

Un sistema para medir la densidad de materiales deformados superplásticamente

Ivonne Vidal-Notario* y J. Daniel Muñoz-Andrade

*Departamento de Materiales, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco
Av. San Pablo 180, Col. Reynosa-Tamaulipas, Delegación Azcapotzalco 02200 México, D.F., Mexico*

Alejandro Mendoza-Allende y Jorge A. Montemayor-Aldrete
*Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México
Apartado postal 20-364, 01000 México, D.F. Mexico*

Recibido el 15 de octubre de 1999; aceptado el 27 de marzo de 2000

Presentamos una versión del método de flotación, debido a Arquímedes, la cual sirve para determinar la densidad de sólidos de formas irregulares. El sistema desarrollado para el estudio de la cavitación superplástica, permite que la sensibilidad de $\pm 1 \times 10^{-4}$ g para las pesadas en el aire, se mantenga para los pesajes bajo el agua. El método es de carácter global y en principio sirve para calibrar los métodos ópticos, de carácter local, que se usan para evaluar la cavitación que ocurre durante la deformación superplástica.

Descriptor: Principio de Arquímedes; cavitación superplástica

A fast technique based on a version of the Archimedes principle to measure densities of irregular solids is presented. With this system, developed to study superplastic cavitation, the sensitivity of $\pm 1 \times 10^{-4}$ g for weighing in air, remains for weighing under the water. In principle, the optical methods used for evaluating cavitation during superplastic deformation can be calibrated by using this technique.

Keywords: Archimedes principle; superplastic cavitation

PACS: 81.40.Lm; 06.30.Dr; 06.90.+V

1. Introducción

La superplasticidad es una propiedad de los sólidos policristalinos, en general isótropa, que les permite deformarse a muy altos porcentajes antes de fallar por efecto de la tensión. Este fenómeno requiere que durante la deformación la forma y tamaño de grano sean estables [1]. Típicamente los tamaños de grano son del orden de $10 \mu\text{m}$ en los metales y de $1 \mu\text{m}$ en los materiales cerámicos [2].

La superplasticidad se ha utilizado en la producción de objetos cuyas superficies deban tener formas complejas, pues aporta un importante ahorro de la energía empleada en el proceso de fabricación [3]. Sin embargo, durante la deformación superplástica se presenta cavitación, la cual produce daño al material y limita las posibles aplicaciones de los objetos producidos de esta manera [4], como es el caso de las estructuras que demanda la industria aeroespacial [5]. Estudios recientes [6] indican que una pequeña fracción volumétrica de cavitación superplástica puede causar severos deterioros de las propiedades mecánicas, la resistencia a la fatiga bajo esfuerzo y la resistencia a la corrosión [7]. En consecuencia, existe un creciente interés por entender el fenómeno de la cavitación [8-10], lo cual exige estudiar la relación que existe entre el volumen cavitado y la deformación.

Es común que la medición del volumen cavitado se realice, indirectamente, por métodos de microscopía óptica o microscopía electrónica de barrido [4, 11]. Sin embargo, en 1996, Langdon y Ayensu [12] realizaron un estudio, el cual indica que dentro de la zona donde se mide la deformación, la cavitación resulta inhomogénea y presenta un máximo en los

sitios donde ocurre mayor deformación. Dicho estudio alerta respecto a posibles complicaciones, relativas al método de análisis estadístico de la distribución de tamaños y formas de los huecos para evaluar el volumen cavitado.

Desde la antigüedad, Arquímedes propuso un método de flotación [13] para medir densidades de sólidos irregulares, el cual tiene la ventaja de ser global y además se puede usar con muestras de mayor tamaño; sin embargo, tiene la desventaja de estar expuesto a factores de tipo experimental, que deben ser controlados o suprimidos para evitar que afecten la precisión de sus resultados [14]. Aquí desarrollamos una versión del método de flotación, con la finalidad de tener un método global para medir la densidad de sólidos irregulares, tal que permita comparar sus resultados con los que arrojen los métodos "óptico-estadísticos" utilizados en superplasticidad. Este método de Arquímedes lo aplicamos al proceso de medición de los cambios de densidad como función de la deformación en materiales deformados superplásticamente, para determinar los volúmenes cavitados.

