

1126
30 1



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN

FUSIÓN DE MATERIALES POR TÉCNICAS DE RADIO
FRECUENCIA Y REFLECTIVIDAD.

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECÁNICO ELECTRICISTA
P R E S E N T A:
GABRIEL VICENTE GAMBOA ESPINOSA

ASESOR: JESÚS ARMANDO LARA VELÁZQUEZ

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES



ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLAN



DEPARTAMENTO DE
EXAMENES PROFESIONALES

DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
P R E S E N T E

ATN: Q. Ma. del Carmen García Mijares
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS:

"Fusión de materiales por técnicas de Radiofrecuencia y Reflectividad"

que presenta el pasante: Gabriel Vicente Gamboa Espinosa
con número de cuenta: 9228829-2 para obtener el título de:
Ingeniero Mecánico Electricista

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 28 de Noviembre de 2002

PRESIDENTE M.C. Jesús Armando Lara Velázquez

VOCAL Ing. Ramón Osorio Galicia

SECRETARIO Ing. Sergio Martín Durán Guerrero

PRIMER SUPLENTE MAI. Pedro Guzmán Tinaiero

SEGUNDO SUPLENTE Ing. Maricela Serrano Fragoso

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Instituto De Física UNAM

El trabajo de investigación asociado a la tesis de licenciatura cuyo título es **"FUSIÓN DE MATERIALES POR TÉCNICAS DE RADIOFRECUENCIA Y REFLECTIVIDAD"**, fue realizado por el pasante **Gabriel Vicente Gamboa Espinosa** en los laboratorios del Instituto De Física De La UNAM, bajo la dirección del M. en C. **Jesús Lara Velázquez**, y bajo la codirección del Dr. **Eligio A. Orozco Mendoza**. del IFUNAM.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

AGRADECIMIENTOS.

Con gran satisfacción agradezco a la máxima casa de estudios, la UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO, al personal académico de la FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN, por haberme permitido lograr alcanzar una de mis metas en la vida que es la de ser ingeniero mecánico eléctrico.

Al Instituto de Física de la UNAM, en especial al departamento de estado sólido por permitirme realizar en sus instalaciones mi trabajo de tesis.

De igual manera a Jesús Lara Velázquez M. en C., como mi asesor y guía en la realización de esta, al Dr. Eligio Alberto Mendoza Orozco como coasesor y copartícipe de la tesis, de la misma manera al Dr. Lauro Bucio Galindo y M en C. Erick Arellano Juárez por su apoyo en la realización y publicación del artículo, les doy las gracias por el apoyo y colaboración de ellos en todo momento.

Un agradecimiento en forma especial a Raúl Espejel Paz T. A. por sus consejos técnicos que me fueron de gran ayuda para el desarrollo de la misma, al Físico Jorge Barreto Rentería en el encapsulamiento de los tubos de cuarzo, al Sr. Angel Osornio Basurto, por su apoyo en el diseño de piezas utilizadas, a mi compañera y amiga Clara Luz Quintanar Moreno por sus consejos técnicos y su apoyo en todo momento y a la Sra. Irma Orozco García por su ayuda, amistad y comprensión durante el tiempo que estuve en el instituto.

Agradezco en gran medida al apoyo otorgado por la DGAPA-UNAM que por medio del proyecto PAPIT IN-113199 y IN120801 "Análisis de material biológico, cristalino, sintético y amorfo: relación estructura-propiedades físicas" el cual me concedió una beca de tesis de licenciatura.

A mis amigos Ingenieros Ivan Suarez y Horacio Trejo que en todo momento me apoyaron y me orientaron, además de brindarme su amistad y compañía.

A todos por su ayuda les doy las gracias.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Este trabajo esta dedicado principalmente a aquella
persona que me vio crecer, que me cuida y me apoya
en todo momento, *que gracias a sus esfuerzos y
dedicación forjaron en mi a una persona de bien, por
todo eso y más te dedico
este trabajo a ti.....gracias Mamá.*

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

INDICE.

INTRODUCCIÓN.

PRIMERA PARTE.

I. HORNO DE INDUCCION DE RADIOFRECUENCIA.

1.1	Hornos de Inducción.	5
1.2	Ley de inducción de Faraday.	7
1.3	Generación de Radiofrecuencia.	12
	1.3.1 Calentamiento por Inducción de Radiofrecuencia.	19
	1.3.2 Límite máximo permisible para la exposición de RF.	22
1.4	Diseño del sistema de refrigeración.	24
1.5	Sistema de alimentación y tierra.	26
1.6	Diseño de bobinas de inducción de carga.	28
1.7	Puesta en operación.	33
1.8	Pruebas y aplicaciones.	39
1.9	Resultados.	45
1.10	ANEXO I. Componentes de la fuente de Radiofrecuencia LEPEL modelo T-7.5-5-3.MC-SW.	47
	1.10.1 Descripción y localización de los componentes.	50
	1.10.2 Plano Eléctrico.	53

SEGUNDA PARTE.

II. HORNO DE REFLEXIÓN.

2.1	Diseño del montaje.	60
2.2	Calibración.	67
2.3	Captación de datos.	71

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

7

2.4	Preparación de la muestra.	76
2.5	Pruebas.	79
2.6	Resultados.	87
2.7	ANEXO II. CRYSTALLOGRAPHIC STUDY OF QUATERNARY PHASE IN THE Eu-Mn-Ge-O SYSTEM BY TEM AND SEM.	92

III. DISCUSIÓN. 97

IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES. 103

V. GLOSARIO. 110

VI. BIBLIOGRAFIA. 114

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

INDICE DE TABLAS Y GRAFICAS.

Hornos de Radiofrecuencia.

Tabla 1.1 Clasificación de los rangos de frecuencia.	13
Gráfica FCC. Límite permisible a la exposición de R.F.	22
Tabla A. Límite para operadores.	22
Tabla B. Límite para la población en general.	23
Tabla 1.2 Características de alimentación del horno de R.F.	26
Tabla 1.3 Diseño de bobinas.	28
Tabla 1.4 Especificaciones recomendadas de operación.	33
Tabla 1.5 Recomendaciones prácticas de operación.	38
Tabla 1.6 Resultados de las pruebas de los materiales.	39
Gráfica 1 Operación del horno de R.F.	54

Hornos de Reflexión.

Gráfica de Inercia térmica del horno de reflexión.	55
Gráfica de Espectro de emisión de las lámparas de halógeno.	63
Tabla 2.1 Experimentos realizados con el horno de reflexión.	86
Gráfica 2 Patrón de rayos X para el compuesto $GdMnGe_2O_7$.	91
Tabla 2.2 Características de operación de los hornos de Radiofrecuencia y Reflectividad.	102

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

INTRODUCCIÓN.

Este trabajo se llevo a cabo en el Laboratorio No.3 de Metalurgia del Instituto de Física en el Departamento de Estado Sólido de la UNAM, originalmente se inició como una continuación de mi trabajo de servicio social realizado con el Dr. Eligio A. Orozco Mendoza a cual corresponde la originalidad del tema.

El objetivo del trabajo de esta tesis es poner en operación 2 tipos diferentes de hornos, el primero basado en la inducción electromagnética y el segundo en la concentración de una fuente de calor, discutiendo sus ventajas y desventajas.

El trabajo se divide en dos partes, en la primera se trabajó con un horno de radiofrecuencia (RF), específicamente pusimos en operación el horno de radiofrecuencia, **LEPEL modelo T-7.5-3.MC-SW** instalado en el mismo laboratorio.

En particular nuestro trabajo consistió en:

- Conectar el sistema de tierra a la fuente, así como la alimentación necesaria y sus protecciones.
- También se tuvo que diseñar y construir el sistema de refrigeración, adecuado a las necesidades del horno.
- Requerimos diseñar y construir varios tipos de bobinas inductoras de cobre, con la finalidad de encontrar una de máxima eficiencia, en las cuales se variaron tanto el diámetro como su número de espiras.
- Con estas se hicieron varias pruebas que consistieron en la fundición de diversos materiales, que para el caso de ser metales se utilizó un crisol cerámico, y cuando era un no-metal se utilizó un crisol de grafito.

Se trabajo con un 80% de la capacidad nominal del horno, y llegamos a alcanzar en aproximadamente un minuto una temperatura estimada entre 2500-2600°C.

En el **capítulo I** se da una breve clasificación en función del tipo de calentamiento de este tipo de hornos. Además se dan algunas fórmulas primordiales para el funcionamiento óptimo de la fuente.

En las **secciones 1.1, 1.2** se describen los principios teóricos básicos de la inducción electromagnética, así como las partes principales del generador de RF, en la **sección 1.3** se menciona la generación de la RF, y en la **sección 1.3.1** el calentamiento por inducción de radiofrecuencia.

En la **sección 1.3.2** se muestra una tabla referente a los límites permitidos por parte de los operadores y personas en general para la exposición a la radiofrecuencia, además de que se ilustra mediante una gráfica.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN.

También se requirió diseñar y construir un sistema de refrigeración para poder poner en operación el horno de radiofrecuencia (RF), esto se explica en la **sección 1.4**.

En la **sección 1.5** se describen las características necesarias para un buen sistema de tierras, el cual es primordial para la puesta en operación del horno de RF.

El diseño y construcción de las bobinas se describe en la **sección 1.6**.

En la **sección 1.7** se enlista el procedimiento a seguir para la puesta en operación del horno de RF.

Para finalizar en la **sección 1.8** se describen las pruebas realizadas con este horno así como algunas de sus aplicaciones.

Los resultados obtenidos con la fuente de RF se enlistan en la **sección 1.9**.

En la **sección 1.10, anexo I** se presenta los componentes de la fuente de radiofrecuencia.

Así mismo la localización y descripción de los componentes de la fuente de radiofrecuencia, **sección 1.10.1** y se incluye un plano eléctrico de estos componentes, **sección 1.10.2**.

Por último se anexa la **Gráfica 1** donde se representa el comportamiento de esta fuente con relación de las corrientes de placa y de reja.

En la segunda parte pusimos en operación un horno reflectivo, nuestro trabajo consistió en:

- El diseño y construcción del sistema de montaje del horno, el cual esta formado por una base que los soporta, uno de ellos tiene un desplazamiento sobre su eje x, a su vez ambos hemisferios tienen un desplazamiento individual fino en las direcciones y, z.
- Además de diseñar y construir las líneas de alimentación del horno, al principio se utilizo un controlador de temperatura pero debido a sus oscilaciones se procedió a sustituirlo por un variac.
- Del mismo modo se diseño y construyo el sistema de refrigeración, el cual consiste en un depósito de agua recirculada que evita que los hemisferios se sobre-calienten.
- Se adapto una tarjeta de control y adquisición de datos DAS-16, conectada a un programa llamado TESPOINT/OPTIC para poder monitorear constantemente el comportamiento de la muestra.
- Previamente se requirió calibrar el horno para tener una óptima eficiencia en el enfoque del mismo.
- Procedimos a la preparación de las muestras que en nuestro caso fueron: **EuMnGe₂O₇** y **SmMnGe₂O₇**.
- Para finalizar, las muestras fueron encapsularon en tubos de cuarzo y sometidas a un tratamiento térmico de varios días a una temperatura de 350 C°, habiendo obtenido muestras cristalinas del orden de 30µm, los resultados obtenidos fueron publicados en el artículo:

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Crystallographic study of quaternary phase in the Eu-MnGe-O system by TEM and SEM.

Y presentado también en:
VI Interamerican Congress On Electron Microscopy.
Veracruz - México, Octubre 7-11, 2001.

Los cristales obtenidos tienen importancia en el ámbito de la ciencia básica del estado sólido, sus aplicaciones en la industria y sus propiedades son campo de otro trabajo de investigación.

Trabajando con una potencia de 700 watts, para un volumen de material de aproximadamente 1 cm³ alcanzamos una temperatura máxima de 1200°C.

En el **capítulo II** describimos el principio de funcionamiento de los hornos reflectivos, incluyendo algunos esquemas para su mejor comprensión.

El diseño, construcción y montaje de los sistemas periféricos de alimentación y enfriamiento del horno se explican en la **sección 2.1**.

La secuencia de calibración necesaria para obtener la mayor eficiencia se menciona en la **sección 2.2**.

En la **sección 2.3** se ilustra como se logra captar y registrar mediante un programa de computadora TESPOINT/ OPTIC los datos de la temperatura, así como graficarlos para su posterior análisis.

La preparación previa para los compuestos se explica en la **sección 2.4**, y en la **sección 2.5** se describen los procedimientos seguidos para los diferentes experimentos realizados, los cuales consistieron en la fusión de un compuesto quaternario para la obtención de monocristales.

Los resultados se presentan los resultados obtenidos en la **sección 2.6**.

En la parte final de esta tesis se genera una serie de discusiones basándose en el funcionamiento y sus características físicas de estos hornos, además de las ventajas y desventajas que estos presentan, **sección III**.

De los resultados experimentales con el horno de radiofrecuencia y el horno reflectivo se llegan a obtener una serie de conclusiones, además de que se sugiere una lista de recomendaciones para mejorar el diseño y el funcionamiento, con el fin de hacerlos de mayor eficiencia, **sección IV**.

Al final se presenta la bibliografía que sirvió como apoyo y base para la realización de esta tesis, **sección VI**.

Se incluye también un glosario de las palabras clave que facilitan la comprensión de la lectura, **sección V**.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

PAGINACION

DISCONTINUA

I. HORNOS DE INDUCCION DE RADIOFRECUENCIA.

La calefacción eléctrica se basa en la transformación de la energía eléctrica en energía calorífica, esta transformación es por efecto Joule, el se da en sólidos y líquidos, por ejemplo:

1) Calentamiento por resistencia.

1.a)Directo: la sustancia a calentar sirve como resistencia.

1.b)Indirecto: en una resistencia que calienta la muestra.

2) Calentamiento por inducción (corrientes inducidas).

En los hornos de inducción una bobina inductora induce corrientes de alta frecuencia a un crisol metálico donde en su interior son colocan los materiales a fundir:

2.a)A la frecuencia de la red:

2.a.1)sin núcleo magnético.

2.a.2)con núcleo magnético.

2.b)A frecuencias media y alta:

2.b.1)Hornos de fusión.

En los hornos de Inducción de RF su principio es el mismo que el del transformador, la corriente de radiofrecuencia se lleva a través de un circuito primario que induce una corriente en el circuito cerrado del secundario. De manera que estas corrientes generan calor en base al efecto Joule: $P = R I^2$

La resistencia es la propia carga, si esta es metálica, si no un crisol metálico se calienta por las corrientes inducidas y por conducción térmica calienta a la pieza. Por lo tanto el calentamiento por inducción es un proceso en donde puede no haber contacto directo con la pieza. Que es el caso cuando el material es conductor.

Los hornos de Inducción de RF no necesitan ser calentados previamente para calentar a la pieza, si no que el calor se genera casi instantáneamente sobre la misma pieza mediante las corrientes inducidas.

En estos hornos la energía generada por la bobina primaria (emisora de radiofrecuencia) se convierte en energía calorífica en la bobina secundaria pieza o el crisol metálico.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Un desarrollo mas detallado de este tipo de calentamiento, se describe en las secciones 1.1, 1.2 y 1.3.

Las ecuaciones básicas para el funcionamiento de los hornos de Inducción¹son:

La potencia inducida dentro de la pieza, es la potencia necesaria para calentar la pieza y esta dada por la ecuación:

$$P_w = \frac{I_c^2 N_c^2 \rho_w \pi d_w \times 10^{-9}}{\delta_w I_w} KW \quad (I)$$

Mientras que las pérdidas en el horno son las pérdidas propias de la bobina inductora y esta dada por la ecuación:

$$P_c = \frac{I_c^2 N_c^2 \rho_c \pi d_c \times 10^{-9}}{\delta_c I_c} KW \quad (II)$$

Por lo tanto la potencia total requerida por la bobina para calentar una pieza esta dada por:

$$P_{CT} = P_c + P_w KW \quad (III)$$

donde:

I_c = corriente de la bobina (A)

I_w = corriente de la pieza (A)

δ_c = corriente de penetración de la bobina (cm)

d_c = diámetro de la bobina (cm)

ρ_c = resistividad de la bobina (mΩ·cm)

δ_w = corriente de penetración de la pieza (cm)

d_w = diámetro externo de la pieza (cm)

ρ_w = resistividad de la pieza (mΩ·cm)

N_c = vueltas de la bobina

¹ Consultar referencia 11 y 12.

Las ecuaciones anteriores tienen una gran importancia ya que mediante ellas se establecen las condiciones necesarias para la optima operación del horno.

Ya que una parte de la energía eléctrica es transformada en calor y debido a pérdidas caloríficas solo una fracción de esta es utilizada en el calentamiento de la pieza¹¹, por lo cual tenemos las siguientes ecuaciones, para la obtención de una mayor eficiencia:

El rendimiento eléctrico:

$$\eta_e = \frac{\text{energía eléctrica transformada en calor en el horno}}{\text{energía total solicitada a la red eléctrica de alimentación}} = \frac{W_2}{W_1} \quad (\text{IV})$$

El rendimiento térmico:

$$\eta_t = \frac{\text{energía recibida por la pieza}}{\text{energía eléctrica transformada en calor}} = \frac{W_3}{W_2} \quad (\text{V})$$

El rendimiento electrotérmico:

$$\eta = \frac{\text{energía recibida por la pieza}}{\text{energía total solicitada por la red}} = \frac{W_3}{W_1} \quad (\text{VI})$$

en donde:

$$\eta_t = \frac{\eta_e}{\eta} \quad (\text{VII})$$

Algunos puntos que se deben tomar en cuenta para el calentamiento por inducción son:

- La selección adecuada de la frecuencia para el tratamiento.
- Un diseño de bobina con una alta eficiencia (pocas pérdidas).
- Un diseño de sistema que minimice las pérdidas (atmósfera inerte).

¹¹ Consultar referencia 17 y 18.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Se puede llegar a tener un control en la temperatura, mediante la aplicación adecuada de la potencia al cabo de un tiempo específico y eligiendo el tipo de proceso deseado.

Algunas complicaciones durante la operación del horno pueden ser consecuencia de algunas o todas de las siguientes condiciones:

- La vida de los tubos osciladores, ya que su potencia se va degradando con el uso.
- Algunas variaciones en el suministro de la alimentación de la potencia.
- Si las muestras no están en la posición correcta dentro de las bobinas, puede llegar a dañarlas o a surgir un gradiente de temperatura diferente al deseado.

Algunas aplicaciones se mencionan en la **sección 1.8**.

Al final del capítulo en el **Anexo I** se incluye una tabla donde se describen los componentes de la fuente de inducción así como su diagrama eléctrico, de su localización.

En general los hornos de inducción de radiofrecuencia presentan grandes ventajas con respecto a los hornos con resistencia, en las secciones posteriores se dará una idea generalizada del uso y ventajas que estos hornos presentan.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.1 Hornos de Inducción.

En los hornos de inducción a un crisol metálico se le inducen grandes corrientes, las cuales son producidas por una bobina inductora o de carga que rodea al crisol, en esta circula una corriente alterna de alta frecuencia. Dentro del crisol son colocados los materiales a fundir, los cuales si no son metales no se le inducen corrientes y por lo tanto no se calientan por inducción, el calentamiento ocurre por el contacto térmico con el crisol, el proceso se ilustra en la **figura 1.1**.

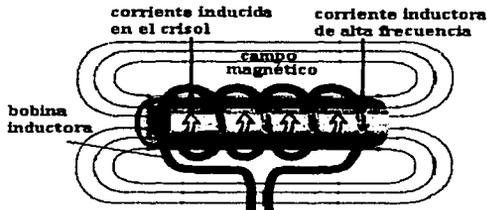


Fig.1.1, muestra el proceso de calentamiento.

Para comprender mejor este tipo de calentamiento comenzaremos por describir como se genera la inducción electromagnética en un conductor. Cuando circula una corriente en un conductor esta genera un campo magnético **B** concéntrico alrededor de él, **figura 1.2**.

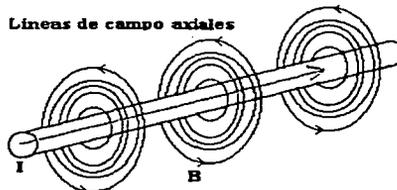


Fig.1.2, trayectoria de las líneas de campo.

En donde el sentido y la magnitud de \mathbf{B} están determinados por la dirección y magnitud de la corriente \mathbf{I} .

$$B = \frac{\mu_0 i}{2\pi r} \quad (\text{VIII})$$

Esta dirección del campo también puede ser encontrada por la regla de la mano derecha, **figura 1.3.**

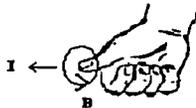


Fig.1.3, regla de la mano derecha

Si ese mismo conductor se enrolla varias veces en forma de resorte se construye una bobina, y dado que los campos magnéticos se suman vectorialmente, estos se concentran en la parte central de la bobina, de donde resulta que la intensidad del campo magnético por unidad de volumen es mayor, **figura.1.4.**

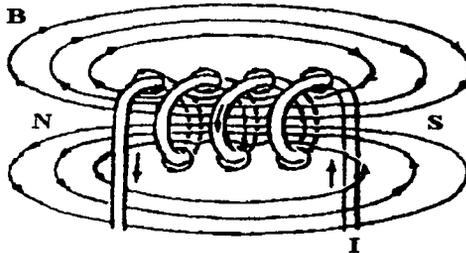


Fig.1.4, líneas de inducción de una bobina.

La intensidad de campo magnético en cualquier punto cerca de la bobina esta dado por:

$$B = \mu_0 i n \quad (\text{IX})$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.2 Ley de Inducción de Faraday.

Si un circuito cerrado formado por un conductor, esta dentro de un campo magnético \mathbf{B} y este campo varía con respecto al tiempo, de acuerdo a la *Ley de inducción de Faraday*, se induce una fem. dada por la ecuación:

$$fem = V_g = -\frac{d\phi}{dt} \quad (\times)$$

donde el (ϕ_B) es el flujo de campo magnético que a traviesa a la espira.

