Revista de metalurgia

Construcción de un péndulo de torsión para la medida de la fricción interna a bajas temperaturas

J.M. San Juan*, I. Gallego** y M.L. Nó**

Resumen En el presente trabajo se describe el montaje, funcionamiento y especificaciones de un péndulo de torsión invertido que permite realizar ensayos de fricción interna desde 4,2 K hasta 500 K. La sección mecánica de la nueva instalación es de alta precisión y la medición de la fricción interna se consigue efectuar con niveles de ruido muy bajos a partir de amplitudes tan pequeñas como 2×10^{-7}. Los miembros de inercia del péndulo se han construido con materiales específicos, de modo que la frecuencia de resonancia pueda variarse en dos órdenes de magnitud (0,1-10 Hz). Por otro lado, la muestra puede deformarse *in situ* a cualquier temperatura y puede montarse dentro del péndulo a la temperatura del nitrógeno líquido. El funcionamiento del péndulo y todos los procesos de control y adquisición de datos están completamente automatizados.

Palabras clave Fricción interna. Péndulo de torsión. Módulo dinámico. Bajas temperaturas.

Design and assembly of a torsion pendulum for the measurement of internal friction at low temperatures

Abstract In this work we describe the assembly, operation and specifications of an inverted torsion pendulum designed to measure internal friction at low temperatures (from 4.2 K to 500 K). The high precision mechanics allow us to obtain internal friction spectra with low levels of noise from amplitudes as small as 2×10^{-7}. The inertia components of the pendulum have been built with specific materials, so that the resonance frequency of the pendulum can be changed within two orders of magnitude (0.1-10 Hz). In addition, the sample can be *in situ* deformed at any temperature and can be inserted into the pendulum at liquid nitrogen temperature. The operation of the pendulum, all the control processes and data acquisition are completely automated.

Keywords Internal friction. Torsion pendulum. Dynamic modulus. Low temperature.

1. INTRODUCCIÓN

La fricción interna es una de las técnicas experimentales más eficaces que existen en el campo de la Ciencia de Materiales para estudiar los mecanismos de movilidad de defectos y sus interacciones (ya sean defectos puntuales, dislocaciones, juntas o subjuntas de grano)[1]. Asimismo, la fricción interna es muy sensible a los cambios microestructurales que se producen en el interior de los materiales. Por ese motivo, su utilización también es particularmente adecuada en el estudio de múltiples procesos físicos[2], incluyendo las transformaciones de fase[3].

En los ensayos de fricción interna, la muestra se somete a una tensión de oscilación periódica lo suficientemente pequeña para no salir del régimen anelástico. Cuando se retira la tensión, la amplitud de oscilación decae debido a que los mecanismos microscópicos ligados a la movilidad de los defectos atómicos absorben la energía mecánica de la oscilación disipándola después en energía térmica. Se define la fricción interna (FI) como el cociente entre la energía disipada por ciclo (DW) y la máxima energía almacenada en cada ciclo (W):

$$FI = \frac{\Delta W}{2\pi W}$$

(*) Departamento de Física de la Materia Condensada. Faculta de Ciencias. Universidad del País Vasco. Apdo. 644. 48080 Bilbao (España).
(**) Departamento de Física Aplicada II. Facultad de Ciencias. Universidad del País Vasco. Apdo. 644. 48080 Bilbao (España).

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

Si se registra la fricción interna de un material en función de la temperatura se obtiene un espectro en el que aparecen picos asociados a los mecanismos que disipan la energía. Cuando estos mecanismos son térmicamente activados, se puede determinar su energía y su área de activación a partir de varios espectros obtenidos a diferentes frecuencias y amplitudes de oscilación[1 y 2]. El análisis del comportamiento de un pico respecto a diversos parámetros y su dependencia con la microestructura permite precisar el mecanismo que lo origina.

El interés de construir un péndulo para medir la fricción interna a bajas temperaturas radica en el hecho de que, en este rango de temperatura, aparecen en los espectros de fricción interna un gran número de relajaciones ligadas a mecanismos intrínsecos de movilidad de dislocaciones y a sus interacciones con defectos puntuales. Sin embargo, hay que indicar que la fricción interna a bajas temperaturas es muy pequeña y se requiere un péndulo de muy alta sensibilidad para medir y analizar las relajaciones correctamente. La instalación que se describe en este trabajo reúne toda una serie de características que la hacen idónea para este fin y es la primera de este tipo que se monta en España.

2. DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

2.1. Diagrama de bloques

En la figura 1 se ha dibujado la estructura por bloques de la instalación. El módulo LakeShore DRC-93CA y el multímetro multicanal HP 34970A se encargan, respectivamente, de regular y medir la temperatura del sistema. Este multímetro tiene también como misión muestrear la oscilación del péndulo, cuya amplitud está controlada por un módulo electrónico diseñado en el INSA de Lyon. Todos estos módulos están controlados remotamente a través de las interfases GP-IB y RS-232. Las conexiones eléctricas hacia el interior del equipo se han realizado a través de varios pasamuros situados en la base de la campana de vacío.

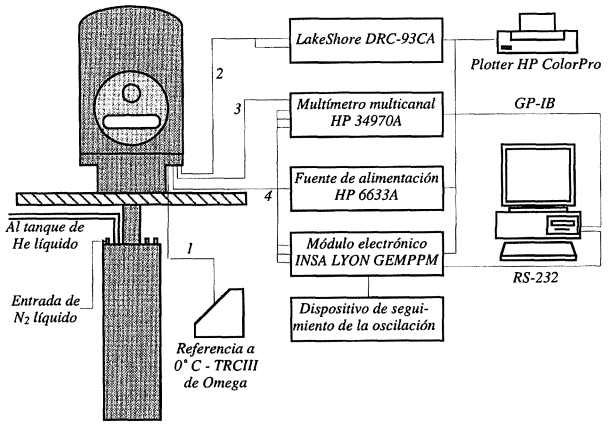

Figura 1. Diagrama de bloques de la instalación. 1: termopares de medida y regulación (unión de referencia). 2: termopar de regulación e hilo calefactor thermocoax. 3: termopar de medida. 4: conexiones eléctricas varias.

Figure 1. Block diagram. 1: measurement and regulation thermocouples (reference union). 2: regulation thermocouple and thermocoax heating wire. 3: measurement thermocouple. 4: electrical connections.

2.2. Montaje mecánico

En la figura 2, se presenta una vista tridimensional con los componentes externos básicos del péndulo. La oscilación debe aislarse de perturbaciones externas y, con ese fin, la instalación está ubicada en un sótano y ha sido asentada en contacto directo con tierra sobre una gran losa de hormigón cortada del suelo circundante. El sistema de aislamiento de vibraciones es idéntico al del péndulo instalado con anterioridad en nuestro laboratorio (véase explicación completa en[4] y está constituido básicamente por dos pilares de cemento rellenos de arena de sílice, no higroscópica, con gran capacidad de amortiguamiento. Sobre la arena hay dos losas

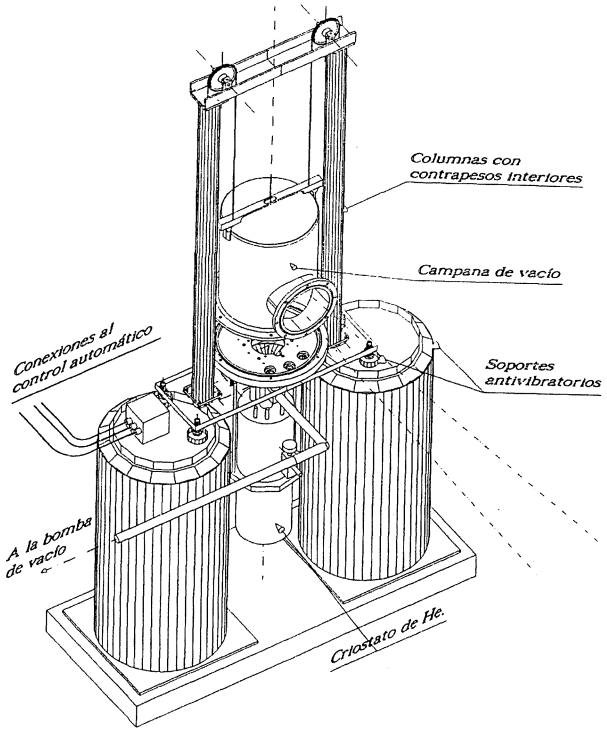

Figura 2. Vista general de la instalación. Altura: 2,40 m.

Figure 2. General view of the pendulum. Height: 2.40 m.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)

http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

de acero de 80 kg, en las cuales se asienta la base del péndulo. En los laterales hay dos columnas de acero que sirven de guía a la campana de vacío y a sendos contrapesos que deslizan por su interior y que tienen como función facilitar el levantamiento de la campana de vacío y del plato.