2. Descripción del sistema de medición de densidades

2.1. Instrumentos y método

La versión del método de flotación aquí presentada es la llamada formulación débil [14], la cual consiste en medir dos veces el peso del sólido: una en el aire, W_A , y otra dentro del agua, W_{H_2O} . El pesaje bajo el agua se realiza colocando la muestra sobre una canastilla que siempre permanece sumer-

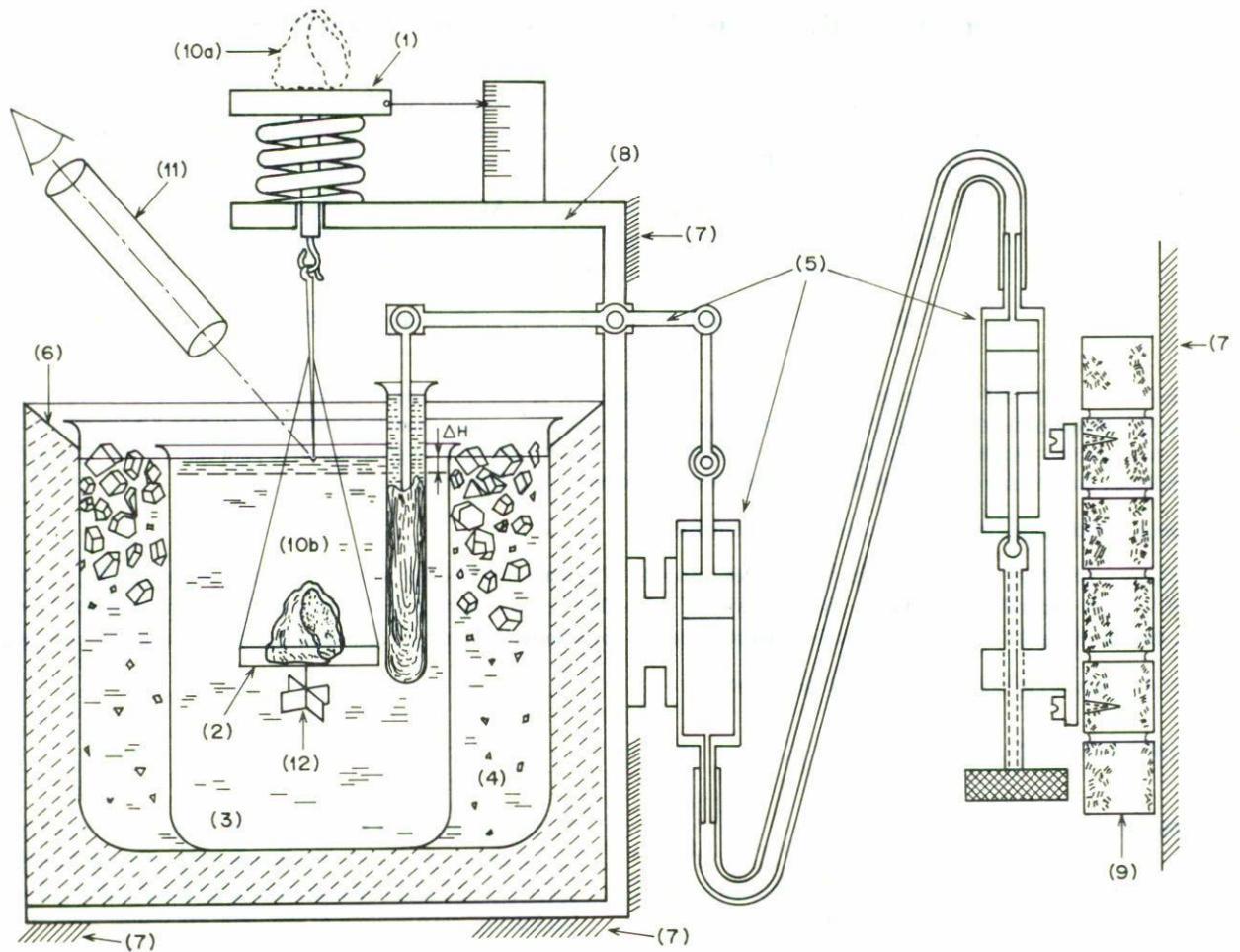


FIGURA 1. Visión esquemática del conjunto. (1) Plato superior de la balanza, (2) canastilla para pesaje bajo el agua, (3) agua bidestilada, (4) baño de agua con hielos, el cual rodea al recipiente con agua bidestilada, (5) mecanismo hidráulico para control del nivel del agua en la zona de medición, (6) paredes aislantes térmicas, (7) objetos anclados a un muro de 2 metros de espesor, (8) soporte metálico anclado al muro antes mencionado, (9) muro independiente para soporte de (5), (10a) muestra en el aire, (10b) muestra bajo el agua, (11) sistema óptico, (12) aspas para freno hidrodinámico.