La fem. inducida en el conductor cerrado origina una corriente, esta corriente a su vez genera un segundo campo magnético \mathbf{B}' que se opone a cualquier cambio en el flujo de campo magnético original \mathbf{B} , que la atraviesa, de ahí el signo negativo de la ecuación, es decir, que a) si el flujo de campo magnético (ϕ_B) disminuye, la corriente inducida generará un campo magnético \mathbf{B}' que compensará las pérdidas del flujo magnético, hasta su valor original y b) si el flujo de campo magnético aumenta (ϕ_B) , la corriente inducida generará un campo magnético \mathbf{B}' en sentido contrario al flujo de campo magnético original, para disminuirlo hasta su valor original.

En el caso en que la inducción se da entre dos bobinas (inducción mutua) una llamada inductora o primaria (L_P) y la otra inducida o secundaria (L_S), **figura 1.5**.

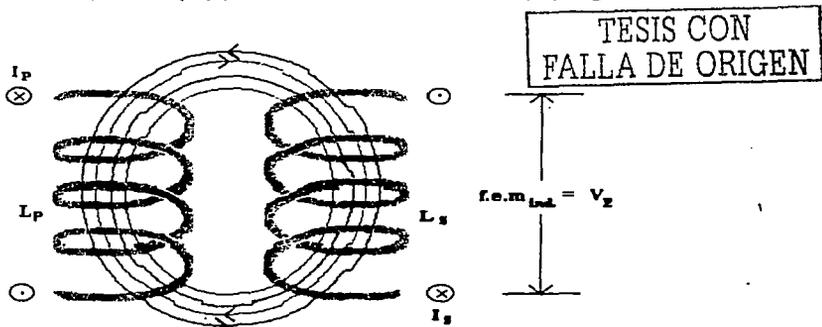


Fig.1.5, líneas de inducción en una inducción mutua

Observamos que:

- Se produce una corriente inducida en la bobina secundaria por la variación del campo magnético \mathbf{B} producido por la bobina inductora.
- Cualquier variación de corriente en la bobina inductora produce una fem. (\mathbf{V}_E) inducida en la bobina secundaria.
- Si la corriente en la bobina inductora primaria es constante o no hay movimiento de cargas, en la bobina secundaria $\mathbf{V}_E = \mathbf{0}$.
- La fem. inducida (\mathbf{V}_E) en la bobina secundaria es directamente proporcional al cambio de la corriente que pasa por la bobina inductora (L_P).

Otros factores que varían la fuerza electromotriz (\mathbf{V}_E) son:

- No. de amperio-vueltas de la bobina primaria, es decir, cuando aumenta el número de amperio-vueltas de la bobina primaria, se produce una fuerza electromotriz mayor, por ser más el número de líneas de campo magnético que cruzan la bobina secundaria.
- La *reluctancia* del circuito magnético, si se disminuye esta del circuito magnético aumentará considerablemente la intensidad del campo magnético.
- Y la relación entre el número de vueltas de la bobina inductora (L_P) y la bobina inducida (L_S).

En nuestro caso particular también se presenta una inducción mutua, entre la bobina secundaria (L_S), y la bobina primaria (L_P) la cual esta en serie con la bobina L_0 (bobina inductora o de carga), **figura 1.5.1.**



Fig.1.5.1. diagrama del horno de inducción

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Esta a su vez se autoinduce e induce una corriente al crisol, el cual se comporta como un circuito secundario cerrado de una sola espira.

La corriente inducida por la bobina inductora L_0 es de igual magnitud, dirección y sentido que la de la bobina primaria (L_p), esta bobina rodea al crisol por fuera del horno, de igual manera funciona un transformador, en el que el primario es la misma bobina, y el secundario propiamente dicho es el crisol.

Las corrientes inducidas (en el crisol) también llamadas *corrientes de Foucault o de Eddy*, producen un calentamiento por efecto Joule (**ecuación XI**), el calor así generado, es transmitido por conducción térmica a la muestra, la potencia se expresa por:

$$P = RI^2 \quad (XI)$$

Esto nos indica, que la cantidad de calor disipada por un conductor es proporcional al cuadrado de la intensidad de la corriente inducida que pasa por el crisol y también es proporcional a la resistencia del crisol.

Tenemos entonces que el efecto Joule es mayor cuando:

1. Mayor es la intensidad de corriente.
2. Mayor es la frecuencia.

El calentamiento de la muestra se da entre la bobina inductora con a) un crisol no conductor (alúmina), y b) un crisol metálico.

En el primer caso el crisol solo sirve como contenedor de la muestra, por lo tanto la muestra debe ser metálica.

En el segundo caso, el crisol es un cilindro conductor cerrado por la parte inferior, por donde circulan corrientes inducidas de torbellino de alta frecuencia, las cuales producen un calentamiento por efecto Joule, este calor se transmite por conducción a la muestra, la cual no necesariamente debe de ser metálica ¹.

Estas corrientes de Foucault o de Eddy no están distribuidas uniformemente, la densidad de corriente es grande hacia la superficie externa y pequeña a lo largo del eje del crisol, esto se conoce como *efecto pelicular*.

Este efecto es menor cuando:

1. Menor sea la resistividad del material.

La trayectoria que siguen estas corrientes son circulares al eje, observe la **figura 1.6**.

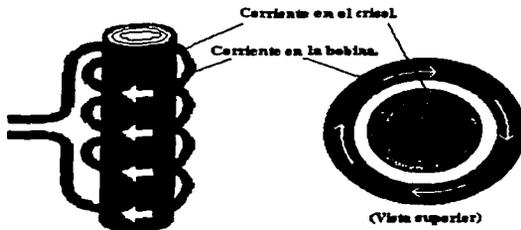


Fig.1.6, corrientes inducidas en el crisol.

El sentido de la corriente inductora de la bobina y el sentido de la corriente inducida en la pieza son contrarios, el valor de esta última, esta dada por:

$$I_{nucleo} = \frac{e_{inducida}}{R_c} \quad (XII)$$

La resistencia geométrica del material es: $R_c = \rho(l / A)$.

Conforme aumenta la corriente y la frecuencia aumenta el efecto Joule (calor) en la pieza.

$$P = R_{nucleo} I^2 (\text{corrientes parásitas}) \quad (XIII)$$

2. Cuando mayor es la frecuencia del campo inductor, mayor es la fem. inducida. Es decir, la intensidad del campo magnético contrario B' dada por el flujo de corriente en el material inducido esta en función de la frecuencia, haciendo que la corriente fluya mas eficientemente por la superficie.

La intensidad del campo externo afecta sólo la magnitud del flujo de corriente, mientras que la frecuencia afecta la profundidad de penetración.

Es importante entender que este calentamiento en los hornos de inducción depende en gran parte de la frecuencia. A continuación en las **secciones 1.3 y 1.3.1 y 1.3.2** se explica la generación de la radiofrecuencia y el efecto que tiene esta sobre los distintos tipos de calentamiento.

La forma de la bobina inductora que genera el calentamiento va de acuerdo a la forma de la pieza a calentar, el diseño de estas bobinas se explica en la **sección 1.6**.

¹ Los materiales ferromagnéticos usados tienen un comportamiento magnético diferente a ciertas temperaturas (Curie), pasando la temperatura de Curie del material este pierde sus propiedades magnéticas, esto ocurre generalmente a bajas temperaturas de operación, por lo que se debe estudiar previamente las curvas de saturación (Histéresis) consultar referencia^{16,22}.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.3 Generación de Radiofrecuencia.

Características físicas de radiaciones electromagnéticas.

La RF son un tipo de ondas de radiación electromagnética (REM), puede describirse como una serie de ondas de energía compuestas de campos oscilantes eléctricos y magnéticos que viajan en el espacio a la velocidad de la luz, **figura.1.7.**

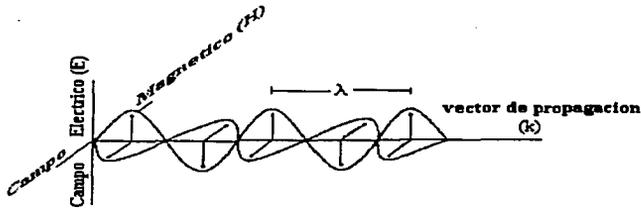


Fig.1.7. Onda electromagnética.

Donde la frecuencia y la energía están dadas respectivamente por:

$$f = c/\lambda$$

$$E = hf$$

f = frecuencia (Hz o ciclos/s)

c = velocidad de la luz (3×10^{10} cm/s)

λ = longitud de onda (cm)

h = Constante de Planck

= 4.13×10^{-15} eV-sec

= 6.626×10^{-27} erg-sec

E = energía fotonica (eV o erg.)

Y la densidad de energía esta dada por:

$$\text{Densidad de energía} = E \times H \text{ (mW / cm}^2\text{)}$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

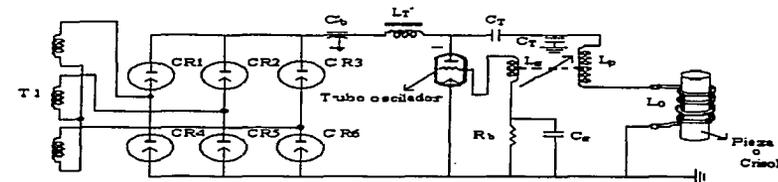
Tabla 1.1, clasificación de los rangos de radiofrecuencia (Hz):

Rango	Nombre	Siglas
30 a 300 (Khz)	Baja frecuencia	Lf
300 a 3000 (Khz)	Media frecuencia	Mf
3 a 30 (Mhz)	Alta frecuencia	Hf
30 a a300 (Mhz)	Muy alta frecuencia	Vhf
300 a 3000 (Mhz)	Ultra alta frecuencia	Uhf
3000 a 30000 Mhz	Super alta frecuencia	Microondas

Existen 3 clases de equipo usados para el calentamiento por inducción en metales:

- **Motor – Generador.** Cuya frecuencia esta en el rango de 400 a 9600 Hz.
- **Spark – gap.** Cuya frecuencia esta entre 9600 a 250,000 Hz.
- **Tubo de Vacío-Oscilador.** Su rango de frecuencia es de 25000 a 300MHz.

La radiofrecuencia generada en nuestro horno **LEPEL modelo T-7.5-3.MC-SW** es del tercer tipo, como lo muestra el siguiente diagrama:



Donde:

- T1= Transformador trifásico
 CR1,CR5= Rectificadores Edo Sólido
 C_b= Capacitor de Bloqueo
 C_t= Capacitor de Tanque
 C_g= Capacitor de Reja
 L_p= Bobina primaria (serie)
 L_s= Bobina secundaria
 L_c= Bobina de carga (serie)
 L_{t'}= Bobina de choke
 R_b= Resistencia de escape

Fig.1.8, diagrama eléctrico de la generación de RF.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

El transformador trifásico (T1) genera un voltaje alto (4850V) el cual es rectificado por los diodos (CR), la ventaja de una rectificación trifásica es que no necesitamos filtros pues es casi completamente CD la que obtenemos al final de la rectificación, **figura 1.9.**

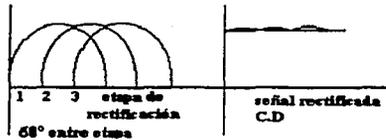


Fig.1.9, señal de salida rectificada.

El capacitor (C_B) del circuito evita la fuga de radiofrecuencia hacia el exterior, fungen como un by-pass, bloquea voltajes altos de CD, en la **figura 1.10** se muestra su localización:

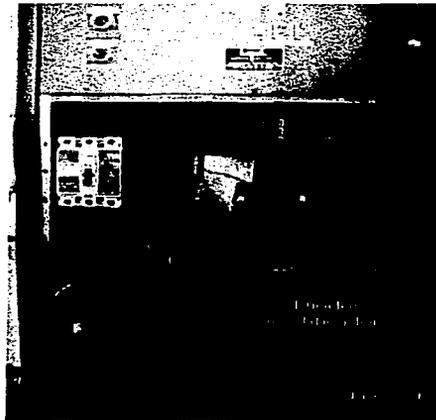


Fig.1.10, vista del horno de R.F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

La bobina de choke L_T previene oscilaciones de voltaje y corriente provenientes de la CD, las cuales dañarían al transformador, contamos con dos: 2.5-5MHZ y 5-8 Mhz para diferentes rangos de operación.

El resistor R_b de reja o de escape sirve para polarizar al tubo ya que conduce los electrones (-) que evitan que se sature.

El capacitor C_g permite el paso de la R.F a través de R_b .

La bobina primaria L_p modula la frecuencia portadora.

La bobina secundaria L_s mantiene una realimentación positiva en el circuito, su ubicación se ilustra en la **figura 1.11**:



Fig.1.11, bobina secundaria con circuito de realimentación.

El tubo oscilador necesita ser excitado para poder permitir el paso de la corriente, para lo cual se alimenta el filamento del tubo con un voltaje nominal de 5VCA, esto nos proporciona la corriente necesaria para que el tubo se caliente y permita el paso de corriente hacia el circuito tanque, además parte de la señal de salida es retroalimentada con una magnitud y fase adecuada para sostener la oscilación (RF), este tipo de oscilador es conocido como "TICKLER", y es cuando la bobina L_p y L_s se encuentran acopladas inductivamente.

La bobina que esta conectada al circuito de reja es la que permite la retroalimentación.

Este tubo trabaja en clase "C", el cual es usado para tener una alta eficiencia de amplificación de R.F, del orden 40%→ 80%.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Estos tubos constan por lo general de 3 elementos, una fuente de electrones llamada cátodo, un electrodo para recolectar los electrones llamado ánodo o placa, y un tercer elemento insertado entre ambos el cual controla el paso de los electrones a la placa, este elemento llamado reja de control regula la cantidad de corriente que fluye entre cátodo y placa, en la **figura 1.12** se aprecia el lugar del horno donde se coloca el tubo oscilador.



Fig.1.12, lugar de ubicación del tubo oscilador.

Se cuenta también con un circuito resonante (que por encontrarse en paralelo se le llama "tanque") este nos proporciona la retroalimentación y rango de frecuencia necesaria:

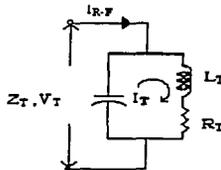


Fig.1.13, circuito resonante.

La relación entre L y C se expresa en la siguiente fórmula:

$$f = \frac{1}{2\pi \cdot LC} \quad (\text{XIV})$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

donde:

L = inductancia (Henrys)

C = capacitancia (Farads)

f = frecuencia (Hz).

Además provee otras funciones primordiales como son:

- Proporcionar el rango de frecuencia deseado para la prueba misma, (2.5 hasta 8 Mhz) esto se hace modificando la posición de los taps en la bobina secundaria con respecto a la bobina primaria.
- Garantizar un buen acoplamiento del circuito, con lo cual se aumenta o disminuye la eficiencia "Q" ¹, esto se logra alejando o acercando el núcleo (primario), de la bobina móvil (secundario).
- Transforma la impedancia relativamente baja de la carga en una alta impedancia, como si fuera resistiva, con esto se mantiene un mejor funcionamiento del tubo.
- Actúa como un circuito filtro, previniendo las armónicas de la corriente de plato, ya que como opera en clase "C" tiene un gran contenido de armónicas.

La bobina de carga es parte del circuito resonante por lo tanto el número de vueltas de ella afecta de manera directa a la frecuencia, pues modifica el circuito resonante.

Además esta bobina se comporta como un autotransformador, ya que forma parte del primario.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Esta bobina no se funde a pesar de las altas temperaturas que alcanza la pieza, debido a que solo conduce la corriente de RF, el calor se genera a partir de las corrientes inducidas (Eddy o Foucault) que circulan en el crisol metálico, el cual debido a su resistencia y a las corrientes parásitas que circulan a través de él, genera un calentamiento por efecto de Joule, como se explico anteriormente, este a su vez es transmitido por conducción térmica a la pieza.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

¹ Es la relación de la reactancia de la resistencia de alta frecuencia del circuito y la inductancia de la bobina. ver referencia²².

1.3.1 Calentamiento por Inducción de Radiofrecuencia.

Los parámetros de operación del horno de RF son determinados entre otras cosas por: la resistividad del material, las dimensiones de la pieza, el cuadrado del voltaje aplicado, el tiempo de exposición y la frecuencia.

Para tiempos de exposición cortos tanto el calentamiento como la *profundidad de penetración* son función de la frecuencia, como se explica a continuación:

El valor de la profundidad de penetración esta dada por:

$$\delta = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{\rho}{\mu f}} \quad [cm] \quad (XV)$$

donde:

ρ = resistividad del material

μ = permeabilidad magnética del material.

f = frecuencia en Hz.

Este echo tiene las siguientes consecuencias:

- Como la profundidad de penetración es inversamente proporcional a la raíz de la frecuencia, por lo mismo, cuanto mayor sea la frecuencia menor será la profundidad de penetración.
- Inversamente mientras menor sea la frecuencia mayor será la profundidad de penetración, como corolario a bajas frecuencias, el tamaño del cuerpo a fundir podrá ser mayor.
- A frecuencias media y alta, el espesor de la zona que se calienta es muy superficial siendo un calentamiento del tipo templado.
- A la frecuencia de la red, las piezas a calentar deben ser de un diámetro mínimo.
- La permeabilidad magnética μ reduce el espesor de la capa pelicular.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Para hornos de rango de frecuencia media que va de $3 \times 10^5 - 3 \times 10^6$ (HZ) se emplean principalmente en laboratorio, por su rápido calentamiento, a una temperatura elevada ($>1300^\circ\text{C}$) y con una atmósfera determinada o en vacío.

Para rangos altos de frecuencia $3 \times 10^6 - 3 \times 10^7$ (HZ) aplicada a una pieza metálica, observamos que a pesar de las grandes corrientes de Foucault no existe un calentamiento homogéneo en la pieza, esto debido al *efecto pelicular*; como se menciono anteriormente, dado que el calor no tiene tiempo de penetrar en el volumen de la pieza, por lo tanto solo se obtendrá un temple superficial de la pieza, todo esto para tiempos pequeños de exposición, también se debe de tomar en cuenta el acoplamiento con el inductor y ciertas características geométricas y propiedades del material.

Para rangos de frecuencias muy elevados $3 \times 10^8 - 3 \times 10^9$ (HZ), el calentamiento es aún más rápido dado que el efecto pelicular es casi despreciable **ecuación (XV)**, el calentamiento es superficial y por lo tanto se emplea en el precalentamiento y calentamiento de materias plásticas aislantes, secado de textiles, pegado de contraplacas, etc.

Los tratamientos térmicos se pueden dividir en dos etapas de operación: 1) precalentamiento (tiempos de exposición cortos) y 2) fusión y sobre-calentamiento de la carga fundida (tiempos de exposición largos), es decir, en la primer etapa se calentará más rápidamente la capa exterior que el resto del material, y en la segunda, se forma un gradiente necesario para conducir el calor generado al centro de la pieza.

Esta operación puede efectuarse continuamente, donde la potencia y la frecuencia se eligen de acuerdo con el tamaño de la pieza.

Para el calentamiento de materiales polares por Radiofrecuencia, el generador de R.F crea un campo eléctrico entre dos electrodos. La energía entre los electrodos es transmitida hacia el material, donde la energía del campo alterno ocasiona que las moléculas polares del material se reorienten, así mismo los polos opuestos nominales se comportan como un campo magnético alterno.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Los choques del movimiento molecular ocasiona que el material rápidamente se caliente a lo largo de toda su masa.

En la **figura 1.14** se muestra un sistema de radiofrecuencia producido entre dos electrodos. Las moléculas polares dentro del material son representadas con las esferas (+) y (-) conectadas por las barras.

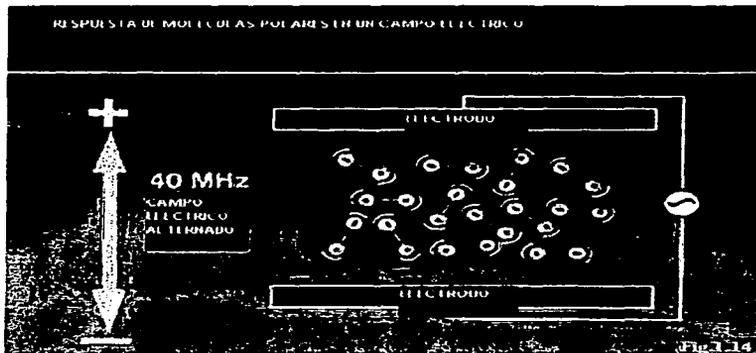


Fig.1.14, sistema de R.F utilizado para el calentamiento de materiales polares.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.3.2 Límite máximo permisible para la exposición de RF.

Ya que los aparatos radiofrecuencia pueden emitir radiación externamente, la cual puede ser nociva para la salud, a continuación se incluye una gráfica de acuerdo al fabricante, que nos da una idea de los límites permisibles de la exposición a personas, (operadores/público) con lo cual se puede prevenir algún daño.

**FCC Límite máximo permisible de exposición (MPE)
onda plana equivalente a la densidad de potencia**

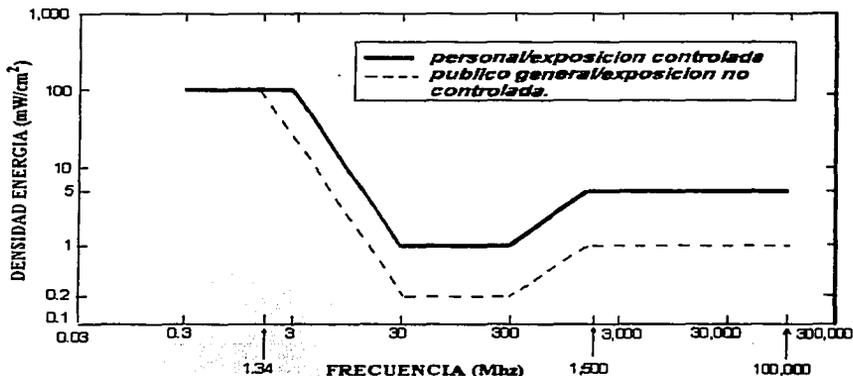


Tabla A. Límite para operadores/exposición controlada.