En la figura 2 se han dibujado también dos líneas punteadas que representan el camino óptico seguido por la luz en su entrada y salida al péndulo. La fuente de iluminación y las células de detección, que tienen como función hacer el seguimiento de la oscilación del péndulo, están ubicadas a 2 m de distancia del péndulo, encima de otro soporte antivibratorio idéntico al anterior.

Un corte esquemático de la mecánica del sistema puede observarse en la figura 3. En el plato está montado un bastidor que sujeta la polea por la que pasa un hilo de torsión, a través del cual se suspenden por un lado la varilla móvil y por el otro un contrapeso. El conjunto de componentes unidos a la varilla móvil del péndulo queda equilibrado por el contrapeso (con una ligerísima sobrecarga de

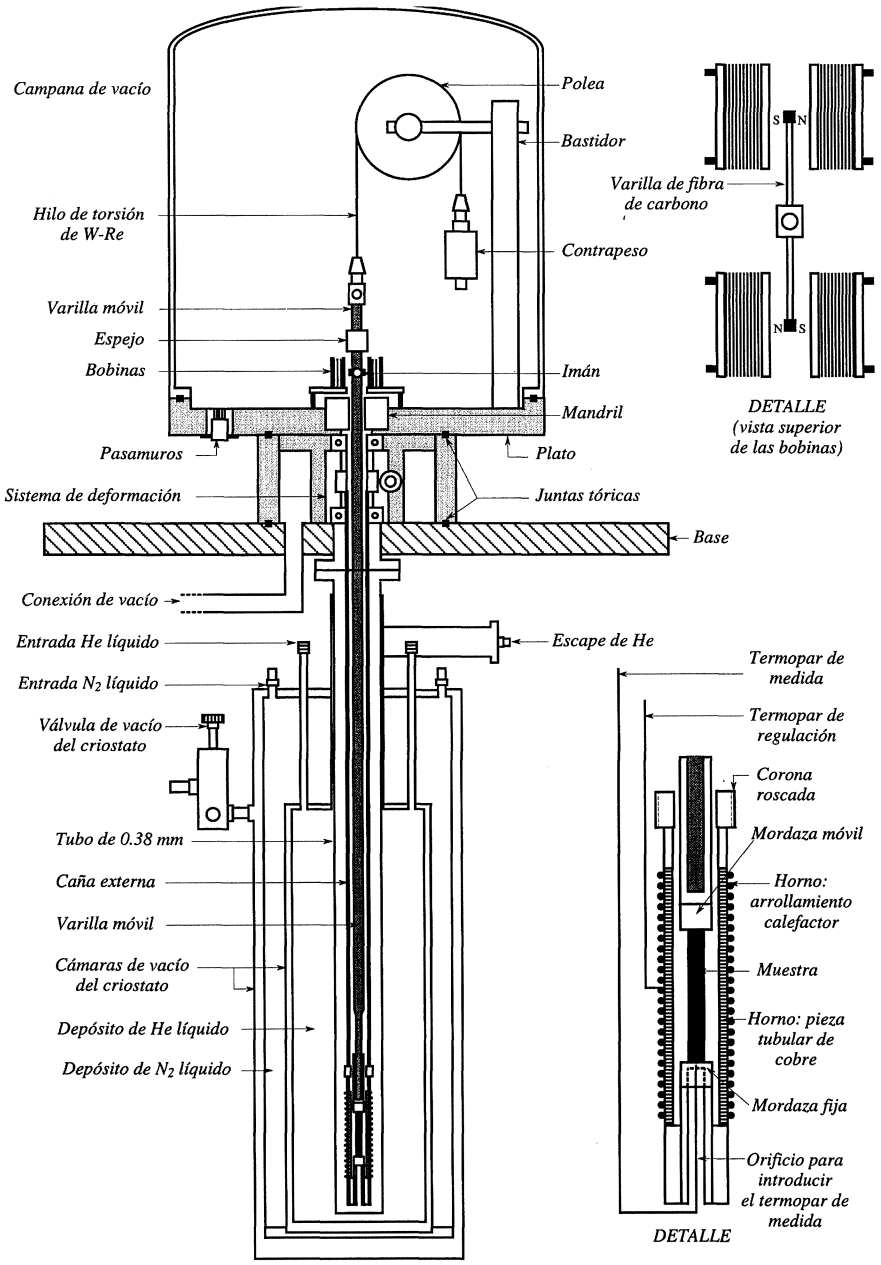

Figura 3. Corte esquemático del sistema mecánico del péndulo.