gida bajo el agua. Si las condiciones de inmersión de la canastilla en el agua antes y después de meter el peso bajo el agua son idénticas, resultará que

$$\rho_s = \frac{W_A}{W_A - W_{H_2O}} \rho_{H_2O}, \quad (1)$$

donde ρ_s es la densidad del sólido y ρ_{H_2O} es la densidad del agua.

Por supuesto, si entre ambas pesadas hay una diferencia de nivel del agua ΔH respecto a la canastilla (Fig. 1), se producirá un error en la determinación de la densidad del sólido. Cada tramo de soporte contribuye a ese error con un peso $\Delta W = A \Delta H \rho_{H_2O}$, donde A es el área de su sección transversal, y por ello es fundamental que los soportes sean muy delgados y que las condiciones de inmersión entre ambas pesadas sean lo más parecidas posible. Para controlar este efecto colocamos un marcador en el soporte de la canas-

tilla consistente de una afilada aguja cuyo contacto "inicial" con el agua sirve de referencia, como se muestra en la Fig. 1. El contacto "inicial" debe ser muy leve, de manera que la punta de la aguja deforme la superficie de agua en forma de "V", sin romper la tensión superficial, así no se moja la aguja, y se consigue que la fuerza con la que la superficie del agua empuja a la aguja sea la menor posible. Un sistema óptico de amplificación, de polarización y de iluminación intensa permite ver la posición de la punta de la aguja respecto a la superficie del agua. Un mecanismo hidráulico controla el nivel del agua (Fig. 1), sin producir gradientes térmicos, flujos, corrientes de convección, cambios en la composición química, oleaje o vibraciones. De esta manera, se logra que en ambas pesadas las condiciones de inmersión de la canastilla sean muy parecidas entre sí, con lo cual los efectos de sus variaciones no entorpecen el estudio de los efectos que otros factores experimentales producen en la medición de la densidad.

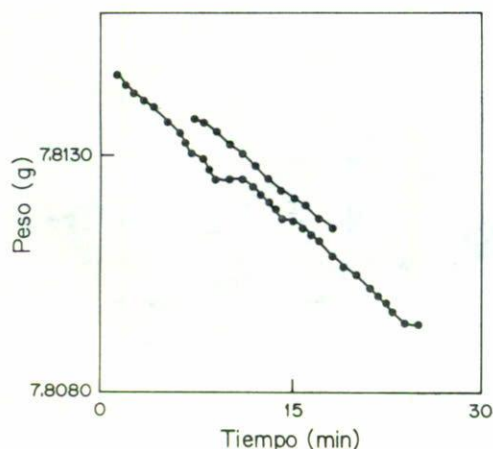


FIGURA 2. Efecto de formación y crecimiento de burbujas en el peso de la canastilla a través del tiempo (medio de flotación agua potable).

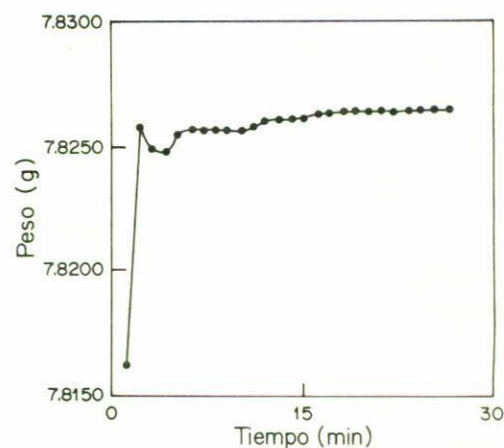


FIGURA 3. Curva de peso de canastilla *versus* tiempo, cuando el medio de flotación es agua bidestilada. (Nótese el transitorio inicial, debido a la falta de freno hidrodinámico).

2.2. Factores mecánicos y ambientales que afectan al sistema

Para el pesaje de las muestras usamos una balanza electrónica OHAUS modelo AP20105 con capacidad hasta 200 gramos y sensibilidad de $\pm 1 \times 10^{-4}$ g. La balanza tiene un gancho en la parte inferior para colgarle una canastilla.