Frec.Osc (Mhz)	Pot.Campo(E) (V/m)	Pot.Campo (H) (A/m)	Densidad.Ener. (mW/cm ²)	Tiempo prom. (min.)
0.3-3.0	614	1.63	(100)*	6
3.0-30	1842/f	4.89/f	(900/f)*	6
30-300	61.4	0.163	1.0	6
300-1500	--	--	f/300	6
1500-100,000	--	--	5	6

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Tabla B. Límite para la población en general/exposición no controlada.

Frec.Osc (Mhz)	Pot.Campo(E) (V/m)	Pot.Campo (H) (A/m)	Densidad.Ener. (mW/cm ²)	Tiempo prom. (min.)
0.3-1.34	614	1.63	(100)*	30
1.34-30	824/f	2.19/f	(180/f)*	30
30-300	27.5	0.073	0.2	30
300-1500	--	--	f/1500	30
1500-100,000	--	--	1.0	30

f= frecuencia en Mhz.

* ondas equivalentes a la densidad de potencia.

Para los operadores, los límites controlados se aplican en situaciones en que las personas se exponen a consecuencia de su trabajo, son conscientes de la exposición y del control que deben de tener sobre la misma. También se aplica en situaciones, donde los operadores tiene una exposición continua.

Para la población en general, son las exposiciones no controladas, y por lo tanto no son conscientes de su exposición y control de la misma.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.4 Diseño del sistema de refrigeración.

Debido a que se generan temperaturas altas en la bobina de carga.

Es necesario que esta sea refrigerada constantemente para evitar que se funda, además de que el tubo oscilador también genera calor y necesariamente se debe refrigerar para evitar que se funda su filamento.

Esta refrigeración se hace mediante agua que circula dentro de conductos internos de la bobina de carga y del tubo oscilador.

El agua extrae el calor de la bobina de carga, para que esto ocurra, se debe cumplir con un mínimo de condiciones operacionales, como son: poca cantidad de sales, dado que estas puedan atacar químicamente los conductos internos de la bobina o también puedan depositarse cerrando la luz del ducto (debido a esto se utilizó agua destilada).

Se requiere una presión mínima de 4 GPM (40 PSI) (referencia 2), para asegurar la rapidez mínima de enfriamiento, además la temperatura no debe sobrepasar a 807°K (aprox. 27 °C).

En el laboratorio se cuenta con un sistema de agua recirculada que desgraciadamente tiene una alta concentración de sales, además de que no tiene la presión requerida por el sistema, por lo que se tuvo que diseñar y construir un sistema de refrigeración, el cual cuenta con las siguientes características:

- A) Se utilizó un depósito con agua destilada con capacidad de 100 litros.
- B) Se diseñó un serpentín de tubo de cobre por donde se hace pasar el agua recirculada proveniente del laboratorio que sirve como refrigerante, **figura 1.15**, el tubo de cobre es a su vez sumergido en el depósito de agua destilada, de esta manera absorbe el calor del agua destilada.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

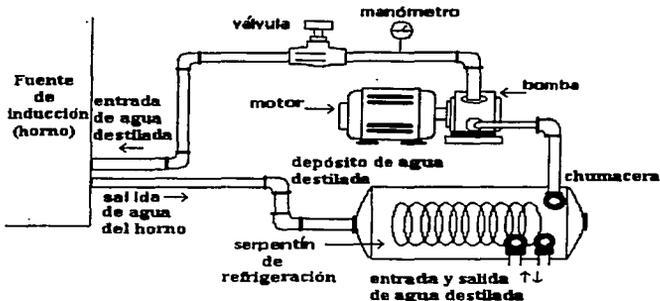


Fig.1.15, esquema del sistema de refrigeración.

C) Dentro del depósito se encuentra una chumacera que es por donde se extrae el agua destilada, esta a su vez esta conectada a una bomba que le da la presión necesaria al agua destilada para inyectarla al horno, finalmente regresando al tanque, después de pasar por el horno.

Si no se alcanza la presión requerida por el sistema el by-pass no se abre y por lo tanto la fuente no funciona, esto se explica en la **sección 1.7**.

La bomba utiliza un motor jaula de ardilla de $\frac{1}{2}$ HP, 120 VCA, 60Hz, trifásico, 3450 RPM, el cual nos permite una operación continua, sin un sobrecalentamiento, y con un buen par de arranque.

Todas las conexiones son de cobre de $\frac{1}{2}$ plg y se procura tener el menor número de codos con el fin de disminuir lo menos posible la presión (gasto).

El sistema ofrece las siguientes ventajas:

- La presión es constante independiente de las fluctuaciones que puedan existir en la línea de suministro de agua.
- Se economiza el volumen de agua, dado que se reutiliza durante la operación de enfriamiento.

1.5 Sistema de alimentación y tierra.

El generador de inducción utilizado tiene las siguientes características de alimentación:

Tabla 1.2 características de alimentación del horno de RF.

Modelo de la fuente	Potencia de salida (KW)	Potencia de entrada		Voltaje de línea (Volts)	Corriente de carga (Amperes)	Cable AWG MCM	Fusible (Amperes)	Presión del agua GPM	Conexión para agua (plg)
		KVA	fase						
T-7.5-3 MC-SW	7.5	16.7	3	230	42	6	60	4	1/2
				460	21	6	60		
				550	17.5	3	30		

Los circuitos interruptores tienen una sobre-corriente máxima de 125% y los cables usados de cobre tienen una temperatura máxima de trabajo de 75°C.

La caja de alimentación tiene la capacidad de manejar hasta 600VCA, 60A.

Con el objeto de proteger tanto al personal como al equipo se debe de contar con un buen *sistema de tierra*, las condiciones mínimas que debe de cumplir son:

- Proporcionar un circuito de muy baja *impedancia*, para la circulación de las corrientes a tierra ocasionadas por una falla.
- Proporcionar una conexión a tierra de las partes metálicas, para que cuando circule una corriente por ellas, tenga un camino directo hacia tierra, evitando ser fuente de riesgo para la integridad física de los operadores.
- Ser un medio de descarga durante el proceso de desenergizado del equipo cuando se proceda a realizar trabajos de mantenimiento.
- Proveer una conexión a tierra para el neutro de los transformadores.

Los elementos que constituyen la red de tierra son: conductores, electrodos y conectores:

- Los conductores son cables desnudos, de calibres adecuados, se utiliza el cobre por su mejor conductividad, tanto eléctrica como térmica y además por su resistencia a la corrosión.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- Los electrodos son varillas metálicas que suelen ser de cobre o tubo galvanizado que se clavan en el terreno, las cuales se colocan en zonas húmedas para que tengan una menor resistencia eléctrica.

Para asegurar un mejor contacto eléctrico se acostumbra añadir sal al terreno circundante a la varilla y se entierra a una profundidad de al menos **3m**, ver **figura 1.16**.

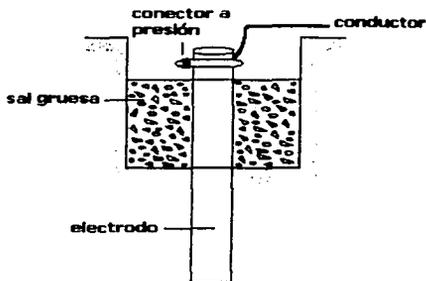


Fig.1.16, esquema del sistema de tierras.

Los cables que van del horno a los electrodos deben ser lo más corto posibles para que en caso de descarga esta llegue lo más rápido posible a tierra.

- Los conectores sirven para unir los conductores, electrodos y sus derivaciones, existen 3 tipos: metálicos, soldables y a presión.

En nuestro caso particular el sistema de tierras es radial ya tiene un solo electrodo el cual se conecta directamente al aparato.

La conexión de la tierra física se encuentra en la base del chasis del horno, el fabricante (referencia 2) aconseja que se usen electrodos de $1/2$ plg de ϕ .

1.6 Diseño de bobinas de inducción de carga.

Los bobinas inductoras de corriente para el calentamiento se construyen en forma de una espira para densidades de corriente elevadas (3000 a 6000 A/mm²), cuando se eligen bobinas de varias espiras, se acoplan directamente al generador siempre que la resistencia interna del generador se adapte a la de la bobina para poder entregar la potencia máxima.

Esta bobina o solenoide es de forma helicoidal, la corriente pasa a través del solenoide, donde cada espira suma su campo al de las demás espiras.

Cuando menor sea el espacio entre espiras y mayor sea el número de estas, el campo es más denso en el interior y más uniforme, **ecuación (IX)**.

Aprovechando que la corriente circula por la periferia del conductor, se diseñaron bobinas de tubo de cobre flexible por donde se hace circular agua para extraerle el calor a la bobina (**sección 1.2**)

El ϕ del tubo es de $\frac{1}{4}$ plg puesto que es más flexible y soporta las altas corrientes que circulan por él.

El crisol con el que se cuenta tiene las siguientes medidas:

$D_{int.} = .03 \text{ m}$ y una $long = .053 \text{ m}$, por lo tanto algunas medidas propuestas para las bobinas son las siguientes:

Tabla 1.3 Bobinas diseñadas.

N_0	Número de espiras	Diámetro interior (m)	Longitud (m)
A)	2	0.0263	0.02
B)	3	0.038	0.03
C)	4	0.0269	0.035
D)	4	0.0508	0.045
E)	9	0.0635	0.07

Para su fabricación se introduce arena de grano fino en el tubo, con la finalidad de que no se deforme el diámetro cuando se forme la bobina.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Una vez elegido el diámetro se busca un cilindro de igual medida, que será tomado como guía y en donde se enrolla el tubo, el número de vueltas esta determinado por el tamaño del crisol.

Los inductores tienen frecuentemente pocas vueltas y por lo tanto las tensiones son bajas y las corrientes altas.

Tomando en cuenta al fabricante se diseñaron algunas bobinas **figura 1.17**

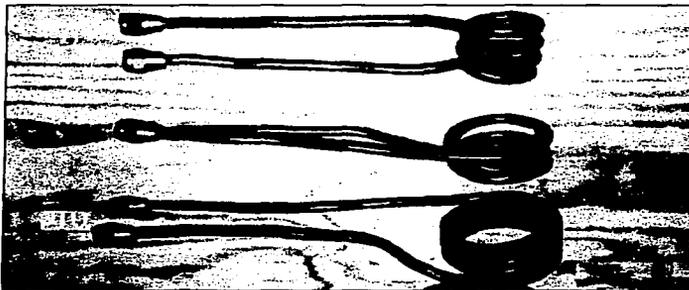


Fig.1.17, se presentan algunas de las bobinas I) $\phi=0.0269\text{m}$ y $N=4$ vueltas.
II) $\phi=0.0263\text{m}$ y $N=2$ vueltas y III) $\phi=0.0508\text{m}$ y $N=4$ vueltas.

Otros datos que se deben de considerar para la fabricación de las bobinas son:

- 1.- Diámetro interno de la bobina.
- 2.- Número de espiras (vueltas).
- 3.- La inductancia esta relacionada con los dos puntos anteriores por medio de la fórmula:

$$L = \frac{\mu_0 N^2 A}{l} (\text{henrys}) \quad (\text{XVI})$$

donde:

μ_0 = permeabilidad del aire $4\pi \times 10^{-7}$ (H /m)

N = número de vueltas

A = área de la bobina (m^2)

l = longitud (m)

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Además de estas bobinas se utilizó un crisol, el cual es colocado en el interior de la bobina y dentro de él se coloca a la muestra.

Se contemplan dos casos referentes al crisol:

- ❖ El primer caso es cuando lo que se quiere fundir son materiales conductores eléctricos, en donde se le inducen directamente las corrientes al material que generan el calor, siendo el crisol solo un contenedor de la muestra, en este caso el material del que esta echo el crisol es de Alúmina (óxido de aluminio AlO_3) que aunque no es conductor eléctrico es un buen conductor de calor, resiste una alta temperatura ($2050^{\circ}C$), $D_{int.} = .03\text{ m}$ y una $long = .053\text{ m}$.
- ❖ El segundo caso es cuando lo que se quiere calentar no es un conductor eléctrico, las corrientes son ahora inducidas directamente sobre el crisol y este a su vez por conducción térmica calienta a la muestra. En este caso el material de que esta echo el crisol es grafito, el cual es un buen conductor eléctrico, soporta altas temperaturas, pero tiene la desventaja de que ante la presencia de oxígeno se transforma en CO_2 , lo que limita el número de veces que se puede utilizar o el tiempo de exposición en la atmósfera abierta. Para el crisol de grafito las medidas son: $D_{int.} = .015\text{ m}$ y una $long = .01\text{ m}$.

Aunque la aplicación de frecuencias del orden de Mhz facilita el calentamiento de objetos pequeños, también hace que se condicione el tamaño de la bobina de carga.

Para lo cual se llevaron a cabo los siguientes experimentos:

Para diferentes frecuencias con la bobina **C** de $d_{int.} = 0.0269\text{ m}$ se alcanzó una mayor temperatura que con la bobina **D** de $d_{int.} = 0.0508\text{ m}$ pese a que ambas tenían el mismo número de vueltas y solo diferían en el diámetro interior, es decir, que la reactancia inductiva de la bobina **C** es menor con respecto a la bobina **D**, lo cual se traduce como un mayor calentamiento para frecuencias iguales, es decir, que para bobinas pequeñas es más eficientemente el calentamiento.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Nuestros resultados concuerdan con los experimentos reportados por el fabricante¹ el cual recomienda lo siguiente:

Para una operación de 2.5 a 5 Mhz el diámetro máximo de la bobina es aproximadamente .0571m, con un máximo de 5 vueltas de tubo de cobre y con una inductancia cercana a 1.5 μ H.

Y para una operación de 5 a 8 Mhz el diámetro máximo de la bobina es aproximadamente .0508m, con 3 vueltas de tubo de cobre y con una inductancia cercana a los .75 μ H.

Aunque la bobina inductora (carga) tiene un pequeño flujo disperso, se desprecia la potencia reactiva (debido al espacio entre el inductor y la pieza a tratar).

Para que el inductor de calentamiento tenga un buen rendimiento se debe de tomar en cuenta lo siguiente:

- ♦ La relación entre el diámetro interior (**D**) de la bobina y el exterior (**d**) de la pieza, el cual debe ser próximo a la unidad **D/d \approx 1**, **figura 1.18**:

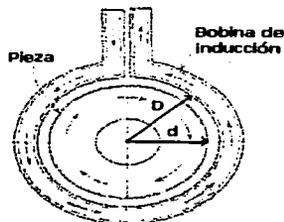


Fig.1.18, relación de diámetros del crisol y de la bobina.

¹ Consultar Manual de operación de la fuente Lepel (referencia 2).

- ♦ La longitud de la bobina del inductor y la longitud de la zona a calentarse b/B , debe ser ≤ 1 , **figura 1.19**:

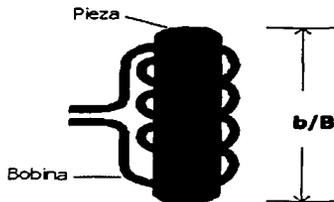


Fig.1.19, relación de longitudes del crisol y de la bobina.

- ♦ El valor de la resistencia del material de la bobina debe ser lo más pequeño posible.
- ♦ El rendimiento aumenta, cuando el valor de la resistividad de la pieza a tratar es grande con relación a la resistencia de la bobina inductora.
- ♦ En el generador de alta frecuencia se debe de tomar en cuenta la potencia activa para la operación de calentamiento al igual que la potencia reactiva.

Las inductancias tienen las siguientes características:

- Una inductancia siempre trata de mantener la corriente total.
- Una inductancia se opone a cualquier cambio en la corriente.
- Los Inductores generan una fuerza contra-electromotriz que se opone al voltaje inducido.

En una inductancia la corriente se atrasa con respecto al voltaje.

La inductancia en la bobina causa un desfase en la corriente y el factor de potencia disminuye.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.7 Puesta en operación.

El generador de inducción de RF utilizado es de la compañía **LEPEL CORPORATION, modelo T-7.5-3.MC-SW.**

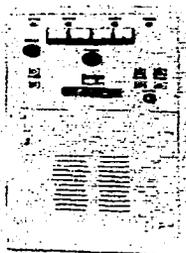


Tabla 1.4 especificaciones recomendadas de operación:

Modelo	Potencia de salida KW	Potencia de entrada 60 Hz			Frecuencia nominal (Mhz)	Control de potencia	Presión de agua Gal/min	Dimensiones de la fuente plg.		
		KVA	V	fase				A	B	H
T-7.5-3-MC-SW	7.5	16.7	230	3	2.5-8	T, J	4	40	30	56
			460							
			230							

Para poder comenzar con la operación del horno se deben de tomar en cuenta 3 consideraciones básicas, las cuales son:

1. Agua recirculada para su enfriamiento, ya que si no se cuenta con ella no puede operar el horno, cuenta con un by-pass de presión y otro de temperatura, el sistema se describió en la **sección 1.4.**
2. La conexión de la alimentación correcta es decir teniendo la *secuencia de fases* adecuada.

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

El desconocimiento de este hecho puede traer como consecuencia un mal funcionamiento de los instrumentos de medición y protección.

3. Un sistema adecuado de conexión a tierra, dado que se manejan corrientes demasiado altas y existe riesgo de descargas eléctricas, esto se describió en la **sección 1.5.**

Considerados estos 3 puntos, se identifican los siguientes sistemas:

Sistema de control de potencia.

El generador provee dos modos de control de potencia, automático y manual, la selección es determinada por un interruptor Temp/ manual.

Con el interruptor colocado en manual la potencia se controla con un potenciómetro que esta sobre el panel y controla el rendimiento de potencia del generador.

Cuando el interruptor esta colocado en Temp, desde una unidad remota se controla automáticamente la potencia de salida del generador a través de una corriente de CD, **figura 1.20.**



Fig.1.20. panel de control remoto.

Sistema de control

El generador funciona con un pushbuttons (potencia de RF y/o placa) o son controlados por el switch Int./ ext. (Man / scr para lo cual el generador funciona con un tipo E ó J).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Sistema de conexión de la línea de potencia.

El generador se conecta a una línea de potencia trifásica, que fácilmente se puede desconectar por medio de un interruptor.

Los circuitos breaker tienen un 125% de sobre-corriente máxima, además de que los conductores de cobre pueden alcanzar hasta 75°C como máximo.

Antes de que el filamento se alimente se deben revisar las siguientes condiciones:

- a) El swicht y el circuito breaker deben de estar abiertos.
- b) El flujo de agua para la refrigeración debe estar funcionando.

Además de que la temperatura y la presión deben de ser las especificadas con anterioridad, los dispositivos de seguridad impiden el funcionamiento de la misma, hasta que no se tengan las condiciones mínimas de enfriamiento.

Secuencia de operación.

1. Con la bobina de carga y la pieza de trabajo instaladas correctamente, se procede a aplicar la potencia con el interruptor principal.
2. Se presiona el botón breaker 'On', **figura 1.21.**

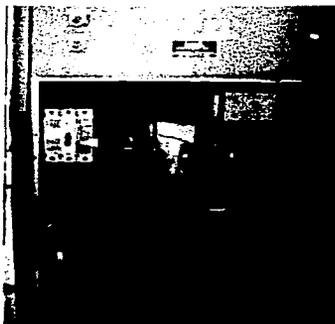


Fig.1.21, vista interior del horno, donde se aprecia el botón breaker.

3. Previamente se ha colocado el solenoide (2.5 –5 ó 5-8Mhz) para la operación adecuada.
4. Se abre el abastecimiento de agua local, a una presión de 4GPM.
5. Se presiona el interruptor del filamento.
6. Se presiona el interruptor de placa.
7. Se presiona el interruptor de potencia de RF.
8. Y finalmente se ajusta la potencia y los controles de la rejilla según sea requerido, **figura 1.21.1.**



Fig.1.21.1, en la figura se muestran los pasos a seguir para la operación del horno de RF.

Con estos ajustes y con la ayuda de la **Gráfica 1**, se logra optimizar el control de potencia del horno.

Precauciones:

- A) Nunca se debe de operar el generador con menos de (2) condensadores de tanque de vacío en el circuito.
- B) No operar el generador a una frecuencia de rendimiento por arriba de la que previamente se especificó para una aplicación particular.
- C) Las medidas de frecuencia deben hacerse con un medidor de frecuencias.

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

- D) Dado que las frecuencias del orden de Mhz tienen como resultado altos voltajes en la bobina de carga, lo que tiende a formar un arco con la pieza de trabajo, por lo que se debe centrar cuidadosamente dentro de la bobina de carga.
- E) Para minimizar la interferencia de radiofrecuencia, la bobina de carga se debe diseñar lo más pequeña en su diámetro y lo más corta posible.
- F) Ya que los requerimientos de energía son altos, a la bobina se le puede aplicar una película de plata lo cual representa dos ventajas, la primera es que su resistividad es menor que la del cobre y la segunda que refleja cerca del 90% de la radiación térmica.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Tabla 1.5 Consideraciones prácticas de operación.

Ajuste	Corriente de reja	Corriente de placa	Frecuencia
1a. Poner el tap de la rejilla al número más alto.	Incremento	Incremento Moderado	Cambio moderado
1b. Poner el tap de la rejilla en la posición inicial.	Decremento	Decremento Moderado	Cambio moderado
2a. Poner la bobina tanque a una posición más alta.	Decremento	Incremento	Incremento
2b. Poner la bobina tanque a una posición menos alta.	Incremento	*	Decremento
3a. Incrementar el número de vueltas de la bobina de carga.	Decremento	*	Decremento
3b. Disminuir vueltas de la bobina de carga.	Incremento	Decremento	Decremento
4a. Disminuir el espacio entre la bobina de carga y la pieza de trabajo.	Decremento	*	Decremento
4b. Incrementar el espacio entre la bobina de carga y la pieza de trabajo.	Incremento	Decremento	Decremento
5a. Quitar uno o dos capacitores tanque de vacío.	Incremento	*	Incremento
5b. Agregar capacitores tanque de vacío.	Decremento	*	Decremento

*la corriente de la placa puede o no puede variar dependiendo de la pieza de trabajo.