Figure 3. Schematic view of the mechanical system of the pendulum.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

2 ó 3 g), a fin de evitar que la muestra esté sometida a tracción. La muestra está rígidamente unida mediante mordazas a la varilla móvil por su extremo superior y a la caña externa (parte inmóvil) por su extremo inferior. De este modo, al girar la varilla, se produce una deformación en torsión de la muestra, que viene dada por $\varepsilon=\theta d/l$, siendo θ el ángulo de oscilación, d el diámetro o espesor de la muestra y l su longitud.

El movimiento de la varilla se consigue mediante dos imanes colocados sobre un pequeño cilindro unido a la varilla en forma de cruz, de tal forma que cuando el sistema electrónico transmite pulsos eléctricos a las bobinas se genera un par de fuerzas sobre la varilla. El péndulo puede oscilar con un único par de bobinas, mientras por el otro se hace circular una corriente constante (con la fuente HP 6633A, figura 1). De este modo, se pueden obtener espectros de fricción interna con una tensión estática superpuesta. Cuando se transmite exclusivamente una señal continua por uno de los pares (o por los dos), la muestra se torsiona unidireccionalmente y se pueden realizar ensayos de microfluencia y microrrelajación.

Encima del cilindro que contiene los imanes hay un espejo unido a la varilla móvil que refleja el haz de luz incidente hacia el sistema de detección, formado por dos células fotovoltaicas de silicio de Siemens (modelo BPY47P) que trabajan en diferencial. La fuente de luz es una lámpara halógena de 50 W alimentada mediante una fuente radiométrica (Oriel 68831) y cuya emisión está ultraestabilizada por medio de un sistema de retroalimentación (Oriel 68850). De esta forma, se consigue determinar la deformación con niveles muy elevados de precisión, evitando derivas temporales, método que resulta idóneo en los ensayos de microfluencia.

Para determinar la energía de activación de un proceso de relajación con la máxima exactitud posible, es necesario conseguir que el péndulo pueda funcionar a diferentes frecuencias de resonancia. Esto se consigue haciendo que la frecuencia de resonancia sea lo más alta posible (lo que requiere una baja inercia) y después añadiendo diversos pesos para aumentar la inercia y obtener frecuencias más bajas. Con este objeto, se han introducido dos novedades en el diseño del péndulo: el hilo de torsión es de aleación tungsteno-renio (W75/Re25), que tiene un valor de módulo (370-430 GPa) muy elevado, y la varilla de sujeción de los pesos es de fibra de carbono, material que aporta una densidad muy baja con una rigidez más que suficiente para soportar los pesos. Gracias a estas incorporaciones, el péndulo puede oscilar fácilmente a 10 Hz ó incluso más y la frecuencia de resonancia se puede variar, mediante la colocación de pesos en la varilla de carbono, en dos órdenes de magnitud.

Finalmente, debe destacarse que el péndulo incorpora un sistema de deformación que permite deformar la muestra en torsión *in situ* a cualquier temperatura sin necesidad de romper el vacío. Además, el péndulo ha sido diseñado de forma que, al deslizar la campana hacia arriba, la muestra pueda montarse en el interior del péndulo a la temperatura del nitrógeno líquido (77 K).

2.3. Sistema de regulación de temperatura

El vacío en el interior del péndulo se efectúa mediante una bomba rotatoria y la medición de la presión residual se obtiene con una sonda pirani. El péndulo debe funcionar bajo vacío, entre otras razones, porque de lo contrario durante el decrecimiento libre la oscilación se amortiguaría parcialmente por fricción con el aire. Sin embargo, si el vacío es elevado no hay conducción térmica entre el criostato, el horno y la muestra, lo cual dificultaría la regulación en temperatura e impediría que la muestra se enfriara. Estos problemas se resuelven introduciendo una presión de 5 a 10 mbar de gas He, que aumenta lo necesario la conductividad térmica sin afectar a los valores experimentales de fricción interna y frecuencia.

