 10^{(-15.0 \pm 0.6)}$ s-ko limiteko erlaxazio-denbora dituen erlaxazio prozesua neurtu da. Erlaxazio prozesuari eredu simple bat egokitu nahi izan zaio berau guztiz deskribatzeko: Debye-ren eredu. Debye-ren prozesua deskribatzen duen gailur teorikoaren eta lehenago eskuraturiko erlaxazio gailur esperimentalen bateragarritasunari buruz zera esan daiteke, ez direla guztiz bateragarriak. Ondorioztatzen da prozesua ez dela zehazki Debye-ren ereduak aurreikusten duena, bereziki doiketaren lehenengo saiakeran. Hala ere, bigarren saiakera egin ostean, 250 K inguruko gailurrak erlaxazioarenean egiten duen eraginaz konturaturik eta horrek gailurren asimetria azaldu dezakeela kontuan izanik, eredu hau ontzat hartu da. Bigarren saiakeran lortutako emaitzak hobeto egokitu dira eta $r_2(\beta) \approx 2.0$ balioko ($\beta \approx 2.50$) Debye-ren gailurrarekin bat datorren erlaxazio gailurra deskribatzen dutela ikusi da. Eredu honekin eskuratu diren gainontzeko magnitudeak, hots, asimetria faktoreak eta erlaxazio indarrak baliagarriak gertatzen dira.

250 K inguruko gailur garaiarekin fase trantsizio bat identifikatu da, izan ere, ez baita termalki aktibatutako prozesua eta gailurraren anplitudeak gora egiten baitu aplikatutako tentsioaren maiztasuna jeisten den heinean. Hozte prozesuaz gain, aplikatu diren tentsioek laginaren egitura aldatu eta transformazio martensitikoa eragin dutela behatu da. Anplitude handiko gailur horiek argi iradokitzen dutenez, fase transformazi-

oak matrizearen barne-marruskadura, eta beraz, energia barreiatzeko ahalmena, handitu du modu nabarmen batean.

Berotze prozesuan, dirudienez, gailur bakarra dago 365 K inguruan. Hala ere, azterketa sakonago batek bi gailur gainezarrita direla erakusten dute. Espektroa tenperaturaren funtzioan aztertuta, gailurraren anplitude maximoa ematen duen 365 K inguruko pikoaren ezker aldean (tenperatura baxuagoko eremuan), bigarren ekarpen bat ageri da, 340 K inguruan. Bereziki nabarmenagoa da ezaugarri hori tarteko maiztasunen kasuan (ikus 5.10 irudia). Berotze prozesuko gailurrari hozte prozesuko erlaxazio gailur teorikoa kenduz, gailur erresultante bat lortu da 365 K inguruan. Atzerako transformazio martensitikoarekin erlaxionatu da eta, horretaz gain, berotze prozesuko gailurra, berez, transformazioaren eta erlaxazio prozesuaren gailurren gainezarmena dela baieztatu da. Maiztasunik altuenen kasuetan ($f = 3$ Hz eta $f = 1$ Hz) ezin izan da aplikatutako metodoa erabili. Ez dira gailur erresultante garbiak lortu. Maiztasun horietan transformazioaren gailurra txikiegia delako gertatu da hori eta, dirudienez, kasu horietako berotzeko gailurra ia bere osotasunean erlaxazio prozesuari dagokio. Avramiren ereduaren bitartez egoera trantsizioak sakonago ikertzea lortu da: trantsizioaren grafiko sigmoidalak lortu dira eta bertatik transformazio martensitikoaren eta atzerako transformazio martensitikoaren hasierako eta amaierako tenperaturak zehaztu dira. Transformazio martensitikoaren hasierako eta amaierako tenperaturak $M_s = (265 \pm 5)$ K eta $M_f = (219 \pm 3)$ K direla estimatu da, hurrenez hurren. Beste aldetik, atzerako transformazio martensitikoari dagokionez, $A_s = (329 \pm 7)$ K eta $A_f = (395 \pm 7)$ K tenperaturak kalkulatu dira. Transformazio martensitiko termoelastikoa jazo dela ondorioztatzen da, atzerako transformazioa ere gertatzen baita, eta bi transformazio gailurren artean eman den histeresia hamarreko gradu Kelvin batzuetakoa (hozta-hozta pasatzen ditu 100 K) delako.

Barne-marruskaduraren espektroetan ageri diren gailurrei dagozkien prozesuak, hots, egoera trantsizioa eta erlaxazio prozesua, berberak direla ikusi denez berotze eta hoztean zehar, bi prozesuak itzulgarriak direla ondorioztatzen da.

7 Bibliografia

- [1] J. San Juan, M.L. Nó, Internal friction in a new kind of metal matrix composites, *Materials Science and Engineering A* 442 (2006) 429-432.
- [2] M. Barrado, G.A. López, M.L. Nó, J. San Juan, Composites with ultra high damping capacity based on powder metallurgy shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 521-522 (2009) 363-367.
- [3] Gabriel A. López, Mariano Barrado, Jose San Juan, and Maria Luisa Nó, Cu-Al-Ni-SMA-Based High-Damping Composites, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volume 18(5-6) August 2009.
- [4] Odila Florêncio, Paulo Sergio da Silva Jr., Thais Feança Stefanini, Carlos Roberto Grandini, Determination of the oxygen and nitrogen interstitial diffusion coefficient in niobium by mechanical spectroscopy, *Materials Research* Vol.9 no.4 São Carlos Oct./Dec. 2006.
- [5] G. Fantozzi, Phenomenology and definitions, *Materials Science Forum* Vols. 366-368 (2001) pp. 3-32.
- [6] J. San Juan, Mechanical Spectroscopy, *Materials Science Forum* Vols. 366-368 (2001) pp. 32-73.
- [7] M. Weller, Point defect relaxation, *Materials Science Forum* Vols. 366-368 (2001) pp. 95-114.
- [8] J. Van Humbeeck, The martensitic transformation, *Materials Science Forum* Vols. 366-368 (2001) pp. 382-415.
- [9] J. San Juan, R.B. Pérez-Sáez, Transitory effects, *Materials Science Forum* Vols. 366-368 (2001) pp. 416-437.
- [10] A.S. Nowick and B.S. Berry, Anelastic relaxation in crystalline solids Academic Press, NY, 1972.
- [11] Yuri Feldman et al., Dielectric Relaxation Phenomena in Complex Materials, Department of Applied Physics, The Hebrew University of Jerusalem.
- [12] Particle Data Group (PDG), Particle Physics Booklet, Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, July 2012.
- [13] A.K. Jena, M.C. Chaturvedi, Phase Transformations in Materials, *Prentice Hall*. (1992) p. 243.