La tabla anterior y la **gráfica 1** se pueden comparar para observar los cambios en la corriente debido a las modificaciones propuestas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.8 Pruebas y aplicaciones.

Para poder realizar las pruebas, se utilizaron dos diferentes tipos de crisoles, de alúmina y de grafito (**sección 1.6**), los materiales utilizados en las pruebas tienen las siguientes características especiales: un alto punto de fusión, en su mayoría son metales.

Las pruebas consistieron en colocar el material dentro del crisol, encender el horno y observar si el material se fundía, si esto ocurría se sabe que por lo menos el horno alcanzó la temperatura de fundición característica del material.

Tabla 1.6 Resultados de las pruebas de los materiales:

Material	Punto de fusión (°C) (referencia 8)	Resultados
Mullita	800	Se fundió
Oxido de zirconio	2700	Se fundió
Oxido de aluminio	2010	Se fundió
Tantalio	2900	No se fundió
Titanio	1660	Se fundió
Tungsteno	3410	Se cristalizó
Silicio	1410	Se fundió
Zircón	2550	Se fundió

Para la caracterización de la temperatura se usó un pirómetro óptico, ya que no se cuenta con ningún termopar que soporte estas temperaturas.

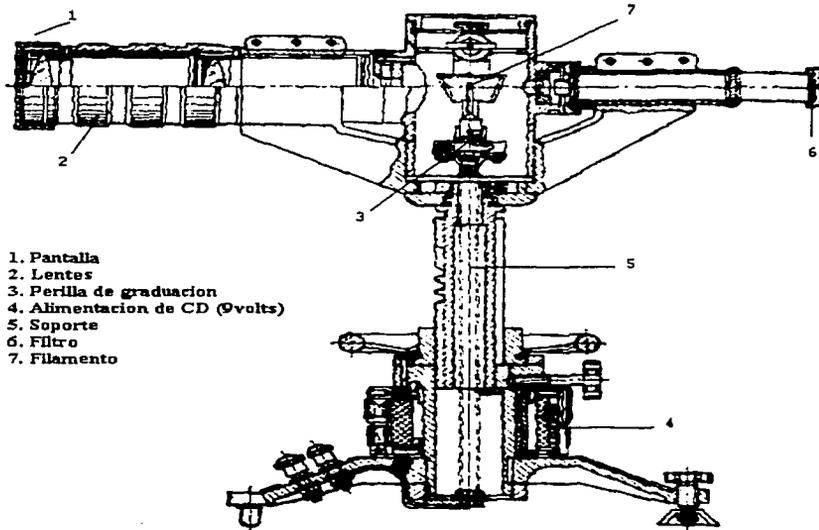
Pirómetro Óptico.

Este aparato permite medir la temperatura sin estar en contacto directo con la fuente de calor, se basa en el hecho de que la radiación espectral emitida por un cuerpo incandescente es una función directa de su temperatura, es decir, a un color determinado le corresponde una temperatura definida. En general, para obtener la temperatura de un cuerpo puesto a prueba, la intensidad de la radiación emitida para una particular longitud de onda, se compara con la intensidad de una

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

fuentes de luz estándar proveniente de un filamento, colocado este dentro del pirómetro.

La **figura 1.22** muestra las partes de que se compone un pirómetro óptico:



1. Pantalla
2. Lentes
3. Perilla de graduación
4. Alimentación de CD (9volts)
5. Soporte
6. Filtro
7. Filamento

Fig.1.22. esquema del pirómetro óptico.

El pirómetro óptico, físicamente consiste: de a) un sistema óptico, b) un filamento y c) una fuente de poder. El sistema óptico incluye una pantalla, un microscopio, una lámpara para calibrar y un filtro de bandas de ondas angostas, todo distribuido de tal manera que el cuerpo a prueba y la fuente de luz estándar de referencia

TESIS CON
PANTALLA DE ORIC[®]

puedan ser vistos simultáneamente. La fuente de poder provee una corriente ajustable al filamento de la lámpara.

Su funcionamiento es el siguiente: La luz penetra por la pantalla, pasando por un filtro de bandas de ondas angostas que selecciona una longitud de onda determinada. Posteriormente distintos lentes lo enfocan para superponer las imágenes tanto del filamento como las provenientes del horno.

Con la perilla de graduación se ajusta la intensidad del filamento para igualarla con la intensidad proveniente de la fuente de calor. Esta igualdad se alcanza cuando no se puede distinguir entre el filamento y la pieza dentro del horno.

Cuando la intensidad de la fuente de calor es muy alta, el pirómetro consta de una serie de filtros que permiten amortiguar la intensidad de la luz, para poder hacer la comparación con la del filamento. El filamento es alimentado con una pila de 9 volts CD. Se estima una incertidumbre de $\pm 50^{\circ}\text{C}$ de la temperatura real.

Medición de frecuencia de la bobina inductora.

De acuerdo a la **sección 1.3.1**, la cantidad de calor generado es función directa de la frecuencia, por lo tanto otro parámetro que se tiene que medir es la frecuencia total de la bobina de inducción (carga), esto con el fin de calcular la potencia requerida para un proceso térmico determinado.

Para estimar la frecuencia e indirectamente la temperatura utilizamos una bobina auxiliar conectada a un osciloscopio, que es colocada a una distancia mínima de separación de la bobina inductora, del orden de **5cm**, esto ultimo con la finalidad de evitar descargas eléctricas. También se utilizó una Jaula de Faraday para evitar la salida de radiación emitida por la bobina inductora.

De la gráfica obtenida del osciloscopio se determina la frecuencia con la relación $T = 2\pi/\omega$ encontrándose que concordaba con la suministrada por la fuente.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Aplicaciones.

Algunas de las aplicaciones son las siguientes:

Soldadura.-

El control preciso de temperatura proporcionado por el calentamiento inductivo es una ventaja en el proceso de soldadura, ya que por ejemplo con materiales espumados el calentamiento puede fundirlos si se sobre-expone a una calefacción inadecuada.

Crecimiento de cristales.-

Este tipo de calefacción es adecuado para la producción de materiales ultrapuros, tales como los cristales usados en los transistores y en la tecnología láser, ya que el calor es localizado.

Su operación es en forma continua, la frecuencia se selecciona para proveer un campo magnético adecuado dentro de las paredes del crisol, con lo cual se minimizan las perturbaciones, logrando así tener una estabilidad térmica que favorece el crecimiento de la fase requerida.

El cable y cablegrafía continua.-

Debido a las altas temperaturas que se consiguen de hasta **3000 °C (5432 °F)** y aún más alto, se puede hacer un endurecimiento estandarizado, es decir, se les puede dar un revestimiento a los cables con materiales como: carbón, acero inoxidable, cobre, aluminio, latón, titanio, tungsteno, molibdeno, etc. (referencia2). Transportándoseles en forma continua a través del horno.

Esto sirve para darles mayor dureza, resistencia al medio y flexibilidad.

La fibra óptica.-

Como se menciono anteriormente se pueden alcanzar altas temperaturas, tal es el caso para poder derretir la sílice 2200 °C (4000°F), además con el uso de receptores de zirconia, la cual elimina la necesidad de usar atmósferas controladas.



que pueden dañar a las fibras, mejorándose así las propiedades ópticas que le dan mayor resistencia.

La alta calefacción altamente efectiva es requerida para el trabajo experimental y metalúrgico, donde puede derretir rápidamente metales o no metales, además de que puede utilizarse en cualquier atmósfera:

Las aplicaciones típicas son: la reducción de tungsteno, tantalum, iridium, molibdeno, titanio y una gran variedad de cerámicas (referencia2).

Soldadura fuerte o con aleación.-

Es un proceso en que se unen dos piezas por medio de un metal mediante una calefacción selectiva (**figura 1.23**), el área conjunta se suelda por la energía térmica transmitida desde el inductor a la soldadura.

El proceso se llama de soldadura fuerte o de aleación porque el proceso se hace a temperaturas elevadas desde 540 hasta 1000 °C, las soldaduras pueden estar echas de cobre que frecuentemente contiene plata.



Fig.1.23. se muestra un sistema de soldadura selectiva.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Las aleaciones de la soldadura pueden ser en forma de anillos, tiras o pastas, con lo cual se reduce el exceso de material, el calentamiento selectivo minimiza la

oxidación, decoloramiento y en la mayoría de los casos la fractura del material a soldar, además de que se puede utilizar en cualquier atmósfera.

Su aplicación abarca también productos industriales, eléctricos y electrónicos, equipo de minería, herramientas, equipo militar, artillería y equipo espacial.

Soldadura Localizada.-

Con un diseño de espiral adecuado se puede calentar un área determinada, teniendo una soldadura localizada, la respuesta del campo magnético esta en función de la frecuencia, de la naturaleza y la forma de los materiales, y el diseño de la bobina.

Mientras la densidad de potencia inducida sea mayor ($1\text{kw}/\text{in}^2$) se consiguen temperaturas altamente localizadas (referencia 2), la conducción de calor es importante en la formación de articulaciones, en la mayoría de las aplicaciones se usan densidades de potencia relativamente bajas ($0.5\text{ kw}/\text{in}^2$) para asegurar una mejor articulación, se debe tener un diseño apropiado de la bobina para tener una temperatura uniforme.

El calentamiento de estas articulaciones es cosa de segundos, el control rápido del calentamiento sirve para localizar una zona y minimizar el deterioro de sus propiedades.

Los adelantos que se han hecho en años recientes, utilizan generadores de tubo y generadores que operan a frecuencias de 30 a 450 khz, se tiene ahora un control más preciso de temperatura, los sensores registran cambios casi instantáneos.

Las frecuencias mas usadas son 10 khz, 25 khz a 50 khz, 50 khz a 450 khz con generadores de estado sólido y 250 khz a 450 khz con equipo de tubo. Las frecuencias inferiores calientan mas uniformemente, para altas frecuencias tales como 450 khz son apropiadas para soldar metales no férreos, acero, las frecuencias altas proveen calefacción más eficiente.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.9 Resultados.

Los resultados que consideramos más significativos son los siguientes:

- ❖ Se puso en operación el horno de inducción de RF, **LEPEL modelo T-7.5-3.MC-SW**, se probó fundiendo distintos tipos de materiales, **Tabla 1.6**.
- ❖ Los rangos de frecuencia utilizados están son de 2.5 y 8 Mhz, se trabajo a un 80% de la capacidad total de salida del horno, como lo muestra la **gráfica 1**, en la cuál el voltaje de placa es de 5.25 KV, la corriente de reja es de 0.47 amp, y la corriente de placa es de 1.495 amp.
- ❖ Se experimento probando con 5 diferentes tipos de bobina, hasta encontrar una de máxima eficiencia, encontrándose que:
 - a) Con las bobinas de menor diámetro y con pocas espiras (**sección 1.6**), el calentamiento resultante fue más eficiente con una baja potencia.
 - b) En cambio con las bobinas de mayor diámetro y con un número mayor de vueltas, se necesita una mayor potencia para alcanzar una temperatura similar a la anterior (**sección 1.6**).

El valor de la resistencia de la bobina debe ser lo más pequeña posible, en comparación con la resistencia de la pieza a tratar, esto con el fin de que la corriente generada de alta frecuencia por su paso por la bobina no encuentre una gran resistencia, con lo cual generaría calor por efecto joule y absorbería una parte considerable de la potencia de salida en decremento de la potencia que llega a la muestra.

- ❖ La temperatura estimada máxima alcanzada esta aproximadamente entre 2600 y 2700 °C, este dato se obtuvo por medio del pirómetro óptico, esto se corrobora con el dato de temperatura obtenido a través de la temperatura de fundición del zirconio (2550 °C), **Tabla 1.6**.

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

- ❖ Se logró obtener una medición aproximada de la frecuencia que genera la bobina inductora, por medio de una bobina auxiliar, con este dato se comparó con la frecuencia nominal del horno y se encontró que la diferencia entre ambas frecuencias es menor a un 5%, **sección 1.8.**
- ❖ Se varió la frecuencia del circuito "tanque", esto es mediante la modificación del arreglo de capacitores del circuito, con lo cual la frecuencia entregada por el horno aumenta o disminuye según sean las condiciones requeridas por el trabajo, de acuerdo a la **ecuación (XIV)**, ecuación de frecuencia.
- ❖ Ya que este horno trabaja altas frecuencias (HF), su empleo se condiciona preferentemente a aquellas aplicaciones donde se requiera un calentamiento alto en un tiempo corto, el cual por ejemplo puede ser un temple, con este tipo de frecuencias, el calentamiento se lleva a cabo preferentemente en la superficie a pesar de las altas corrientes inducidas, así como lo demuestra la **ecuación (XV)** ecuación de efecto pelicular.

Para su mejor desempeño se esta diseñando una cámara sellada en donde se podrá tener una atmósfera controlada, con lo cual los tratamientos ya podrán realizarse sin contaminación.

La discusión general se presenta en el **capítulo III** conjuntamente con los hornos reflectivos.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.10 ANEXO I.

COMPONENTES DE UNA FUENTE DE R.F. LEPEL modelo T-7.5-3.MC-SW.

La parte eléctrica se compone de 3 sistemas: sistema de control, sistema de alimentación y el oscilador.

a) **Sistema de control.**

Incluye apagadores, medidores, luces piloto, contactos, relevadores, fusibles, etc.

Medidores.

Están provistos con cuatro medidores tipo E y J, **figura 1.24**, a partir de la línea roja los medidores no deben excederse en la medición.



Fig.1.24, el orden de los medidores va de izquierda a derecha.

Amperímetro de rejá.

Indica la corriente de rejá del tubo oscilador.

Amperímetro de placa.

Indica la corriente de placa del tubo oscilador.

Voltímetro de filamento.

Indica el voltaje del filamento del tubo oscilador.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Para generadores con control tipo J se tiene el siguiente medidor:

Miliamperímetro de CD.

Indica la corriente del SCR en CD.

b) Sistema de Alimentación de CA.

El transformador primario es alimentado con un voltaje de línea de 240VCA, obteniéndose en el secundario un voltaje de 4850VCA, el cual es transformado en un alto voltaje de CD por los rectificadores de silicio tipo J y T, también existen otros tipos de control de potencia, los tipos más comunes que se manejan son:

<i>Reactor primario con tubos tipo rectificador</i>	<i>(E)</i>
<i>Tiristores reguladores</i>	<i>(RP)</i>
<i>Control de Tiristores</i>	<i>(A)</i>
<i>Control de Tiristores con pulsaciones</i>	<i>(AP)</i>
<i>Reactor primario con diodos rectificadores de silicio</i>	<i>(J)</i>
<i>Control primario SCR con diodos rectificadores de silicio</i>	<i>(T)</i>

Nota: Siendo estos dos últimos los utilizados en este generador.

C) Oscilador.

El tanque-reja convierte el alto voltaje de CD a potencia de salida de CA de RF, el manejo de la bobina tanque y la de reja suministran la flexibilidad requerida por la máquina para los diferentes tamaños de las piezas de trabajo, y de las bobinas de carga.

Tubo oscilador.

Previamente se debe revisar el tubo, verificando que el filamento este en buenas condiciones, para después colocarlo de manera adecuada, cuidando que las conexiones de la reja y el filamento queden correctamente.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Resistencia de reja.

Ya que su función es polarizar al tubo y evitar la saturación se encuentra situado a un costado del tubo, en un portafusibles.

Capacitores.

Los cuales tienen como funciones primordiales dar el rango de frecuencia y corregir el factor de potencia, se montan (6) en la sección superior del generador, figura 1.25.

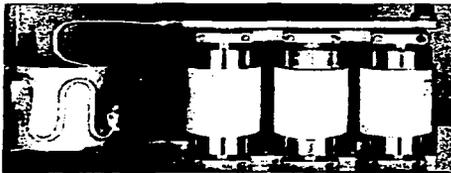


Fig.1.25. muestra la forma en que se colocan los capacitores.

Bobina de RF.

Estas evitan que las corrientes de CD dañen al transformador.

Se tiene dos opciones para las bobinas de RF, la primera para una operación entre 2.5 a 5 MHz y la segunda para una operación de 5 a 8 MHz, se montan en sujetadores.

Rectificadores.

Los rectificadores sirven para rectificar la CA en CD, se cuentan con (6) del tipo JT (rectificadores de silicio) y su localización es en la parte superior del transformador trifásico.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1.10.1 DESCRIPCIÓN Y LOCALIZACIÓN DE LOS COMPONENTES ELECTRÓNICOS.

Referencia	Descripción	Especificación	Localización
A1	Control potencia	152E100G01	A7
A2	Suple. Potencia	12V, 2.0A	B7
A3	Lámpara Int.		A4
B1	Ventilador	115VAC.60Hz	C6
C1	Capacitor	25µf,100A550V	D7
C2	Capacitor	25µf,100A550V	D7
C3	Capacitor	25µf,100A550V	D7
C4	Capacitor	1µf,15KV	D5
C5	Capacitor	.001µf,10KVCD	D4
C6	Cap. cerámico	.001µf,10KVCD	D4
C7	Capacitor disco	.005µf,3KV	D4
C8	Cap. Cerámico	500pf,10KV	D3
C9	Cap. de vacío	250pf,32KV	D3
C10	Cap. de vacío	250pf,32KV	D3
C11	Cap. de vacío	100pf,32KV	D3
C12	Cap. de vacío	50pf,32KV	D2
C13	Cap. Cerámico	500pf,10KV	C3
C14	Cap. By-Pass	1Mf,1.5KV	C3
C15	Cap. Disco	.005Mf,1KV	C3
C16	Cap. Disco	.005Mf,1KV	C3
C17	Cap. By-Pass	1Mf,1.5KV	C5
C18	Cap. Tubular	0.1Mf,600V	B5
C19	Cap. Disco	.005Mf,1KV	A6
C20	Cap. Disco	.005Mf,1KV	A6
C21	Cap. Disco	.005Mf,1KV	A6
C22	Cap. Disco	.005Mf,1KV	A7
C23	Cap. Disco	.005Mf,1KV	A7
CB 1	Circuit Interrup.	50A,3polos600V	D7
CR 1	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	D5
CR 2	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	D5
CR 3	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	D5
CR 4	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	C5
CR 5	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	C5
CR 6	Rect. Edo.Sólido	12KV,1.5A	C5
DS 1	Lamp piloto	115V,6W	B4

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Sec.1.10.1 DESCRIPCION Y LOCALIZACION DE LOS COMPONENTES ELECTRONICOS 51

Referencia	Descripción	Especificación	Localización
DS 2	Lamp.piloto	115V,6W	B4
DS 3	Lamp.piloto	115V,6W	B4
E 1	Diodo protector		D4
E 2	Cap.tanque prot.		D2
E 2	Diodos.protec.		D4
E 3	Cap.tanque prot.		D2
F 4	Fusible	10A,600V,KTK	D7
F5	Fusible	10A,600V,KTK	D7
F6	Fusible	10A,600V,KTK	D7
J1	Tomacorriente		B4
K1	Relev.Plato Ovld	125vca,0-2amp	C6-B6
K2	Relev.Reja Ovld	125vca,0-2amp	C2-B6
K3	Fil. Contactor	4polos,27A120V60Hz	B6-B7
K4	Relev. Retardo T	115V,10A,180s	B5
K5	Plato. contactor	3polos,50A110V60Hz	B4-D7
K8	Relayador.	25A,115Vca	B4
K9	Relev.falla	12Vca	D4-B7
L1	Regulación RF		D4
L2	Reg.RF 2.5-5Mhz		D4
L3	Bobina de reja		D3
L4	Bobina tanque		D2
L5	Reactor primario	5KV/A,230/460v	A6-D7
L6	Reactor primario	5KV/A,230/460v	A6-D7
L7	Reactor primario	5KV/A,230/460v	A5-D7
L8	Reg.RF 5-8Mhz		
M1	Amp. Plato	0-3A,cd	C5
M2	Voltmetro Fil	0-15Vca	C4
M3	Amp.Reja	0-1A,cd	C3
M4	Amp.PSCR	0-10A,cd	A6
R1	Resistencia fija	1M Ω 2W	D7
R2	Resistencia fija	1M Ω 2W	D7
R3	Resistencia fija	1M Ω 2W	D7
R4	Resist. Variable	10 Ω ,50W	C5
R5	Resistencia fija	5 Ω ,50W	C5
R6	Resistencia fija	3K Ω ,200W	C3
R7	Resistencia fija	3K Ω ,200W	C3
R8	Resistencia fija	3K Ω ,200W	C3
R9	Resist. Variable	50 Ω ,25W	C3

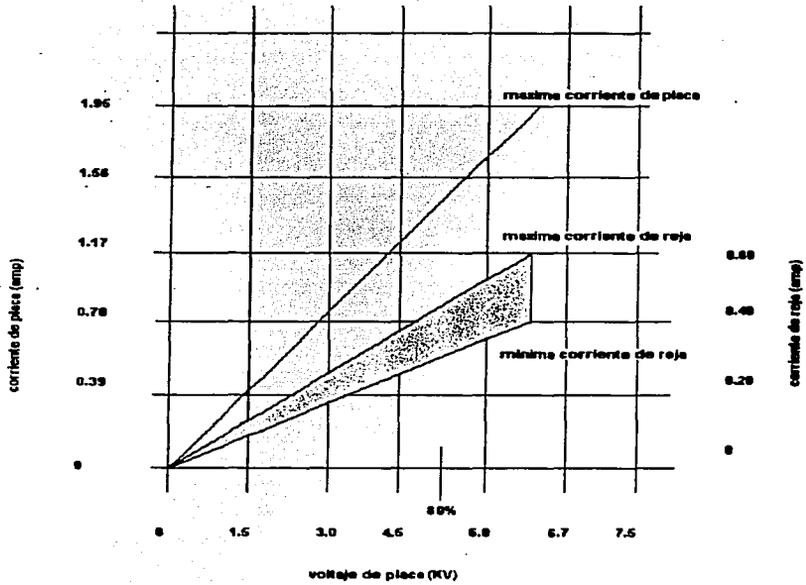
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Sec. I.10. I DESCRIPCION Y LOCALIZACION DE LOS COMPONENTES ELECTRONICOS 52