El criostato de He (CRYO Industries) está formado por un depósito de He líquido interior y otro de N_2 líquido externo, con una cámara de vacío que los aisla térmicamente. En el centro del depósito de helio se ha colocado un tubo cerrado de 0,38 mm. de espesor soldado con electrones, en el interior del cual se introduce la caña del péndulo con el horno. El horno se encuentra rodeando la muestra y consiste en una pieza tubular de cobre con un arrollamiento calefactor Thermocoax, bobinado en espiral doble para eliminar los campos magnéticos que puedan ser generados por la corriente que circula por el arrollamiento.

Las sondas elegidas para medir y regular la temperatura han sido dos termopares de Chromel-Au/0,07%Fe, porque presentan dos ventajas muy importantes frente a otros sensores:

- el rango de trabajo es muy amplio, 1,4-500, superior a cualquier otro sensor sensible a bajas temperaturas, con excepción de los resistores de Rh-Fe.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

– el tamaño de los termopares es inferior al de otros sensores, en especial respecto a los de Rh-Fe (y por tanto su respuesta en temperatura es muy rápida).

Los termopares trabajan en diferencial, con una de las uniones a temperatura constante (referencia) y la otra en el lugar donde se quiere determinar la temperatura. La unión de referencia está introducida en un equipo TRCIII de Omega, que mantiene la unión a 0 °C con una estabilidad de ±0,04 °C. En el caso del termopar de medida la otra unión está situada justo debajo de la muestra (figura 3) y la diferencia de potencial entre las dos uniones se mide con el multímetro HP 34970A. El termopar de regulación se encuentra debajo del hilo calefactor del horno y la señal se lleva al controlador de temperatura LakeShore DRC-93CA, que se encarga de enviar la corriente adecuada al arrollamiento calefactor.

2.4. Control y automatización de la instalación

Cuando el péndulo oscila, el sistema de detección proporciona una señal alterna proporcional a la amplitud de oscilación, superpuesta a otra señal continua debida a la desviación del haz respecto al centro de las células. Esta señal es enviada al módulo electrónico de control, donde se separan las componentes continua y alterna. La componente continua es enviada a un comparador que dirige un motor paso a paso para colocar las células en la posición central del haz oscilante. La componente alterna es amplificada según una ganancia G, que puede ser elegida por el operario y, una vez amplificada, se comparan los valores máximos de la señal alterna con el valor de una amplitud constante predeterminada. Si es inferior o superior, la electrónica corrige la energía de los pulsos que envía a las bobinas a fin de que el valor de la señal sea idéntico al valor de referencia. De este modo, ajustando G se puede controlar el valor de la amplitud de oscilación.

Todos los procesos de control, sincronización y adquisición de datos están automatizados mediante un programa escrito en lenguaje HP VEE. Cuando se quiere realizar una medida de fricción interna, el ordenador envía la orden de cortar la corriente de las bobinas y la oscilación decae libremente. La señal es registrada durante el decrecimiento mediante el multímetro HP 34970A y el programa calcula, con todos estos datos, un punto en el espectro de fricción interna.

2.5. Características del equipo

En la figura 4, se presentan dos medidas experimentales de fricción interna y frecuencia en función del tiempo con una muestra de acero comercial de alto contenido en carbono. La medida 4a se ha realizado a una amplitud de oscilación de $e_m=4\times10^{-6}$ y la medida 4b a una amplitud muy baja, de tan sólo $e_m=4\times10^{-7}$. Tanto la fricción interna como el cuadrado de la frecuencia se determinan con excelente precisión: $4{,}89\times10^{-3}\pm2\times10^{-5}$ y $19{,}294\pm0{,}002$ a 4×10^{-6} y $4{,}63\times10^{-3}\pm8\times10^{-5}$ y $19.31\pm0{,}02$ a 4×10^{-7} (debe tenerse en cuenta que la escala de las figuras 4a y 4b es, en general, muy pequeña en comparación con el tamaño de los picos de fricción interna). Hay que destacar de manera especial el bajo nivel de ruido de la medida a 4×10^{-7}, consecuencia del correcto diseño y preciso