Para evitar vibraciones, el sistema se ancló en un muro masivo con cimentación independiente de las estructuras del laboratorio. Así también, para controlar el "penduleo" de la canastilla le colocamos unas aspas en su parte inferior (ver Fig. 1), las cuales actúan como freno hidrodinámico. Además se controlaron diversos factores ambientales, como humedad, polvo, cambios de temperatura, corrientes de aire, gases y otros contaminantes, se consiguió al cubrir las grandes superficies del sistema, minimizar las superficies móviles del sistema que tienen que estar expuestas al ambiente, controlar el ambiente del laboratorio, limpiar el aire con un purificador marca Cloud-A modelo Sterile-a18 (150), y mediante el uso de cubrebocas, guantes y bata, para que el investigador no contamine el ambiente próximo al aparato. Con estas precauciones se consiguió que las lecturas de los pesos de una misma muestra, sumergida, difirieran en menos de 4×10^{-3} g. Finalmente, se sustituyeron los soportes metálicos de la canastilla por hilos muy delgados de nylon y los errores en pesaje bajo el agua se minimizaron a menos de 1×10^{-4} g.

El uso de agua bidestilada, como ambiente de flotación, minimizó el efecto de la formación y crecimiento de burbujas de aire o gases sobre la muestra o la canastilla en la medición del peso del objeto sumergido en agua potable reportado en la Fig. 2. La Fig. 3 muestra el efecto de cambio en la lectura del peso de la canastilla sumergida en agua bidestilada (a temperatura ambiente de 24°C y humedad relativa del 54%) la cual presenta una pequeña razón de incremento del peso con respecto al tiempo, lo cual se explica al considerar que la evaporación del agua, abate su nivel y deja expuesto al aire un

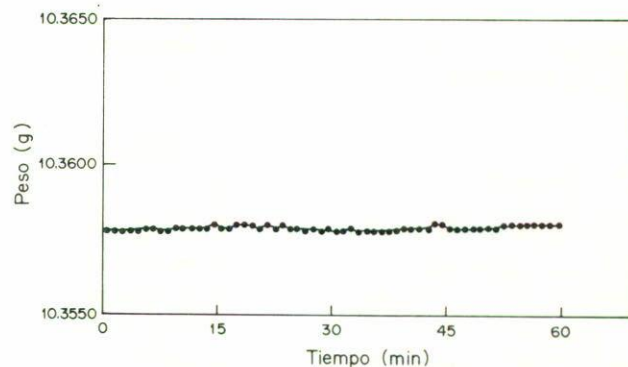


FIGURA 4. Peso de una canastilla *versus* tiempo, cuando el medio de flotación es agua bidestilada, y la canastilla a diferencia de los casos anteriores pende de hilos finos de nylon (y no de varilla de acero) además tiene aspas inferiores que actúan como freno hidrodinámico.

mayor volumen de la varilla metálica de soporte de la canastilla. Este efecto se corrige al bajar la temperatura del agua, tapar la superficie, hacer las lecturas más rápidamente y restablecer el nivel del agua. Al soportar la canastilla mediante delgados hilos de nylon, el efecto debido a la evaporación del agua no alcanzó a ser registrado por el instrumento de medición (ver Fig. 4) y nos permitió medir una fuerza de hasta $(1.5 \pm 0.1) \times 10^{-3}$ g debida a la tensión superficial del agua sobre la punta de la aguja. Lo anterior sugirió que en la práctica de pesaje se eleve el nivel del agua con el mecanismo hidráulico (Fig. 1) hasta que ocurra el contacto entre la punta de la aguja y el agua, y luego se baje el nivel del agua para garantizar que la punta de la aguja esté cercana a la superficie del agua, pero que no la toque, y se consiga así una precisión de $\pm 1.0 \times 10^{-4}$ g.

Mediante el uso de un sistema basado en baños térmicos y materiales aislantes, como se muestra en la Fig. 1, se puede mantener la temperatura del agua con muy poca variación durante un experimento, y realizar medidas desde 4°C , hasta temperatura ambiente.