Referencia	Descripción	Especificación	Localización
R10	Resistencia fija	5Ω ,50W	C3
R11	Potenciometro	1KΩ ,2W	B7
R12	Resistencia fija	2KΩ	A6
R13	Resistencia fija	50Ω ,75W	A7
R14	Resistencia fija	50Ω ,75W	A7
R15	Resistencia fija	50Ω ,75W	A7
S2	Switch.star	1N O.verde	B7
S3	Switch.stop	1N C.rojo	B7
S4	Switch.agua ref.	2.5 GPM	B7
S5	Switch.termost.	90°-100°F	B6
S6	Switch.intlk	10A,125-250V	B5
S7	Switch.intlk	10A,125-250V	B5
S8	Switch.intlk	10A,125-250V	B5
S9	Switch.intlk	10A,125-250V	B5
S10	Switch.intlk	10A,125-250V	B5
S11	Switch.P.B	1N O.verde	B4
S12	Switch.intlk.aux	1N O,10A,120v	A4
S13	Switch.toggle	15A,125VCA	A7
S14	Switch.toggle	10A,250VCA	A7
S16	Switch.toggle	10A,250VCA	B5
T1	Xmfr.piloto	14KVA, pri:200-250v, sec:4850v	D6
T2	Xmfr. osc. fil	416VA, pri:200-250v, sec:126v	C4
T3	Xmfr.segudor	500VA, pri:200-240, sec:115v	C6
TB 1	Tarjeta terminal	3 terminales	D7
TB 2	Tarjeta terminal	30 terminales	
TB 3	Tarjeta terminal	4 terminales	B7
V1	Tubo oscilador	fil, volt. 12.6 VCA	D3
XDS1	Lámpara piloto	Color ámbar	
XDS2	Lámpara piloto	Color rojo	
XDS3	Lámpara piloto	Color rojo	
XF 4	Fusible ,soporte	30A,600V,1 polo	
XF 5	Fusible ,soporte	30A,600V,1 polo	
XF 6	Fusible ,soporte	30A,600V,1 polo	
XK 4		8 pin	
XK 8		8 pin	

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Gráfica 1

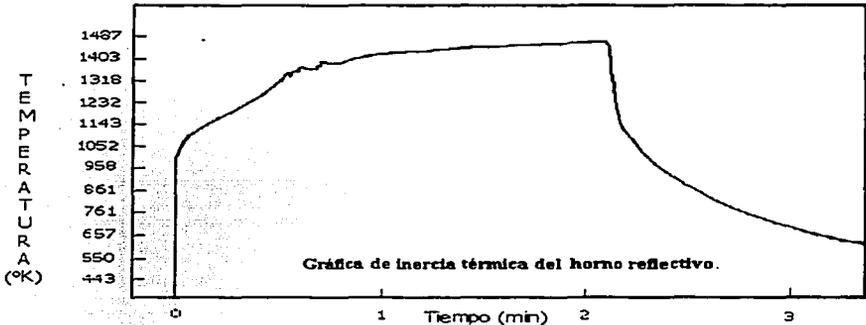


TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

II. HORNOS DE REFLEXIÓN.

Desde el siglo pasado se han usado espejos elípticos para concentrar en un foco la radiación emitida por una fuente luminosa colocada en el otro foco.

En principio los hornos reflectivos trabajan bajo la misma idea que la de los espejos elípticos, en donde la rapidez de absorción de energía es mayor que la rapidez de perdida, de dando como resultado que la temperatura suba rápidamente (*baja inercia térmica*), esto se observa en la siguiente gráfica:



Donde después de un corto tiempo, la rapidez de absorción se compensa con la rapidez de emisión de la energía radiante, alcanzando así su máxima temperatura, en tanto que se mantengan constantes la potencia de entrada y la reflectividad de las paredes del horno. La baja inercia térmica del horno da la posibilidad de tener un fácil y rápido control de temperatura. El horno tiene un tiempo de respuesta muy alto en escasamente **10seg.** alcanza un **90%** de su potencia, cuando se apaga la lámpara se tiene un gradiente de enfriamiento del orden de **100°C/seg.** La geometría más óptima para los hornos reflectivos son los hornos elípticos, donde la radiación proveniente de uno de sus focos **F1**, se refleja y concentra en el otro foco **F2**, **figura 2.1:**

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

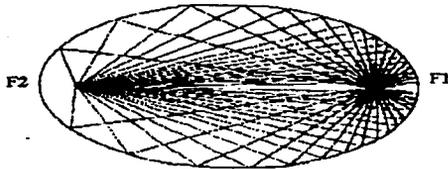
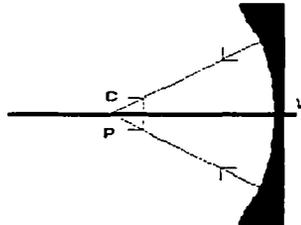


Fig.2.1, muestra el patrón de rayos emitidos desde F_1 y concentrados en F_2 .

La reflectividad depende de la temperatura, de la superficie del cuerpo reflejante y del ángulo de incidencia, parte de la radiación no reflejada es absorbida por la pared del horno y transmitida al resto de la masa horno.

Debido a la dificultad de maquilar una elipse, nosotros procedimos a utilizar una esfera, la cual puede verse como el caso límite de la elipse donde ambos focos coinciden en un punto, el centro de la esfera, esto representa un problema físico en el sentido de que no pueden coexistir en el mismo lugar la fuente de calor y el crisol. Analizando esto en detalle, **figura 2.2.** Se muestra cuando P esta en el centro de la semiesfera (C) todos los rayos son reflejados sobre el mismo punto C .



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Fig.2.2, rayos reflejados para un espejo esférico.

Pero para puntos cercanos al centro, la esfera se comporta como una elipse, en donde los rayos emitidos por una fuente puntual colocada muy cerca del centro, al ser reflejados por la superficie esférica son concentrados en una región cercana, opuesta y equidistante del centro.

Si se desplaza la fuente luminosa una pequeña distancia x , a lo largo del eje de la semiesfera hasta el punto P , el punto de enfoque P' y por lo tanto la zona de máximo calentamiento también se desplaza la misma distancia (x) a lo largo del eje pero en sentido contrario, **figura 2.3**:

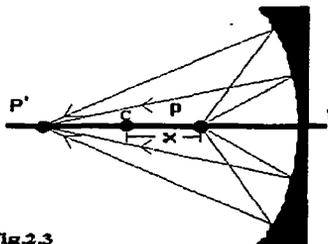
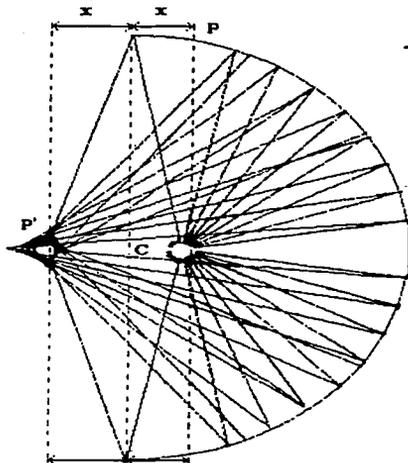


Fig.2.3

Fig.2.3, rayos reflejados para un foco colocado ligeramente fuera del centro.

Trazado de rayos por computadora para una semiesfera, **figura 2.3.1**



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Fig.2.3.1, rayos reflejados calculados por computadora para un espejo esférico.

La **figura 2.4** muestra el hemisferio del horno con la lámpara montada en sus soportes, donde también se puede observar la imagen invertida del laboratorio.



Figura 2.4. muestra el hemisferio del horno utilizado con la lámpara montada en sus soportes.

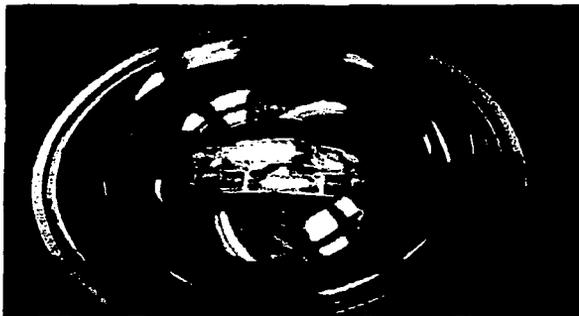


Figura 2.5. muestra el mismo hemisferio con la lámpara encendida.

En la **figura 2.5** se muestra el mismo hemisferio, pero en este caso la lámpara está encendida, la imagen del filamento de la lámpara es grande y un poco curva,

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

esto ultimo es debido a que la distancia desde la que se tomo la foto, esta mas alejada del centro focal, también se observa que la imagen se forma enfrente del filamento, esto es debido a que se a formado una imagen real.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2.1 Diseño del montaje.

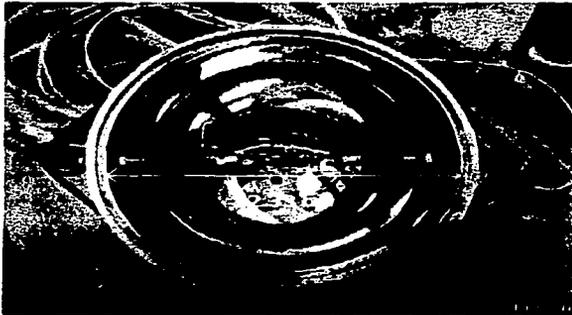
El horno esta formado por dos hemisferios de "duraluminio" (Al 94-96%, Cu 4-6%, con trazas de Mg), los espejos fueron maquilados en el taller de estado sólido del IFUNAM.

El duraluminio tiene las siguientes propiedades:

- Tiene una alta reflectividad, para longitudes de onda en el visible y en el infrarrojo.
- Tiene una conductividad térmica "k" de entre 159-194 W/m °K. Lo que lo hace un buen conductor térmico y fácil de refrigerar por medio de agua.
- Tiene una capacidad calorífica "C.P" de 0.883 kJ/kg°K (a 20°C). Haciéndolo térmicamente estable.
- Tiene una densidad "ρ" de 2.787 kg/m³. Dando como resultado que sea ligero.

El acabado de las superficies fue hecho con lijas de carburo de silicio del No. 600, para posteriormente ser pulidas con pasta de pulido marca brass y limpiadas.

La **figura 2.6** muestra el espejo visto frontalmente, donde se indica el diámetro del casquete y se puede apreciar el acabado a espejo del mismo. Se observan también los electrodos de soporte de la lámpara de halógeno aislados del espejo por medio de los pasamuros de teflón.



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Los pasamuros de teflón, evitan el contacto eléctrico con el horno, estos son atravesados por 2 electrodos de latón los cuales a su vez sostienen a la lámpara, la elección del latón es debido a su bajo nivel de oxidación a alta temperatura, lo cual garantiza un mejor contacto eléctrico, en comparación con electrodos de cobre que se oxidan, el teflón soporta hasta 300°C. El diseño se muestra en la **figura 2.7**.

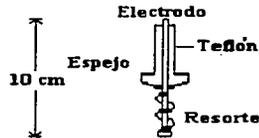


Fig.2.7,esquema del soporte de l pasamuros de teflón.

Debido a que el calor se acumula en la parte interior de ambos hemisferios la dilatación térmica distorsiona la imagen y la calidad óptica se ve disminuida. Por lo tanto el horno es refrigerado por medio de una cavidad sellada de **2cm** de ancho y **2cm** de profundidad, en la base de los hemisferios reflectivos, por donde hacemos circular agua dentro de un circuito cerrado, **figura 2.8**.



Fig.2.8 muestra una vista lateral donde se puede apreciar las soldaduras echas que sellan la cavidad de refrigeración, así como sus conexiones de agua.

Las cavidades de enfriamiento se conectan con las mangueras de enfriamiento de agua, por medio de conexiones cónicas **np3** ubicadas en la parte posterior del horno. Para proporcionar la presión adecuada se instaló a una bomba de 127VCA, con un gasto de 11.35 LPM. La bomba hace circular agua dentro de cada uno de los espejos, esto con el fin de mantener una temperatura estable fuera y dentro del horno, evitando también que se derritan los pasamuros de teflón.

Con el fin de aumentar la eficiencia de este horno se utilizaron 2 hemisferios del mismo tamaño, vistos frontalmente (**figura 2.6**) las lámparas son colocadas en el centro de cada hemisferio (**C**) y a una profundidad de **2cm** desde el borde del espejo (distancia **PC**), como lo muestra la **figura 2.9**, de esta manera se logra concentrar una mayor densidad de radiación en el punto focal (**O**).

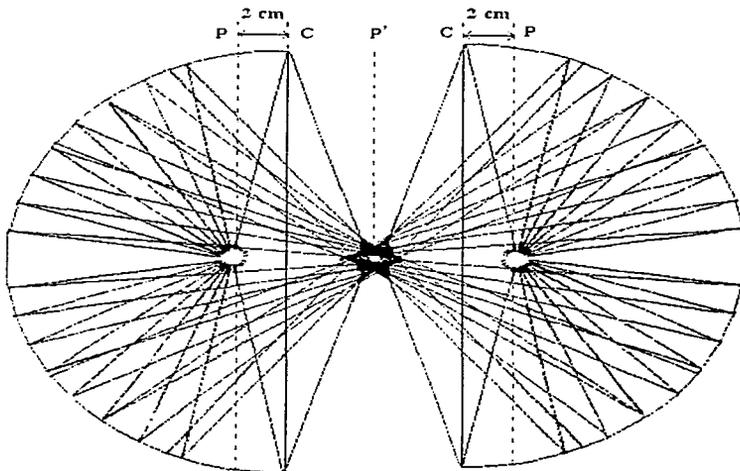


Fig.2.9, ilustra una vista lateral del horno, donde se proyecta los rayos emitidos por las lámparas y reflejados por las paredes del horno.

Como fuentes de calor se utilizaron 2 pares de tipos de lámparas tungsteno-halógeno de cuarzo, un par con una potencia de 650 Watts y el otro par con 450 Watts respectivamente, a 120 VCA c/u.

Su espectro tiene una gran emisión en el rango del infrarrojo por lo cual nos permite alcanzar altas temperaturas, **figura 2.10**.

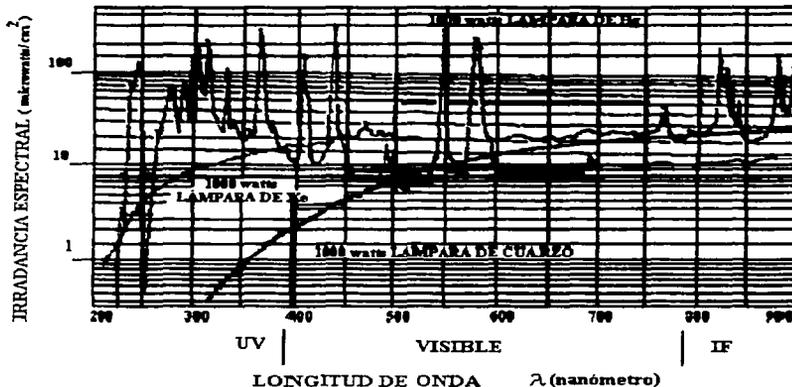


Fig.2.10 Espectro de emisión de la lámpara de halógeno en comparación con distintos tipos de fuentes.

Para seleccionar estas lámparas se debe tomar en cuenta su longitud, ya que el diámetro del casquete es de 12 cm y el de los pasamuros es de 1.5 cm.

La longitud de la lámpara es aproximadamente de 8 cm.

Lo más importante de estas lámparas es el tamaño de su filamento, el cual es de tungsteno doblemente embobinado, debe de ser lo mas corto posible para tener una zona lo mas definida posible, las longitudes son de **2 y 3 cm** de largo y **0.5 cm** de ϕ respectivamente para las lámparas antes mencionadas, el filamento se encuentra encapsulado en una ampollita de cuarzo que en su interior contiene un gas halógeno, generalmente Iodo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Este gas es regenerativo, ya que cuando se combina con el tungsteno evaporado y el cuarzo, forma un gas halino-tungsteno, el cual cuando pasa por el filamento deposita el tungsteno desprendiéndose el gas, creándose así un transporte de tungsteno en sentido inverso regenerando así al filamento. Este efecto hace que la intensidad de la lámpara no cambie, y por lo tanto no tengamos pérdidas en la intensidad luminosa.

Para un calentamiento más homogéneo la muestra es colocada a la distancia focal fijando uno de los hemisferios, mientras que el otro hemisferio es soportado sobre un carrito de aluminio que nos permite desplazarlo con mayor facilidad sobre unos rieles horizontales hasta enfocarlo sobre la muestra.

En un costado del carrito tenemos un tornillo de precisión que nos permite desplazarlo suavemente sobre sus dos ejes (x, y).

Este carril previamente se recubre con una película de grafito para disminuir lo más posible la fricción con lo cual el desplazamiento a lo largo de este se facilita.

Entre ambos espejos, aproximadamente **3cm**, la elección de esta distancia se explica en la **sección 2.2**, se colocó un termopar tipo K (cromel-alumel) con un rango de lectura de $-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$, el cual es colocado en el centro focal de ambos espejos para poder medir la temperatura alcanzada por estos (**figura 2.7**).

El termopar se conecta a una computadora, con un programa integrado llamado TESPOINT/OPTIC, este programa nos permite medir la temperatura con una precisión del rango de hasta $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. La captación de datos se explica en la **sección 2.3**.

En un principio los espejos fueron alimentados con un controlador de temperatura, pero debido a que su control era intermitente las lámparas apagaban y encendían, lo que ocasionaba oscilaciones en la temperatura y un deterioro de las mismas, por lo cual optamos usar un variac con las siguientes características: un voltaje de alimentación de 120VCA, 60 Hz y 25 amperes, este aparato nos permite variar la temperatura en base a variar el voltaje.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Las muestras se encapsulan en tubos de cuarzo, habiéndoles hecho previamente vacío mecánico (10^{-3} Torr, aprox. 1mm de mercurio), sellados por ambos lados, donde uno de los extremos termina en punta y donde se ha colocado la muestra a tratar de 1 gramo de peso, esto debido a que la zona focal es muy pequeña, aproximadamente (1 cm^3), figura 2.11.

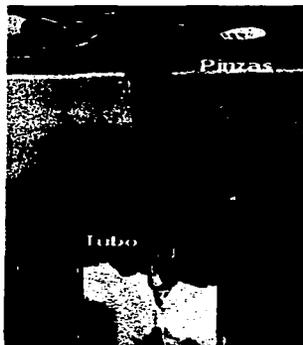


Fig.2.11, muestra el sistema de sujeción del tubo de cuarzo colocado en la zona focal de ambos hemisferios

El horno alcanza una temperatura máxima de 1200 °C. con un buen ajuste de la zona focal, y con toda la potencia de las lámparas (650 Watts) a 120VCA.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

La **figura 2.12** muestra las conexiones del horno de reflexión al sistema de adquisición de datos (computadora) y el circuito amplificador **sección 2.3**.

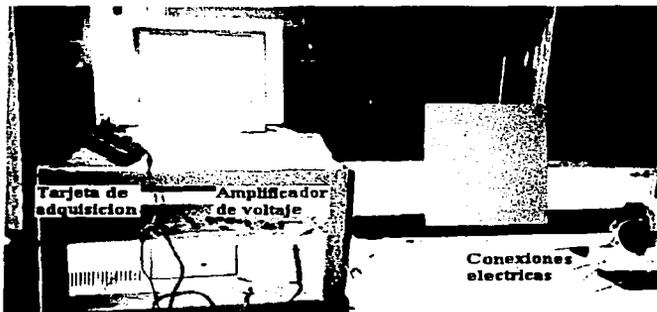


Figura 2.12, muestra los sistemas de control y adquisición de datos del horno.

En la **figura 2.13** se muestra las conexiones echas para el sistema de refrigeración del horno, y se observa también las conexiones al sistema de alimentación eléctrico del horno (variac 120 VCA):

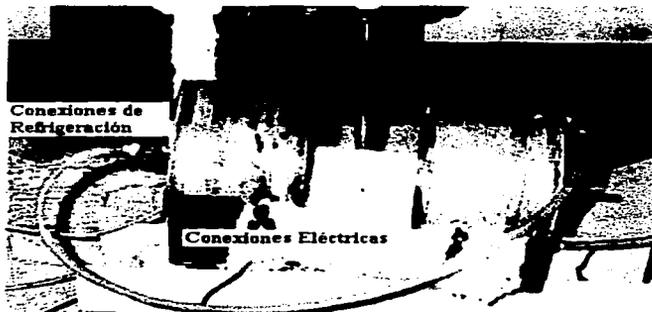


Fig.2.13, muestra las conexiones eléctricas y de refrigeración del horno.

TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

2.2 Calibración.

Como habíamos mencionado anteriormente, se debe localizar el *centro focal* de los espejos y dado que lo que se enfoca es la imagen real¹, del filamento de las lámparas, el máximo enfoque es cuando la imagen es más clara y es también cuando se concentra la mayor cantidad de calor.

Para poder hacer la calibración necesitamos poner una pantalla (por ejemplo una hoja blanca de papel) donde podamos proyectar claramente la imagen del filamento, hasta obtener la máxima definición de la imagen.

La proyección se hace alimentando a las lámparas a una potencia baja con el fin de no quemar la hoja.