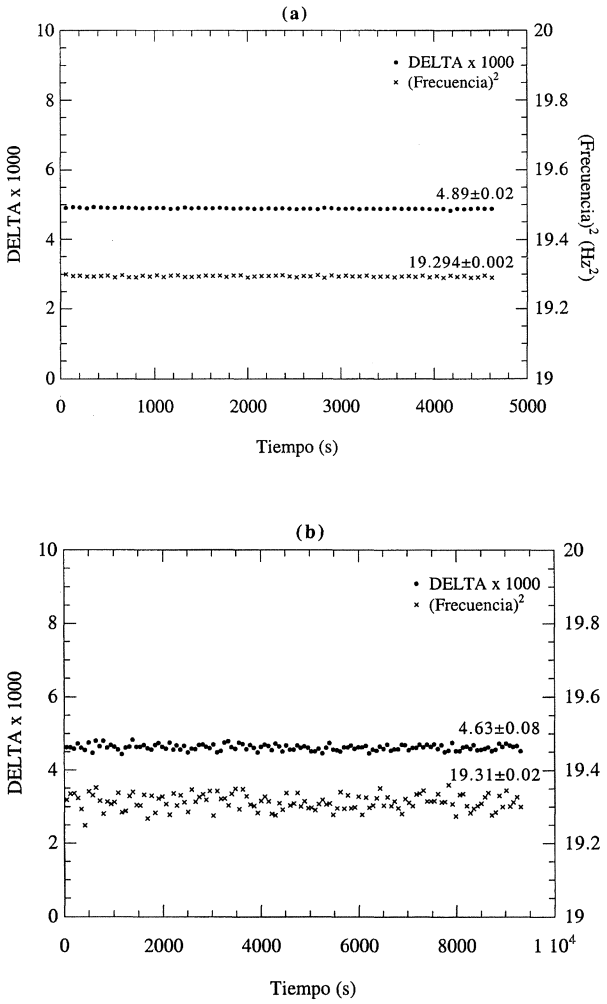

Figura 4. Medidas de fricción interna y frecuencia en acero. Amplitud: (a) 4×10^{-6} (b) 4×10^{-7}.

Figure 4. Internal friction measurements on steel. Amplitude: (a) 4×10^{-6} (b) 4×10^{-7}.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)
http://revistademetalurgia.revistas.csic.es

ensamblaje de todos los componentes de la mecánica y del adecuado funcionamiento del conjunto bobinas-electrónica. La calidad de las oscilación es muy alta y esto permite que el péndulo pueda trabajar en un amplio rango de amplitudes, desde $1x10^{-4}$ hasta amplitudes tan bajas como $2x10^{-7}$.

3. CONCLUSIONES

La instalación que se ha construido reúne todas las características necesarias para estudiar adecuadamente los fenómenos de relajación anelástica de bajas temperaturas. Se han incorporado varias novedades en el diseño del péndulo, como son el hilo de torsión de tungsteno-renio, la varilla de sujección de fibra de carbono y, especialmente, la utilización de un sistema de iluminación ultraestabilizado. En los siguientes puntos se resumen las especificaciones generales de la nueva instalación:

- La temperatura puede variarse entre 4,2 y 500 K.
- La sección mecánica es de alta precisión y el nivel de ruido es muy bajo, lo que permite medir fricción interna en amplitudes tan bajas como $e_m=2\times10^{-7}$.
- La frecuencia puede variarse en dos órdenes de magnitud, desde 0,1 a 10 Hz.
- Se puede aplicar una tensión estática superpuesta a la tensión normal de oscilación.
- La deformación se determina con muy buena precisión y sin errores de deriva temporal, lo que permite efectuar correctamente ensayos de microfluencia y microrrelajación.
- La muestra puede ser deformada *in situ* a cualquier temperatura y puede ser montada a 77 K.
- El funcionamiento del péndulo y la adquisición de datos están completamente automatizados.

Agradecimientos

Este trabajo se ha llevado a cabo gracias al soporte financiero de la CICYT y del MEC en el marco de los proyectos MAT 97-1059-C02-02 y PB97-0626. Los autores quisieran agradecer al Prof. G. Fantozzi y a J. L. Bouvier-Volaille del Institut National de Sciences Appliquées (INSA) de Lyon por su apoyo y su soporte técnico en la realización de parte de la mecánica y del módulo electrónico de control.

REFERENCIAS

[1] M.L. Nó y J. San Juan, *Proc. V^o Congreso Propiedades Mecánicas* (Barcelona), F. J. Gil Mur (Ed.), 1996, pp. 105-116.

[2] A.S. Nowick y B.S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*, Academic Press (New York), 1972.

[3] R.B. Pérez-Sáez, V. Recarte, M.L. Nó y J. San Juan, *Phys. Rev. B* 57 (1998) 5684.

[4] A. Oleaga, I. Hurtado, M.L. Nó, C. Esnouf y J. San Juan, *An. Fís. B* 85 (1989) 373.

(c) Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)

http://revistademetalurgia.revistas.csic.es