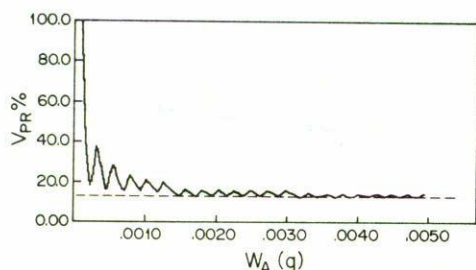


FIGURA 5. Error porcentual por truncamiento *versus* peso de muestra.

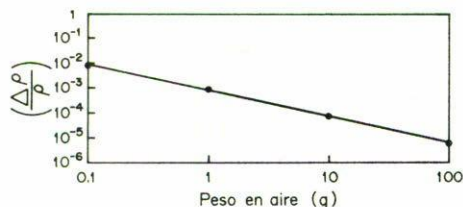


FIGURA 6. Error fraccional de la densidad de una aleación de Cd-Zn-Cu en función del peso de la muestra en el aire.

2.3. Efectos digitales

Debido a que la balanza reporta sus mediciones de manera digital con un recorte de las cifras significativas de menor valor (menores que 1×10^{-4} g), y como el método de la formulación débil requiere pesar dos veces al sólido, entonces la variación porcentual del peso ($V_p\%$), entre ambas mediciones, que idealmente es

$$V_p\% = \frac{W_A - W_{H_2O}}{W_A} 100\%, \quad (2)$$

y a causa de este recorte se transforma en

$$V_{PR}\% = \frac{W_{AR} - W_{RH_2O}}{W_{AR}} 100\%, \quad (3)$$

donde las variables que aparecen en dicha ecuación son las mismas de la ecuación ideal, expresada en cifras digitales recortadas.

En la Fig. 5, reportamos la gráfica de $V_{PR}\%$ *versus* W_A (W_A sin recorte), para valores 1×10^{-4} g $< W_A \leq 5 \times 10^{-3}$ g; en ella se aprecia el comportamiento escalonado variable de $V_{PR}\%$ como consecuencia del recorte de cifras significativas en los valores de W_{RH_2O} . La recta horizontal a 12.04% representa el valor ideal del $V_p\%$ cuando el efecto de recorte es despreciable, hacia el cual tiende asintóticamente la curva. De las Ecs. (1) y (2) es claro que en el límite

$$\frac{V_p\%}{100\%} = \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_{material}}. \quad (4)$$

En la Fig. 6, representamos los datos experimentales para Cd-Zn-Cu del cociente de la diferencia de densidades del material, debidos al recorte de cifras significativas entre la densidad del material, *versus* el peso del material en el aire. Los



FIGURA 7. Cascarón metálico de la aleación superplástica Cd-Zn-Cu, producido a partir de una placa plana.

datos manifiestan claramente que para muestras de mayor peso en aire, el error fraccional de la medida de la densidad disminuye, y a partir de cierto peso deja de ser apreciable instrumentalmente.

2.4. Una aplicación a superplasticidad

Para comprobar que este sistema puede detectar los cambios de densidad de un sólido que se producen como consecuencia de la cavitación inducida al deformarlo superplásticamente, tomamos muestras de distintas rebanadas de un cascarón semiesférico de una aleación superplástica de Cd-Zn-Cu producido a partir de una placa plana (véase Fig. 7). El proceso de fabricación del cascarón impone distintos grados de deformación a diferentes regiones del mismo, siendo mínima en la región de la base y máxima en el punto más alto del cascarón. Para averiguar el cambio de densidad en función de la deformación, se utiliza la siguiente expresión para la deformación local en dirección radial $\epsilon_r = \ln [E_r/E_o]$, donde E_r es el espesor local de una rebanada de lamina deformada y E_o es el espesor original de la lamina. La Fig. 8 presenta los datos de la densidad del cascarón en función de la deformación radial local a la que fue sometida.

2.5. Discusión y conclusiones

Los pignómetros y densímetros que pueden conseguirse comercialmente no satisfacen los requisitos de precisión, tipo de uso y tamaño de la muestra, requeridos para la medición del cambio de densidad en los sólidos que deformamos superplásticamente. Por otro lado, una revisión de los últimos desarrollos en densimetría [15–18], nos muestra densímetros diseñados para usos específicos y nos convenció de la necesidad de construir uno para su uso en muestras deformadas superplásticamente.