Hecho esto se procede de la siguiente manera:

- 1) Se enfoca el primer espejo acercando o alejando la hoja hasta que la imagen del filamento sea lo más clara posible.
- 2) Un segundo ajuste más preciso se hace por medio de un tornillo de precisión que se encuentra en la parte trasera del espejo móvil, el cual permite desplazarlo sobre sus ejes (x , y).

La imagen del filamento de la lámpara se observa nítidamente en el centro focal, que es la zona de mayor calentamiento, el volumen que abarca el centro focal es de aproximadamente 1cm^3 con una separación entre los hemisferios de 3cm , esta aproximación se hace tomando en cuenta que la zona focal tiene la forma de un cilindro (la forma proyectada del filamento).

Dentro de estos ajustes de calibración, se roto sobre su eje x del espejo móvil, para que el filamento de este tuviera una inclinación de aproximadamente 30° con respecto al filamento del otro hemisferio, con la finalidad de que la zona focal fuera más amplia.

<p>TESIS CON FALLA DE ORIGEN</p>

Es importante mantener la limpieza de las caras de los hemisferios, las cuales deben de mantenerse el mayor tiempo posible limpias para evitar pérdidas en la reflexión, al igual que las lámparas.

Para su limpieza se utiliza acetona que no deja residuos y remueve la grasa depositada por los dedos.

También se debe de tener un constante mantenimiento en las conexiones, en especial los electrodos, ya que tienden a carbonizarse por el prolongado uso, lo que trae como consecuencia un aumento en la resistencia y un mayor calentamiento de los electrodos que podrían llegar a fundir los pasamuros de feblón. Todo esto acarrea una disminución en la intensidad de las lámparas y por lo tanto una disminución en la temperatura.

Un parámetro que se debe de mantener constante es la presión del agua refrigerante, de manera que circule constantemente dentro de la base de cada hemisferio, se observo que después de un determinado tiempo el agua tiende a subir su temperatura y a crear pequeñas burbujas de vapor de agua, con lo que se obstaculiza el flujo de esta, de manera que se debe cambiar periódicamente por agua fría, esto con el fin de que no se calienten demasiado las superficie de los hemisferios.

Otro aspecto importante es la medición de la temperatura, como se menciona anteriormente utilizamos un termopar cromel-alumel (tipo K), este se explicara con mas detalle en la **sección 2.3**.

El cual nos da una medición en milivolts, que a partir de tablas se convierte a temperatura en °C o °F.

Nuestro experimento requirió de tener una mayor resolución en las lecturas de las temperaturas medidas, por lo que se uso un amplificador de voltaje que nos

¹ Las imágenes pueden ser reales o virtuales, la imagen virtual es la que se forma cuando uno se observa en un espejo, la imagen parece estar situada detrás del vidrio del espejo, la imagen real se forma en los espejos cóncavos, en donde la imagen se forma entre el vidrio y el objeto.

permite medir temperaturas con una precisión de hasta décimas de grados centígrados, esto se presenta en la **sección 2.3**.

Un aspecto muy importante que hay que tomar en consideración son las pérdidas de calor, que pueden ser por *conducción, radiación y convección*.

Debido a la inestabilidad de la alimentación que a diferentes horas del día, tiende a bajar o a subir, se tienen que hacer permanentes ajustes al variac para poder así mantener el voltaje de alimentación dentro del rango necesario, con esto se logra mantener constante a la temperatura.

Este horno no tiene una atmósfera controlada, una parte del calor generado se transmite al aire circundante, generando corrientes de convección y provocando perdidas de calor, para evitar esto se cubre con fibra de cuarzo todos los orificios por donde se pueda fugar el aire, cortándose así las corrientes de convección, haciendo que el calor se concentre principalmente sobre la muestra, **figura 2.14**.



Figura 2.14, muestra al horno cubierto con fibra de cuarzo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Otra pérdida significativa es a través de la cerámica del termopar y a través del tubo de cuarzo que contiene a la muestra (**figura 2.11**), en estos el calor generado se fuga por conducción, para reducir esto se saca aproximadamente 1 cm fuera de la cerámica la punta de unión del termopar, de esta manera se logra que la cerámica quede fuera de la zona focal y no favorezca la fuga de calor, al mismo tiempo la cerámica se cubre con fibra de cuarzo, con esto tenemos dos beneficios, el primero que la lectura sea más confiable por parte del termopar y segundo que el calor se concentre preferentemente en la muestra.

De igual forma el tubo de cuarzo se cubre también con fibra de cuarzo, **figura 2.14**.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2.3 Captación de datos.

La instrumentación y control del dispositivo para la interpretación y toma de temperatura consta de dos partes. La parte de interpretación de datos y la parte de captura de la información, la primera esta integrada por una tarjeta hardware Omega Das-16/16F y el programa software Testpoint/Optic, y estos en conjunto son capaces de almacenar y procesar los datos obtenidos en forma de gráfica. Y la segunda es el sensor que mide la temperatura.

Tarjeta Omega Das-16/16F.

Es una tarjeta de adquisición, almacenamiento y procesamiento de datos, la cual nos permite tener una gama muy variada de rangos de voltaje, tiene entradas de A/D y D/A, cuenta con 15 canales de entrada, además de ser unipolar y bipolar. Esta tarjeta se conecta a una PC, en nuestro caso fue una Acer 386.

Programa Testpoint/Optic.

Los datos obtenidos de temperatura son almacenados y graficados en un programa desarrollado especialmente para este dispositivo en un software llamado "Testpoint", de uso frecuente en cuestiones de investigación por su fiabilidad y fácil manejo.

El programa llamado "Optic" se encarga de almacenar los datos de temperatura a intervalos de 10 segundos entre cada lectura. Los datos así obtenidos también pueden ser graficados utilizando el programa Excel.

Una vez dentro del programa, se despliega una pantalla en donde se pueden observar los controladores de arranque y paro de la prueba, además simultáneamente medidas de frecuencia y voltaje y la posibilidad de escoger la unidad de almacenamiento y el nombre del archivo, además muestra de manera gráfica en tiempo las lecturas de la prueba, **figura 2.15**, con opciones de zoom.

* Este programa fue echo con anterioridad en el laboratorio de metalurgia.

Es así como podemos observar y analizar en ese mismo momento los resultados de la prueba en forma preliminar.

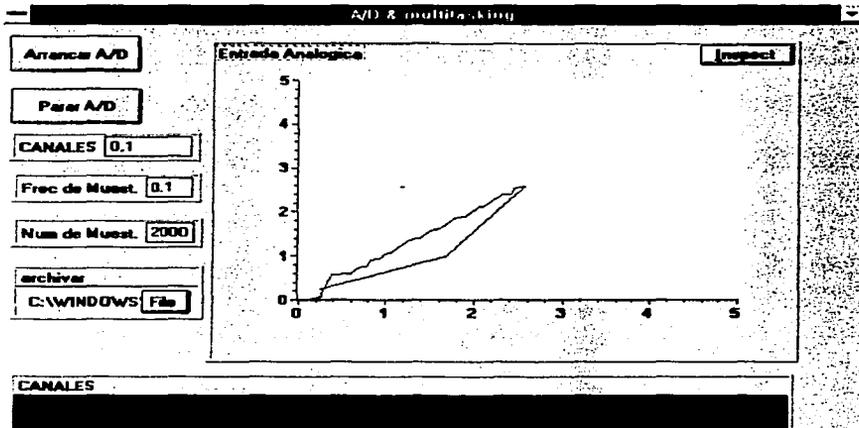


Figura 2.15 muestra un ejemplo del despliegado de datos que se pueden obtener a partir del programa *Optic*.

El calentamiento al igual que el enfriamiento son muy rápidos debido a la baja *inercia térmica* del horno, la cual resulta de mucha utilidad para nuestros tratamientos térmicos.

Con este despliegue tenemos una apreciación más amplia de lo que esta ocurriendo con la muestra dentro del horno.

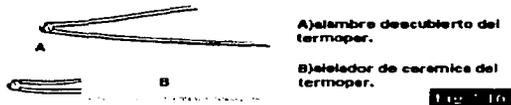
Controlador de temperatura.

Controlador electrónico programable de temperatura: Es un dispositivo modelo Omega CN-2010 el cual nos permite programar por medio de rampas (que el usuario debe programar) un ciclo completo de calentamiento y enfriamiento, en nuestro caso la dificultad que se presentó fue que la potencia inyectada a las lámparas era de forma intermitente, por lo que se tuvo que sustituir por un variador de 0 a 120 volts de CA.

Para cada prueba es necesario programar un ciclo de calentamiento y enfriamiento específico.

Sistema de medición de temperatura (termopares):

Es un dispositivo que se utiliza para convertir la energía calorífica en voltaje. Consta de dos metales diferentes soldados en la punta, **figura 2.16**:



En la junta se genera una diferencia de potencial la cual es función directa de la temperatura, el voltaje se mide a través de un multímetro (mv).

Las lecturas de las temperaturas obtenidas están en milivolts y para convertirlas en °C se utilizan tablas, las cuales se usan de la siguiente manera:

Para un voltaje medido de 1.000 mv la temperatura que le corresponde es de 25 °C de acuerdo a la tabla:

DEG °C	0	1	2	3	4	5	6
0	0.000	0.039	0.079	0.119	0.158	0.198	0.238
10	0.3970	0.437	0.477	0.517	0.557	0.597	0.637
20	0.798	0.879	0.897	0.919	0.960	1.000	1.041
30	1.203	1.244	1.285	1.325	1.366	1.407	1.448

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

El termopar debe colocarse dentro del horno y lo mas cerca posible del tubo de cuarzo, para tener mayor fiabilidad en la medición de temperatura.

Cuando aumenta la temperatura en el horno, también aumenta el voltaje que se genera en el termopar.

En consecuencia al paso de un mayor voltaje por el medidor se registra un mayor aumento en la temperatura.

En el proceso de calibración el termopar se colocó en la zona de máximo calentamiento entre ambos espejos, para poder tener una mejor medición.

Para este dispositivo se utilizaron termopares tipo K, que son echos de cromo vs alúmel y son aleaciones de Níquel-cromo y Níquel-aluminio). Como se mencionó anteriormente tiene una gama de $-270\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$ además de que tiene una incertidumbre de $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

En la **figura 2.17** se muestra el diagrama de bloques del horno de reflexión. En el se muestran las conexiones físicas de los dispositivos de alimentación y medición.

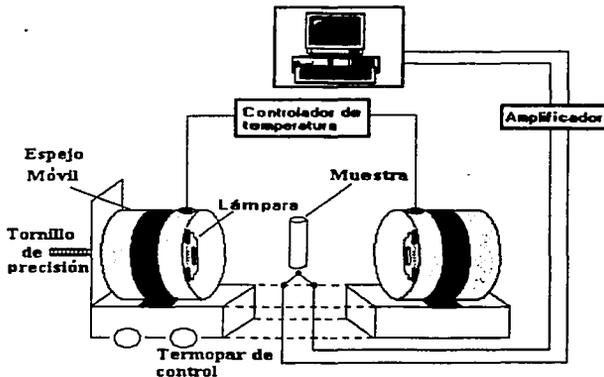


Fig.2.17, esquema de montaje del horno reflectivo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Amplificador de voltaje auxiliar.

Para poder tener una mejor apreciación del voltaje del termopar se utilizó un circuito amplificador (**figura 2.18 y 2.18.1**) el cual nos cambia el voltaje obtenido por el termopar de milivolts a volts, este amplificador tiene una ganancia de 1:100, este se conecta a la entrada de la tarjeta Das-16/16F.

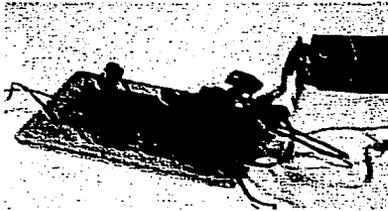


Fig.2.18

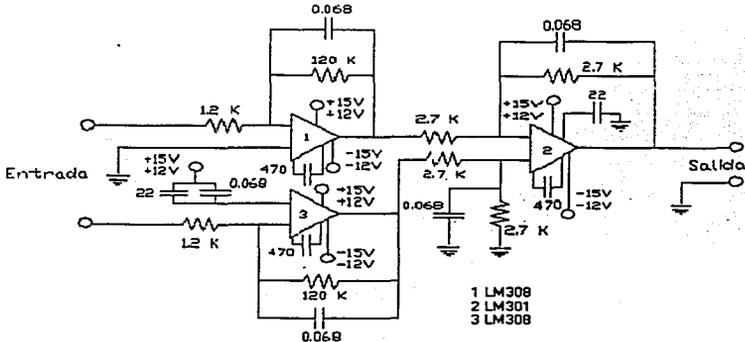


Fig.2.18.1

Nota: Los valores de los capacitores son en (μf).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2.4 Preparación de la muestra.

Se tomó como base el trabajo de *C. Taviot-Guého* [1] donde obtuvieron cristales del compuesto **$GdMnGe_2O_7$** , obtenidos en un horno convencional, en nuestro caso dado que la zona de calentamiento de nuestro horno reflectivo es aproximadamente **1cm^3** , se llegó a la conclusión de que se podían también crecer cristales, de un tamaño pequeño. Escogiéndose los compuestos cuaternarios:

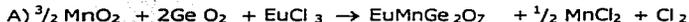


Ambos tienen características magnéticas y eléctricas similares al compuesto obtenido por *C. Taviot-Guého*.

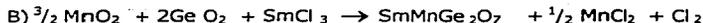
Estos compuestos son *higroscópicos*, por lo cuál previamente se deben desecar para posteriormente encapsularse en tubos de cuarzo, ya que este permite el paso de la radiación infrarroja (calor) hacia el compuesto y tiene un punto de fusión alto ($1665\text{ }^\circ\text{C}$) con respecto a los compuestos.

Emplearemos diferentes diámetros de tubo de cuarzo: $\phi_1 = 1.3\text{cm}$, $\phi_2 = 1\text{cm}$ y $\phi_3 = 0.4\text{cm}$, con la finalidad de determinar las óptimas condiciones de crecimiento.

Las reacciones químicas de trabajo para el compuesto **$EuMnGe_2O_7$** son las siguientes:



Y para el compuesto **$SmMnGe_2O_7$** es:



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

El peso total de los reactivos químicos iniciales para la muestra A) es de 1.28 gr y los pesos estequiometricos para los componentes son los siguientes:



Para nuestros fines el Cl_2 resulta ser un producto secundario.

Los reactivos son colocados en una mufla durante 2 a 3 días a una temperatura de 150 °C para su desecación.

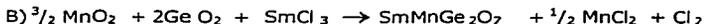
Al término de este tiempo, el compuesto es colocado dentro de un tubo de cuarzo, el cual es introducido en un horno horizontal a una temperatura de 300 °C durante un periodo de 3 a 4 días, para extraer en una segunda etapa el agua, químicamente atrapada, al mismo tiempo que se le hace vacío.

Finalmente el tubo se sella estando aun conectado a la bomba de vacío y posteriormente se coloca dentro del horno reflectivo, en la **sección 2.5** presentamos las condiciones experimentales de las pruebas realizadas y en la **sección 2.6** presentamos los resultados obtenidos.

El resultado final de este proceso, fue la obtención de monocristales del compuesto ***EuMnGe₂O₇***, obtenido en forma ortorrómbica, **figura a** y siendo del orden aproximado de 50µm.

De estos resultados y como corroboración de la técnica se hizo un segundo compuesto con características similares al anterior, sustituyendo el **Eu** por el **Sm**.

El compuesto elegido es el ***SmMnGe₂O₇***,



El peso total de los reactivos químicos iniciales para la muestra B) es de 0.5 gr Y los pesos estequiometricos son los siguientes:

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Debido a que el SmCl_3 es más *higroscópico*, es colocado primeramente en una mufla por un periodo de 2 a 3 días a una temperatura inicial de 150 °C para poderlo desecar en una primera etapa, al termino de este se aumenta la temperatura a 200 °C durante otros 3 días para poderlo desecar.

Después se procede similarmente al caso anterior, el compuesto es colocado dentro del tubo de cuarzo, el cual se introduce en un horno horizontal de resistencia a una temperatura de 350°C durante 4 días, mientras se le hace vacío al tubo.

Finalmente el tubo se sella estando colocada a la bomba de vacío y se coloca en el horno de reflexión.

El resultado final de este proceso, fue la obtención de monocristales del compuesto ***SmMnGe₂O₇***, obtenido en forma tetragonal, **figura e** y siendo del orden aproximado de 15µm.

Como mencionamos anteriormente mencionamos en la **sección 2.5** presentamos las condiciones experimentales de las pruebas realizadas y en la **sección 2.6** presentamos los resultados obtenidos.

Bibliografía [1]

Synthesis and Structural Characterization of Two New Rare-Earth Manganese Germanates: $\text{CeMn}_2\text{Ge}_4\text{O}_{12}$ and $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$

C.Taviot-Guého, ¹P.Léone, † P.Palvadeau, † and J.Rouxel †

**Laboratoire des Matériaux Inorganiques, Université Blaise Pascal, 63177 Aubière Cedex, France.*

Journal of Solid State Chemistry 143, 145-150 (1999)

Article ID jssc.1998.7939.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2.5 Pruebas.

Para estas pruebas se usaron dos compuestos el A) ***EuMnGe₂O₇*** y B) ***SmMnGe₂O₇*** y diferentes diámetros de tubo de cuarzo: $\phi_1 = 1.3\text{cm}$, $\phi_2 = 1\text{cm}$, y $\phi_3 = 0.4\text{cm}$.

Las lámparas usadas fueron de 2 tipos, la primera fue de 650 Watts, 120 VCA, con una longitud de 8 cm y una longitud de filamento de 3 cm.

Y la segunda de 450 Watts, 120 VCA, con una longitud de 6cm y una longitud de filamento de 2cm.

La **figura 2.19** muestra el horno en operación y a una temperatura aproximada de 700°C, en su interior se encuentran las cápsulas de cuarzo con la muestra.



Fig.2.19. se muestra el horno encendido con la luz apagada, donde se aprecia solamente la luz emitida por parte de las lámparas.

Debido a los diferentes puntos de fusión de los elementos del compuesto:

EuCl ₃ =850 °C	GeO ₂ =1115 °C
MnCl ₂ =650 °C	SmCl ₃ =686 °C

ESTA TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

La secuencia de fundición se inicia con los componentes de fusión más bajo, pudiendo llegar a descomponerse uno de los compuestos antes de que los demás hayan fundido, por lo que para poder crecer cristales se utilizó una combinación de los métodos de crecimiento de flux y por solución.

Para que la reacción ocurra se pueden utilizar dos técnicas complementarias, la primera llamada reacción de estado sólido, donde los compuestos son llevados a una temperatura inferior a la del compuesto de menor punto de fundición, que en nuestro caso sería el MnCl_2 (650 °C) y dejarlos durante un periodo largo de tiempo, la reacción ocurre entre los puntos de contacto de los componentes, propagándose al resto del material, sin nunca llegar a fundirse, de ahí el nombre de reacción de estado sólido.

La segunda consiste en subir la temperatura por encima del punto de fusión del compuesto que llega a fundir primero, de tal manera que el resto de los componentes se encuentren como una suspensión sólida, dentro del compuesto que se ha fundido, permaneciendo la muestra a esta temperatura durante un largo periodo de tiempo. Para evitar que el compuesto fundido evapore y se pierda la estequiometría, se acostumbra sellar el crisol o contenedor a manera de una pequeña olla de presión, favoreciéndose así la reacción, esto es conocido como el método de flux.

Para el compuesto ***EuMnGe2o7***:

Después de varias pruebas preliminares, las cuales describiremos mas tarde, se opto por utilizar el tubo de cuarzo con $\phi_1 = 1.3\text{cm}$ y la lámpara de 650 watts, la muestra se calentó a una temperatura de 800°C, a 80 VCA y 3.6 Amp, durante una semana, el crecimiento de los cristales se logró en una zona bien definida en las paredes del tubo de cuarzo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

El tamaño de los cristales es de $50\mu\text{m}$, del total de la muestra solo reacciono una pequeña parte del compuesto aproximadamente 20%.

Las fases de este compuesto se lograron identificar con un patrón de rayos X, la coloración inicial del compuesto es gris claro, durante el transcurso del calentamiento, se sucedieron las siguientes reacciones, **figura 2.20**:

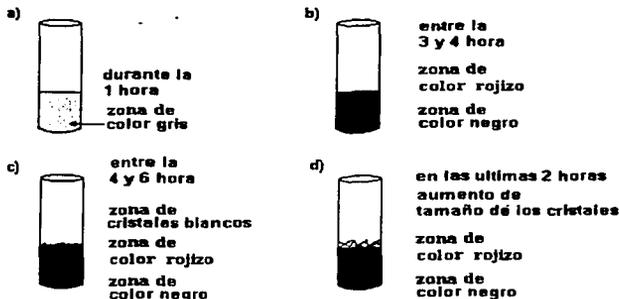


Fig.2.20

Temperatura de trabajo de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante un proceso de 8 horas:

La zona blanca corresponde a cristales blancos, probablemente sean de Mn, los cuales crecieron fuera de la zona de calentamiento.

La zona rojiza debido a su coloración podría ser Ge, el cual también se separo de la reacción, formando cristales color rosa.

Este patrón de crecimiento es el común para todas las pruebas excepto para la última, la cual adelante se menciona.

La zona negra, que es la que nos interesa, encontramos material que aún no ha reaccionado completamente, aparentemente se encuentra en su primer fase, en

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

las paredes del cuarzo se formaron pequeños cristales de color oscuro, que son visibles a simple vista y que son el resultado de la reacción del compuesto, el análisis de rayos X los identifican como el compuesto **EuMnGe₂O₇**, que es el que se buscaba, para mas detalles consultar el **Anexo II**.

Se hicieron también pruebas utilizando los diámetros de tubo de: $\phi_2=1\text{cm}$ y $\phi_3=0.4\text{cm}$, con la lámpara de 450 watts, a una temperatura de 800 °C, con un voltaje de 80 VCA y 2.26 Amperes, los resultados finales fueron análogos a los anteriores, sin embargo se logró tener un crecimiento más homogéneo de los cristales, en una zona un poco mayor de la pared del tubo. Estas son parte de las pruebas preliminares que se tuvieron que realizar, para ir refinando los parámetros de crecimiento, como son la potencia de la lámpara, el voltaje de alimentación y el diámetro del tubo.

En estas primeras pruebas el enfriamiento de la cápsula fue muy rápido ya que al término del experimento se apagaron las lámparas, con esto se pretendió tener un templado rápido y así mayor crecimiento.

En otra prueba que se llevo a cabo, se uso el tubo de cuarzo de $\phi_3=0.4\text{cm}$, el cual es casi $\frac{1}{3}$ menor al primer ϕ_1 , utilizando la lámpara de 450 Watts, aunque es de menor potencia, se hicieron los siguientes ajustes: se aumento la alimentación de las lámparas casi un 10%, 90 VCA y 2.41 Amperes, se separaron los espejos logrando con esto aumentar el área del centro focal y así seguir teniendo la misma temperatura en una zona más amplia, además que se roto el espejo móvil sobre su eje x unos 30°, y el enfriamiento fue pausado.

Con esto el crecimiento además de ser homogéneo fue en toda el área del tubo, sin embargo el tamaño de los cristales disminuyo a $5\mu\text{m}$, en esta ocasión el experimento se realizo durante 24 horas continuas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

En otra prueba con el mismo compuesto, se modificaron otros parámetros, se cambio de posición al tubo de tal que los filamentos de las lámparas fueran paralelos, la temperatura se disminuyo a 400 °C, y el enfriamiento se llevo a cabo a una razón de 12.5°C→ minuto.

Hubo pocos cambios en el crecimiento, el tamaño fue el mismo, los residuos del compuesto que no reacciono disminuyeron un 25%.

Para la última prueba, se hizo una modificación dentro del tubo, ya que el cuarzo sirvió como *centro de nucleación* y provoco el crecimiento de estos cristales.

Se coloco un pequeño filamento de cuarzo en la parte central del tubo, cubriéndolo después con el compuesto, con esto se pretendió tener otro centro de nucleación dentro del tubo y crecer en forma simultanea los cristales dentro de la pared y alrededor del filamento, **figura 2.21**.



Fig.2.21

Por último se abrió la cápsula, los resultados obtenidos de esta prueba fueron idénticos al anterior, solo que en este caso también se presentaron cristales en el filamento de cuarzo.

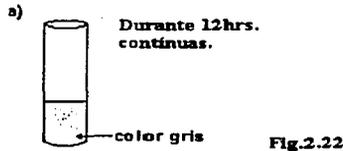
La caracterización de estos cristales estructural y morfológicamente se llevo a cabo mediante las técnicas de Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**) y de Microscopía Electrónica de Barrido (**SEM**), respectivamente.

Los resultados obtenidos se presentan en la **sección 2.6**

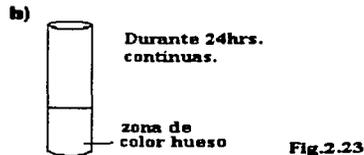
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Para el compuesto $SmMnGe_2O_7$, se hicieron dos pruebas.

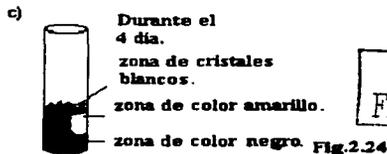
La primera consistió en someter al compuesto a una temperatura inicial menor al punto de fusión del Sm , 600 °C, figura 2.22.



El compuesto estuvo expuesto a esta temperatura 12 horas. continuas, de los resultados de esta exposición no se observaron cambios en la coloración, ni la presencia de cristales, así que se opto por aumentar la temperatura a 650 °C y el tiempo de exposición se incremento a 24 horas, con el fin de que reaccionará el compuesto, figura 2.23:



Con esta modificación se obtuvo un cambio en la coloración del compuesto lo que indica que comenzaba a reaccionar, sin embargo no trascendió el cambio, por lo que se sugirió aumentar nuevamente la temperatura, en esta ocasión se aumento a 700 °C, figura 2.24:



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Con este ajuste en la temperatura se obtuvo un cambio radical en la coloración, obteniendo un color negro, lo que significa que reacciono parcialmente el compuesto, se observo una pequeña zona de color amarilla que podría ser parte del compuesto que aún no reacciona.

Como un ajuste final en el experimento se roto el tubo 180° sobre su eje (y), para que todo el material se recociera homogéneamente.

Se abrió el tubo, las **figuras 2.25 y 2.25.1** muestran el patrón de crecimiento de los cristales, de la **figura 2.25** se observa que la forma no es muy definida, presentan irregularidades, además de que mucho del compuesto no presento la fase esperada.



Fig.2.25



Fig.2.25.1

En la **figura 2.25.1** se observan cristales de un tamaño de $10\mu\text{m}$, con respecto a los anteriores se nota un incremento en tamaño y con respecto al compuesto **$\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$** , los cristales obtenidos son de menor tamaño.

Una segunda prueba fue colocar la muestra desde el inicio a $700\text{ }^\circ\text{C}$ durante 48 horas continuas, con el propósito de tratar de aumentar de tamaño los cristales y de definir mejor el patrón de crecimiento.

La coloración de la muestra cambio durante las primeras horas del calentamiento, el color negro del compuesto hace suponer que la reacción se vio favorecida por la temperatura alcanzada originalmente, y que es mayor al punto de fusión del **Sm**, el patrón de crecimiento fue el mismo, lográndose que los cristales aumentarán de tamaño hasta $15\mu\text{m}$.

La tabla siguiente resume todos los experimentos realizados con el horno.

Tabla 2.1 Experimentos realizados con el horno de reflexión.

Compuerto *	Tipo de lámpara	Voltaje de alimentación (VCA)	Corriente (Amperes)	φ de tubo de cuarzo (cm)	Tiempo de exposición	Temperatura inicial (°C)	Ajustes	Observaciones
EuMnCeO ₂	650 Watts 120 VCA	80	3.6	1.3	1 semana.	800	Enfriamiento rápido.	El crecimiento se logró en una zona definida en las paredes del tubo (20%). El tamaño del cristal fue de 50µm.
	450 Watts 120 VCA	80	2.26	1	12 hrs.	800	Enfriamiento rápido.	Resultados antilogos, crecimiento más homogéneo.
		90	2.41	0.4	24 hrs.	800	Se separaron los espejos, aumento en el área focal, se romo el espejo 30° (eje x), enfriamiento pausado.	Crecimiento homogéneo en las paredes del tubo, el tamaño del cristal disminuyóµm.
SmMnCeO ₂	450 Watts 120 VCA	Por debajo de 50	Por debajo de 1.5	1	12 hrs.	400	Enfriamiento a razón de 12.5 ° C/min, se colocaron paralelos los filamentos de las lámparas y el tubo	Hubo pocos cambios en el crecimiento, disminuyeron los residuos un 25%.
		Variable 60-90	Variable 1.5-2.41	0.4	12 hrs.	600	Temperatura por debajo del punto de fusión del Sm.	No hubo cambio en la coloración de la muestra.
					24 hrs.	650	Aumento en la temperatura.	Cambio en la coloración.
					12 hrs.	700	Aumento en la temperatura.	Cambio parcial.
				12 hrs.	700	Rotar el tubo 180° (eje y)	Reacción homogénea total, tamaño del cristal 10µm.	
		70	<2.26	0.4	48 hrs.	700	Temperatura superior al punto de fusión del Sm.	Cambio en la coloración durante las primeras hora, tamaño del cristal 15µm.

TESIS CON
 FALLA DE ORO

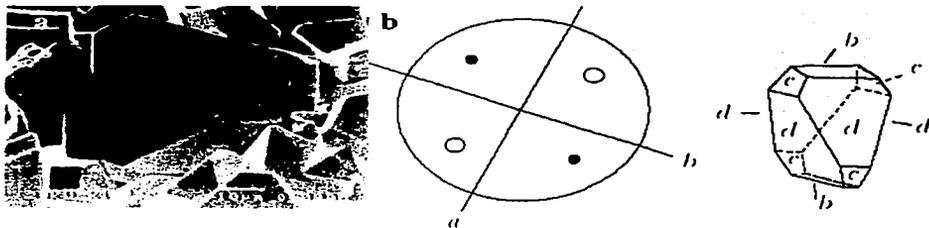
86

2.6 Resultados.

Son los compuestos $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ y $\text{SmMnGe}_2\text{O}_7$ nuevos compuestos cuaternarios que tienen un gran interés en el campo de investigación de la física del estado sólido, debido a sus propiedades ópticas, magnéticas y eléctricas.

Los cristales obtenidos de $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ y $\text{SmMnGe}_2\text{O}_7$ fueron caracterizados químicamente mediante la técnica de patrón de difracción de rayos X, y estructuralmente por Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**) y Microscopía Electrónica de Barrido (**SEM**).

En la figura **a** se pueden observar la muestra cristalizó con un tipo de cristal de un tamaño cercano a $50\mu\text{m}$.



En la figura **b** se muestra la morfología de estos cristales reportados en la literatura, los cuales presentan la simetría ortorrómbica con grupo espacial A222 [No.9]. Comparados con los obtenidos por nosotros se observa su similitud.

Mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**), se logró determinar la estructura de los cristales, figura **c** y **d**, los cuales confirman su naturaleza ortorrómbica, con parámetros de red: $A = [4.62(2A^\circ)]$, $B = [8.5(4A^\circ)]$ y $C = [12.7(6A^\circ)]$.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Figura c y d, patrones de difracción de la muestra $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$

Estos resultados fueron publicados en el artículo (**Anexo II**):

Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol. 21, N°2, 2001,9-12.

Crystallographic study of quaternary phase in the Eu-MnGe-O system by TEM and SEM.

Juárez-Arellano E.A., *Gamboa-Espinosa Gabriel, V., Lara-Jesús. Armando*, Bucio L. and Orozco E.

Y presentados en el congreso:

VI Interamerican Congress On Electron Microscopy.

Veracruz-México, Octubre 7-11, 2001.

El patrón de rayos X muestra los picos obtenidos del compuesto, que al ser superpuestos con los patrones reportados en la literatura, confirman la composición química del compuesto **$\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$** .

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

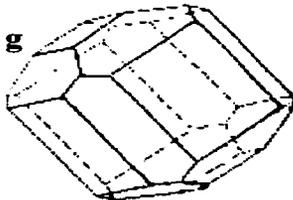
SmMnGe₂O₇

Del compuesto de **SmMnGe₂O₇**, se obtuvieron cristales análogos al caso anterior. Se siguió con el mismo procedimiento, es decir, se realizó trabajo de microscopía (**SEM**) y (**TEM**) para determinar tanto su morfología como su estructura de los cristales de este compuesto.

En la **figura c** se pueden observar los cristales obtenidos, en el típico arreglo de crecimiento.



En la **figura f** se presenta un acercamiento a los microcristales formados en la base del tubo de cuarzo, la morfología en este caso ya no es tan heterogénea como en el caso del **Eu** y se puede identificar un tipo de cristal característico, con tamaños de cristal cercano a 10 μm .

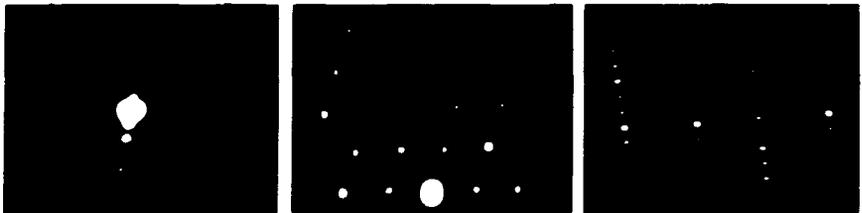


TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

En la figura **g** se muestra la morfología reportada en la literatura, en la foto **f** se presenta un cristal del compuesto obtenido ,que al ser comparado resulta ser idéntico, a una de las posibles morfologías que presentan los cristales con simetría tetragonal.

Una vez que se ha determinado la simetría del compuesto, el trabajo que sigue es determinar los patrones de difracción.

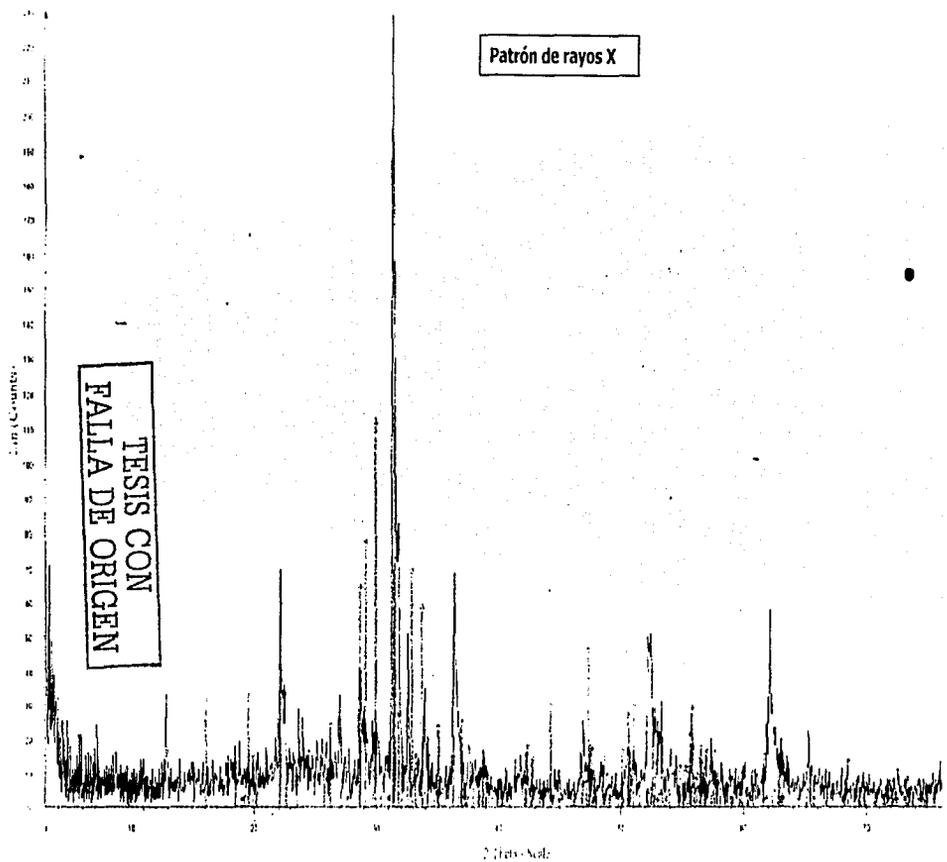
A continuación se muestran varios patrones de difracción de electrones del compuesto **SmMnGe₂O₇**, figuras **i**, **j** y **k**.



En las figuras **i**, **j** y **k** se muestran los patrones de difracción del compuesto **SmMnGe₂O₇**...

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Grafica 2.



File: q1.RAW Exp.: 20180101_001_001 - End: 2018-01-01 10:00:00 Date: 2018-01-01 10:00:00

- Operacion: Import
- 1) 047010 (*) - Gadolesman Germania Chile - GMS100 - Y 30.00% - d: 3.6 - I: 100 - W: 1.5166
 - 2) 2040710 (S) - Margonac Germania Chile - Mn2O3 - Y 25.00% - d: 3.6 - I: 100 - W: 1.5166
 - 3) 14597 (*) - Gadolesman Chile - GMS100 - Y 16.67% - d: 3.6 - I: 100 - W: 1.5166
 - 4) 414147 (*) - Bunsckillit, sin - MnO2 - Y 20.00% - d: 3.6 - I: 100 - W: 1.5166

q1

ANEXO II.

Crystallographic study in the system Eu-Mn-Ge-O

CRYSTALLOGRAPHIC STUDY OF QUATERNARY PHASE IN THE
Eu-Mn-Ge-O SYSTEM BY TEM AND SEM

Juárez-Arcillano E.A., Gamboa-Espinosa G.U., Lara J.A., Bucio L. and Orozco E.

Instituto de Física, UNAM, Apdo. Postal 20-364, 01000 México D.F., México

E-mail: erickj@fisica.unam.mx, bucio@fisica.unam.mx, eligio@fisica.unam.mx

Received; accepted

Abstract.

We have synthesized a new quaternary compound with stoichiometric formula $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$. The compound was grown up as micro-crystals into quartz tube under thermal treatment in vacuum. The structural characterization of these crystals was carried out using transmission electron microscopy (TEM) and scanning electron microscopy (SEM). After a careful analysis we found that the new quaternary compound crystallizes in the orthorhombic system with space group $A222$ (No.21) and cell parameters $a = 4.6(2)$ Å, $b = 8.5(4)$ Å, $c = 12.7(6)$ Å and $V = 495.6$ Å³.

Resumen.

Se sintetizó un nuevo compuesto cuaternario con fórmula estequiométrica $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$, en forma de una serie de micro cristales dentro de un tubo de cuarzo bajo tratamiento térmico en vacío. La caracterización estructural de los micro cristales se realizó utilizando microscopía electrónica de transmisión (MET) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Después de un cuidadoso análisis se llegó a la conclusión de que el nuevo compuesto cuaternario $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ cristaliza en el sistema ortorrómbico con grupo espacial $A222$ (No. 21) y parámetros reticulares $a = 4.6(2)$ Å, $b = 8.5(4)$ Å, $c = 12.7(6)$ Å y $V = 495.6$ Å³.

Keywords: Europium manganese; Germanate; Crystal structure; TEM; SEM

1. Introduction

In the last years the quaternary oxide compounds have had an increasing interest due to its specific physical properties such as optical, electrical, magnetic, and others. Most of these quaternary compounds have in their composition a transition metal with covalent elements such as silicon or germanium giving a varied opened structure. Among this new compounds it has been reported many compounds having the thortveitite-type structure such as $\text{FeInGe}_2\text{O}_7$, InYGe_2O_7 , $\text{FeTbGe}_2\text{O}_7$, and $\text{FeGdGe}_2\text{O}_7$ [1, 2, 3, 4]. These compounds belong to the monoclinic system and are very interesting because of its laminar structure. On the other hand if the transition metal is changed for example by Fe or Mn in the stoichiometric formula $\text{FeGdGe}_2\text{O}_7$ [4], the $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$ is obtained and crystallizes in the orthorhombic system [5]. This change from low to high symmetry in the crystal structure is joined to a mono-

dimensional. The change in the crystal symmetry, the magnetic interaction between the manganese atoms in the chains and the optical properties given by the trivalent rare earth ion (Eu^{3+}) is the subject we are interested in the research of quaternary oxides having the nominal composition given before.

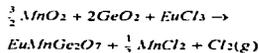
In this work we report the a crystallographic study made in the new $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ oxide by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). This crystallographic study allows us subsequently to establish the precise crystal structure data by X-ray diffraction measurements. At this point it should be possible to study the optical and magnetic properties establishing the relationship between the structural structure and these physical properties was prepared modifying the method reported by Faviot-Guêche et al [5]. For the synthesis, MnO_2 , GeO_2 and EuCl_2 were mixed in stoichiometric proportions.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

We used the $GdMnGe_2O_7$ cell parameters and its hkl Bragg reflections [5] to analyse the electron diffraction patterns of $EuMnGe_2O_7$.

2. Experimental

The $EuMnGe_2O_7$ compound was prepared modifying the method reported by Tavio-Guêhe et al. For the synthesis, MnO_2 , GeO_2 and $EuCl_2$ (1:1:1) were mixed in stoichiometric proportions and heated for 3 days at 150 °C to dry it and then were placed inside evacuated quartz tubes maintaining the temperature at 300 °C in a reflective furnace [5]. The quartz tube was put inside the reflective furnace and the reaction was placed at 750 °C for 10 days. After the thermal treatment, many micro-crystals grew up on the wall of the quartz tube with perfect crystalline appearance. The resulting product of reaction was stirred using ethanol to dissolve the $MnCl_2$ sub-product. The schematic reaction is as follows:



3. Results and Discussion

Because of the small size of crystals (10-50 μm), and the low quantity of sample obtained the structural characterization were carried out by SEM and TEM. By TEM we could observe a high symmetry (orthorhombic cell at least) in the electron diffraction patterns. This fact agrees with the high symmetry in the orthorhombic unit cell reported for the $GdMnGe_2O_7$ compound [5].

3.1. Scanning electron microscopy (SEM) analysis

The crystallographic study began with the analysis of the crystal shape observed analysing an important factor, which influences the geometry of the crystals, this factor is the ionic radius. If the values of 0.938 and 0.947 Å are used for the ionic radii of Gd^{3+} (CN:6) and Eu^{3+} (CN:6) respectively [6], then, it can be assigned to the $EuMnGe_2O_7$ the orthorhombic system showed in the $GdMnGe_2O_7$ crystals. Breaks on this suppose the first approach was doing a review of the morphology of the crystals whose grow up in the space group $A222$, being more specific the morphology of the point group 222 (D_{2h} according to Schoenflies notation). It has been reported [7,8] that the crystal, which crystallizes in the punctual group 222, has the disphenoidal morphology [7,8](Fig. 1).¹

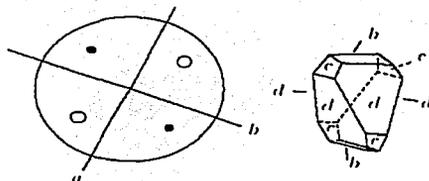


Fig. 1 Schematic view of the punctual group 222 crystals morphology

The point group 222 crystals has three two-fold axes perpendicular each other, its aspect is similar to a sphenoidal monoclinic, for this reason is known as disphenoidal. So we looked for crystals which will be having the same morphology. Fig. 2 (a, b and c), we show a view of micro-crystals of $EuMnGe_2O_7$ that grew up on the quartz tubes wall. In the first image (Fig.2a, 500X) we could see a homogeneous micro-crystal size with perfectly crystalline appearance; from Fig. 2b 1000X, it show a details of the micro-crystals and its central share appear a crystal with similar morphology than the punctual group 222 crystals. Finally; Fig. 2c 1500X, show a crystal with the morphology characteristic in crystals having the orthorhombic symmetry (punctual group 222). These results are acceptable evidence that our new compound $EuMnGe_2O_7$ has the same punctual group than the $GdMnGe_2O_7$ [5].