Hasta donde sabemos, el principio de Arquímedes ha sido empleado recientemente de manera exitosa en el desarrollo de un densímetro absoluto para medir la dependencia de la densidad con la temperatura, para sólidos pequeños (de entre 5 y 700 mg) con una precisión del orden del 0.01%, la cual consiguen al controlar los factores que afectan negativamente

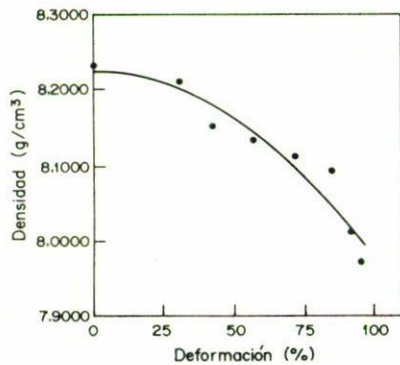


FIGURA 8. Densidad de diversas zonas de un cascarón metálico de la aleación Cd-Zn-Cu versus la deformación local.

al método, y permite el pesaje de una sola muestra en un día (aunque puede medir en ese tiempo la dependencia de la densidad con la temperatura entre -100°C hasta 300°C) [18]. En nuestro caso hemos logrado una precisión del 0.1% en muestras de 0.7 g, suficiente para la determinación del cambio de

volumen ocurrido en nuestras probetas al deformarlas superplásticamente; sin embargo, para muestras mayores a 7 g podemos tener una precisión del 0.01% (a temperatura constante), como lo muestra la Fig. 6. Nuestro método es muy rápido, permitiendo el pesaje de una muestra distinta cada 5 minutos.

En conclusión, el procedimiento que desarrollamos puede utilizarse para determinar los cambios de densidad que ocurren en la deformación superplástica, con la precisión necesaria para que sirvan de referencia para calibrar los métodos indirectos "óptico-estadísticos" que se emplean en la estimación del volumen cavitado.

Agradecimientos

Agradecemos al Dr. Gabriel Torres-Villaseñor por su interés y sus valiosos comentarios; a la M. en C. Edith Cienfuegos Alvarado por proporcionar elementos de apoyo y al técnico Angel Osornio Basurto por su colaboración en la realización de diversas actividades.

* Egresada de la licenciatura en Ingeniería Física, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco.

1. T.G. Langdon and J. Wadsworth, in *Superplasticity in Advanced Materials*, edited by S. Hori, M. Tokizane, and N. Furushiro, (The Japan Society for Research on Superplasticity, Osaka, 1991) p. 847.
2. T.G. Langdon, *Bull. Jpn. Inst. Met.* **30** (1991) 1001.
3. N. Ridley, *Superplastic Forming of Structural Alloys*, edited by N.E. Paton and C.H. Hamilton, (TMS-AIME, Warrendale, PA, 1982) p. 191.
4. X.G. Jiang, J.C. Earthman, and F.A. Mohamed, *J. Mater. Sci.* **29** (1994) 5499.
5. A.H. Chokshi, *Metall. Trans.* **A18** (1987) 63.
6. A.J. Shakesheff and P.G. Partridge, *J. Mater. Sci.* **20** (1985) 2408.
7. C.H. Cáceres and D.S. Wilkinson, *Acta Metall.* **32** (1984) 423.
8. M.J. Stowell, *Metal. Sci.* **14** (1980) 267.
9. A.H. Chokshi, *J. Mater. Sci.* **21** (1986) 2073.
10. A.H. Chokshi and A.K. Mukherjee, *Acta Metall.* **73** (1989) 3007.
11. Yan Ma and T.G. Langdon, *Metall. & Mater. Trans.* **27A** (1996) 873.
12. A. Ayensu and T.G. Langdon, *Metall. & Mater. Trans.* **27A** (1996) 901.
13. H. Riveros R., *Rev. Mex. Fís.* **35** (1989) 512.
14. S. Slisko, *Boletín de la SMF* **11** (1997) 231.
15. H. Caraubner, *Rev. Sci. Instrum.* **57** (11) (1986) 2817.
16. M. Bánó and J. Bán, *Rev. Sci. Instrum.* **65** (4) (1994).
17. S.K. Chung, D.B. Thiessen, and Won-Kyu Rhim, *Rev. Sci. Instrum.* **67** (9) (1996) 3175.
18. W.J. Giardini and G. Mana, *Rev. Sci. Instrum.* **69** (1998) 1383.