2a)

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

¹ CN = Co-ordination number



2b)



2c)

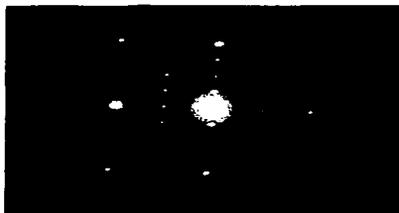
Fig 2a) A view of micro-crystals of $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ that grew up on the quartz tubes wall, SEM-500X; 2b) Crystals with similar morphology than the punctual group 222, SEM-1000X; 2c) A single example of a crystal with almost the same morphology characteristic in orthorhombic symmetry, SEM-1500X.

3.2. Transmission electron microscopy (TEM) analysis

Assuming that our compound crystallize in the orthorhombic system, we analyze the electron diffraction patterns of $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ using the $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$ cell parameters and its hkl Bragg reflections. From the inorganic crystal structure database ICSD [9] we obtained the hkl list and the $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$ cell parameters $a = 4.735(1)$ Å, $b = 7.839(2)$ Å, $c = 13.500(3)$ Å, $V = 501.09$ Å³ and $Z = 4$, in the orthorhombic space group A222 (No.21). Additionally we obtained too the list of the systematic conditions observed for the Bragg reflections $[10] hkl: k-l; Okl: k+l; h0l: l; hk0: k; Ok0: k$ and $00l: l$. Electron diffraction patterns were obtained by TEM in 100 CX JEOL equipment.

Fig. 3a show a plane $a^* - b^*$ in the $[001]$ zone axis. in

this image we can observe clearly the high symmetry of the $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$, and support the consideration of the orthorhombic symmetry. After a carefully measurement and calculus over the electron diffraction pattern we arrived at the cell parameters values: $a = 4.6(2)$ Å and $b = 8.5(4)$ Å. Fig. 3b show a plane $a^* - b^* - c^*$ in the $[111]$ zone axis, upon this image and after a simple geometric considerations we found that the cell parameter $c = 12.7(6)$ Å and by consequence $V = 495.6$ Å³. The Fig. 3c and 3d show $[001]$ and $[312]$ zone axis respectively. These results allow us to say that the new compound $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ crystallizes in the orthorhombic system with space group A222 (No.21). Table I show the cell parameters of two compounds ($\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ and $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$).



3a)



3b)

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



3c)



3d)

Fig. 3a) The image shows a electron diffraction pattern to the new $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ compound on the plane $a^* - b^*$ in the $[001]$ zone axis; 3b) The image shows a pattern on the plane $a^* - b^* - c^*$ in the $[111]$ zone axis; 3c) The image shows a pattern in the $[110]$ zone axis and 3e) Shows a pattern in the $[312]$ zone axis.

Table I

Lattice parameters for the novel $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ vs. $\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$ space group A222 (No. 21).

Lattice parameters	$\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ ^a	$\text{GdMnGe}_2\text{O}_7$ ^{b,c}
a (Å)	4.6(2)	4.735(1)
b (Å)	8.5(4)	7.839(2)
c (Å)	12.7(6)	13.500(3)
V (Å ³)	495.6	501.09

^aCalculate values from the indexed electron diffraction patterns.

^bFrom single crystal x-ray diffraction data.

^cRoom temperature.

Finally, we are working on other kinds of test like EDS and PIXE to confirm the precise stoichiometric formula and single crystal X-ray diffraction to confirm the lattice parameters of the compound $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$.

4. Conclusions

It can be concluded that the introduction of europium in the XMnGe_2O_7 structure is possible for the stoichiometric formula $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$. This novel compound crystallized in the orthorhombic system with space group A222 (No. 21) and cell parameters $a = 4.6(2)$ Å, $b = 8.5(4)$ Å, $c = 12.7(6)$ Å and $V = 495.6$ Å³. Crystallographic study using TEM and SEM as tools is a strong way to determine cell parameters when it is impossible do X-ray analysis.

The results about $\text{EuMnGe}_2\text{O}_7$ crystalline will be useful to understand the magnetic and optical properties of this compound, which are now under progress.

Acknowledgements

The authors wish to express their thanks to Dr. J. Reyes, P. Mexia, C. Flores, J. Cañetas, R. Hernandez, A. Osorio and M. Bustos for their help; They also wish to express their gratitude to the project DGAPA- PAPIIT IN 113199.

References

- Bucio, L.; Ruvalcaba-Sil, J.L.; Rosales, I.; García-Robledo, J.; Orozco, E.: The Crystal Structure of $\text{FeInGe}_2\text{O}_7$. Z. Krist. 216 (2001) 1-4.
- E.A. Juárez-Arellano; L. Bucio; R. Moreno-Tovar; J.F. García-Robledo and E. Orozco: The Crystal Structure of InYGe_2O_7 . Z. Krist. Submitted.
- Cascales, C.; Bucio, L.; Gutiérrez-Puebla, E.; Rasines, I.; Fernández-Díaz, M. T.: Magnetic ordering of Fe and Tb in the *ab initio* determined FeRGe_2O_7 structure (R = Y, Tb). Phys. Rev. B 57 (1998) 5240-5249.
- Bucio, L.; Cascales, C.; Alonso, J. A.; Rasines, I.: Neutron diffraction refinement and characterization of FeRGe_2O_7 (R = La, Pr, Nd, Gd). J. Phys.: Condens. Matter 8 (1996) 2641-2653.
- Tavliot-Guého, C., Léone, P., Palvadeau, P. and Reuxel, J. Journal of Solid State Chemistry. 143 (1999) 145-150.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- 6- Giacovazzo C.; Monaco H. L.; Viterbo D.; Scordari F.; Gilli G.; Zanotti G.; Catti M.; Fundamentals of crystallography; IUCr, Oxford University Press, New York (1992) 420-421.
- 7- Amoros, J. L.; El cristal; Atlas. Madrid (1990) 116.
- 8- Cornelius S.; Hurlbut Jr.; Manual de mineralogía de Dana. Reverte, Barcelona (1981) 88-91.
- 9- National institute of standards and technology gailthersburg; Inorganic crystal structure database ICSD releasen 2001/1. Fachinformationszentrum Karlsruhe.
- 10- Editor Theo Hahn; International Tables for Crystallography Vol. A. The international union of crystallography, Dordrecht/Boston/London (1989) 44-45, 200-201.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

III. DISCUSIÓN.

VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL CALENTAMIENTO POR INDUCCION A ALTAS FRECUENCIAS.

Uno de sus principales usos es para fines metalúrgicos, este calentamiento se hace indirectamente mediante un elemento calefactor, el cual es una bobina, que puede tener diferentes formas para adaptarse a la muestra, la energía se transfiere mediante radiaciones electromagnéticas, no hay contacto directo con la muestra y por lo tanto no hay contaminación.

Además las muestras están libres de oxidación y carbonización.

Entre las principales ventajas se tienen las siguientes:

- Debido a su masa pequeña tiene una baja inercia térmica, su respuesta térmica es muy rápida, con lo cual el calentamiento de la pieza es también rápido.
- El calentamiento se puede aplicar en diferentes formas, sólo diseñando diferentes formas bobinas inductoras.
- El proceso es de los más eficientes convierte hasta un 80% de la energía de salida en calor útil, disminuyendo así los costos de operación.
- Su control se puede hacer de forma automática.
- El calentamiento es selectivo, con lo que se logra calentar un volumen determinado, esto aumenta la producción de piezas.
- Debido a que se trabaja únicamente con el material necesario, se evita el desperdicio de este.
- Se puede aislar mediante una cámara de vacío adjunta, donde se puede tener una atmósfera inerte o conductora.
- La profundidad de penetración del calor se puede controlar adecuadamente, esto es que la pieza en su volumen permanece fría con un calentamiento rápido (efecto pelicular), y solamente se produce una ligera decoloración en la superficie.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- Con respecto al medio ambiente, el proceso es limpio, no produce humo, no produce ruido.
- En la calefacción convencional se confía en la conducción para transferir el calor a través de la superficie hacia el centro del material, como en RF las corrientes de conducción se inducen en todo el volumen del material, el calentamiento ocurre muy rápidamente en todo el espesor del material.
- Las áreas mas mojadas absorben mas RF que las áreas secas, el agua es automáticamente eliminada, y la humedad se vuelve uniforme.
- La gama de potencia es muy amplia. Los ajustes son rápidos, la inercia térmica es mínima (retraso térmico), por lo tanto los cambios en la potencia pueden ser considerados instantáneos.

DESVENTAJAS:

- Dentro de sus limitaciones radica la dificultad de calentar aleaciones complejas, por lo tanto se requiere una relativa uniformidad de respuesta a la RF, por parte de los componentes, el costo inicial del equipo que es alto y el conocimiento especializado para el manejo del sistema.
- El manejo es individual de la pieza a tratar.
- Permite hacer mejoras en su aplicación.
- El costo de las refacciones es demasiado alto y por lo general de importación.
- El tamaño del horno con respecto a la pieza a tratar es notablemente desproporcionado.
- En nuestro caso particular el sistema de enfriamiento es muy rudimentario y poco efectivo.
- Para medir la temperatura en forma directa no se tiene un sistema preciso (se midió en forma indirecta por medio de un pirómetro óptico), por lo tanto no se tiene una idea precisa de la temperatura a la cuál se llega.
- La frecuencia es otro parámetro que se tiene que medir de una manera indirecta, por medio de una bobina auxiliar colocada aún costado de la bobina de carga, en nuestro caso se midió con ayuda un osciloscopio y se alcanzo a medir frecuencias altas, desde 2.5 hasta 8 Mhz.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- Ya que emite radiaciones y calor, se tiene que aislar del ambiente para lo cuál fue necesario utilizar una jaula de Faraday para evitar las radiaciones, recubierto de asbesto con lo que se evita el excesivo calentamiento. Para nuestro caso se esta diseñando una cámara de vacío de acero para poder tener una atmósfera controlada.

VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL CALENTAMIENTO POR REFLEXIÓN.

El calentamiento por reflexión es poco conocido, no tiene gran aplicación industrial, por lo general se le usa en experimentos de laboratorio y para tratamientos térmicos que se hacen en forma individual, el calentamiento se realiza en períodos cortos de tiempo, por su tamaño no permite manejar cantidades grandes de material.

Entre las principales ventajas se tienen las siguientes:

- Debido a su baja inercia térmica su calentamiento es casi instantáneo.
- La zona de calentamiento es muy localizada y se puede controlar por medio de su centro focal.
- El enfriamiento es también rápido, ya que en estos hornos lo que se calienta primero es la muestra, por lo tanto al apagar la fuente de calor la muestra irradia el calor captado hacia las paredes del horno.
- Las dimensiones del horno son reducidas y por lo tanto su traslado se hace más fácil.
- La temperatura de trabajo alcanzada por este horno con respecto a su tamaño y su alimentación (**120 VCA**) es relativamente alto hasta **1200°C**, de ahí su alta eficiencia térmica.
- La medición de temperatura se puede realizar de una manera directa, mediante un termopar tipo K que se encuentra a un costado de la cápsula, con esto se tiene una medición de temperatura muy cercana a la de la muestra.
- Los datos de temperatura pueden ser capturados y graficados simultáneamente a través de una tarjeta conectada a un programa de computadora.

- El costo de fabricación es bajo, ya que las piezas se maquinaron en el taller del Instituto de Física.
- Por su tamaño las piezas a tratar se manejan con facilidad.
- El horno tiene la facilidad de que se pueden implementar nuevas técnicas para el manejo de muestras, ejemplo: encapsulado.
- No se necesita personal altamente especializado para su manejo.
- Por estar encapsulada la muestra no emite contaminantes.
- No produce ruido.
- Las muestras están libres de contaminación.
- Las pérdidas de calor son mínimas.

DESVENTAJAS:

- El calentamiento se lleva a cabo utilizando un variac, (en un principio se utilizó un controlador, con el cual se pretendió mantener constante la temperatura), la alimentación de CA. produce variación en la alimentación a diferentes horas del día, por lo tanto se presentan oscilaciones en la temperatura.
- Es pequeña la zona de calentamiento (1cm^3) lo que hace que el tamaño de las muestras también sea pequeño.
- La radiación emitida por las lámparas en su camino al espejo y del espejo a la muestra, calienta el aire circundante generando corrientes de convección que expulsan el aire caliente por la parte superior y succiona aire frío por la parte inferior, resultando el enfriamiento de la muestra y por consiguiente la pérdida de eficiencia del horno. Para evitarse esto se cubrió con fibra aislante de cuarzo cortando así las corrientes de convección.
- El sistema de enfriamiento consiste en un depósito de agua el cual bombea agua fría hacia el sistema de refrigeración de los espejos. El agua finalmente regresaba al mismo depósito, reiniciando otra vez el ciclo, después de un cierto tiempo la temperatura del agua se incrementaba y existe una pérdida en la eficiencia de la refrigeración, además se tiene que estar supervisando constantemente.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Resumiendo las similitudes de ambos sistemas de calentamiento, encontramos que ambos presentan baja inercia térmica, las muestras que se manejan son pequeñas y los sistemas de calefacción pueden modificarse o adaptarse a un nuevo tipo de piezas, con un relativo costo bajo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Podemos hacer una comparación entre ambos sistemas de calentamiento reflectivos y de radiofrecuencia, desde distintos puntos de vista, observe la tabla siguiente:

Tabla 3.1 Características de operación de los hornos de inducción y reflexión.

Tipo de Horno	Temperatura Máxima Alcanzada.	Volumen de la Muestra.	Dimensiones del Equipo.	Atmósfera de Trabajo.	Alimentación.	Tiempo de Respuesta.	Estabilidad Térmica.	Período Máximo de Trabajo Continuo.	Costo.
Horno de Inducción.	Con la Bobina 2.5-5Mhz se alcanzó 2000°C. Y con la bobina de 5-8Mhz se alcanzó 2500°C. Ambas con un 80% de la potencia nominal.	≈10cm ³	.70 m ancho .90 m largo 1.60 m alto con un área de trabajo de ≈8m ²	Se trabajo en atmósfera abierta y presión atmosférica.	230 V.C.A con una potencia nominal de 7.5 KW.	15 -20 min. para alcanzar la temperatura de trabajo.	Valor estimado de ±50°C	Indefinido.	Son relativamente costosos, además de que son de importación
Horno de Reflexión.	1200°C	1cm ³	.30 m ancho .50 m largo .20 cm altura. Con un área de trabajo de ≈2.5m ²	Se trabajo con cápsulas al vacío con atmósfera inerte.	110 V.C.A con una potencia nominal de la lámpara de 650 Watts.	En 1 min. para alcanzar la temperatura de trabajo.	± 5°C	12 hrs.	Las piezas fueron maquiladas en el taller del Instituto.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Entre las principales conclusiones tenemos:

HORNOS DE INDUCCIÓN DE RADIOFRECUENCIA.

- ❖ Logramos poner en operación un horno de inducción de radiofrecuencia, para lo cual tuvimos que diseñar los sistemas de refrigeración, de alimentación y de tierras.
- ❖ Logramos modificar las condiciones de operación del horno de RF, mediante el cambio de la relación entre la corriente de placa y la corriente de reja (**gráfica 1**), para poder obtener una mejor eficiencia, esto para los rangos de potencia de 2.5 y 8 Mhz, con el fin de optimizar la relación carga-energía.
- ❖ Lo anterior también se puede llevar a cabo, cambiando el acoplamiento de la bobina de retroalimentación del circuito oscilador, con lo cual se logra modificar la posición axial de esta bobina con respecto de la bobina osciladora.
- ❖ También se puede mejorar las condiciones de trabajo, cambiando la resistencia de resonancia del circuito tanque y del circuito de acoplamiento. Lo cuál se logra escogiendo la "Q" más adecuada (distancia entre la bobina y la carga) puesto que $R_L = QZ$. Con esto se consigue una mayor potencia de salida, representada por:

$$P_{salida} = \frac{I_1^2 R_L}{2}$$

- ❖ Diseñamos varios 5 bobinas de carga con el propósito de encontrar la de máxima eficiencia, que para nuestro caso resulto ser la de un $\phi = 0.0508$ m y una $long = 0.045$ m.
- ❖ De las pruebas echas deducimos que a un menor diámetro y a menor número de vueltas de la bobina, le corresponde una mayor corriente de inducción.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

- ❖ Se trabajó hasta un 80% de la potencia de salida de trabajo de la fuente y logramos fundir diversos materiales, el que tenía mayor punto de fusión fue el zircón que es de 2500 °C.
- ❖ De los resultados obtenidos de las muestras, comprobamos que la relación entre la frecuencia y la profundidad de penetración son inversamente proporcionales, es decir para la bobina de 2.5-5 Mhz la rapidez de calentamiento es mayor que para la de 5-8 Mhz para una misma muestra, esto se comprobó para los distintos tamaños de las bobinas.
- ❖ Logramos caracterizar la frecuencia de trabajo mediante una bobina auxiliar, dado que no se contaba con un medidor de frecuencia.
- ❖ Conseguimos estimar el valor de temperatura de trabajo del horno por medio de un pirómetro óptico, el cual tiene un rango de incertidumbre de $\pm 50^{\circ}\text{C}$.
- ❖ Observamos los cambios en las temperaturas alcanzadas para los distintos tipos de bobinas diseñadas.
 - a) Donde obtuvimos, que para la bobina de menor diámetro y menor número de vueltas, se obtenía una mayor temperatura.
 - b) Mientras que con una bobina de mayor diámetro y mayor número de vueltas, se obtenía un menor calentamiento.Ambas pruebas haciéndose a la misma frecuencia.
- ❖ Como se discutió anteriormente (**sección 1.6**) el calentamiento óptimo entre la bobina de carga y el crisol depende entre otros factores, de dos factores geométricos importantes:
 1. La distancia entre el diámetro exterior del crisol y el diámetro interior de la bobina.
 2. Y la resistencia geometría del material dado por: $R_c = \rho (l/A)$.

- ❖ Además se debe considerar que el calentamiento máximo, esta limitado por el equilibrio entre la *energía cedida* al material por la fuente inductora, y la *energía perdida* por el material debida a conducción, convección y radiación. -
- ❖ La determinación precisa de la potencia proporcionada a la muestra a calentar es difícil de determinar, por que depende tanto de factores geométricos como de la naturaleza física de los materiales (el calentamiento es selectivo), por lo tanto las zonas por donde se conduce el calor son imprecisas, lo cual crea gradientes de temperatura para las zonas aledañas al área calentada, esto obliga a que necesariamente se tenga que a hacer una serie de pruebas preliminares para optimizar las condiciones de calentamiento.
- ❖ Por ultimo se comprobó experimentalmente que la eficiencia dada por las ecuaciones del **capítulo I**, depende principalmente de:
 - Un buen acoplamiento entre la bobina L_p y L_s (realimentación).
 - La reactancia del circuito tanque. (resistividad de la bobina).
 - La frecuencia aplicada a la muestra (profundidad de penetración).
- ❖ Entre las ventajas que tiene este sistema son: tiene un calentamiento selectivo, tiene una baja inercia térmica, por lo tanto el calentamiento de la pieza es rápido.

El proceso es de los más eficientes, convierte hasta un 80% de la energía de salida en calor, el proceso es limpio, no produce humo y ruido. Debido a los diferentes rangos de frecuencia que maneja se pueden hacer diferentes tratamientos, (templado, desecado, soldadura selectiva, aleaciones, etc).

La operación puede llevarse a cabo por intervalos de tiempo indefinidos.
- ❖ Entre sus desventajas esta que tiene una zona de calentamiento reducida **10cm³** y por lo tanto el tamaño de las muestras también lo es.

El costo de operación es alto, además de que las refacciones son de importación, el tratamiento de las muestras es en forma individual.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

No se cuenta con un sistema de medición directa para altas temperaturas, ni para la frecuencia.

- ❖ Para evitar fugas de radiación y calor se tiene que aislar por medio de una jaula de Faraday.

HORNOS REFLECTIVOS.

- ❖ Logramos poner en operación un horno reflectivo esférico, en el que usamos como fuente de calor una lámpara de halógeno de 650 Watts.
- ❖ Se diseñaron y construyeron los sistemas de montaje, de alimentación y el de refrigeración de los hornos reflectivos, **sección 2.1** y **sección 2.2**
- ❖ Se diseño, construyo y se monto un sistema de calibración de ajuste fino, para obtener el máximo enfoque y la imagen mas definida del filamento.
- ❖ Con la lámpara de 650 Watts a un voltaje de 110 VCA se logro obtener una temperatura máxima de ≈ 1200 °C.
- ❖ Se instrumento un sistema de captura y graficación de temperatura, el primero consta de un termopar tipo K de donde su señal es mandada a un amplificador de señales. Y la segunda consta de una tarjeta de adquisición de datos Das-16/16F y de un programa de computadora Testpoint/Optic., que despliega la información en forma de gráfica, lo que permite su fácil interpretación, **sección 2.3.**
- ❖ Entre las ventajas que tiene este sistema son: el material de que esta construido es muy ligero y tiene una alta reflectividad en el infrarrojo, tiene un calentamiento muy localizado, tiene una baja inercia térmica que le permite alcanzar altas temperaturas en un mínimo de tiempo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

El proceso es limpio, no produce humo, ruido, por su tamaño las piezas se manejan con facilidad, el costo de fabricación es bajo, además no necesita personal altamente calificado para su operación.

Las pérdidas de calor son mínimas, salvo el sistema de enfriamiento, no necesita sistemas especiales para operar.

- ❖ Entre sus desventajas esta que tiene una zona de calentamiento reducida **1cm³** y muy localizada, por lo tanto el tamaño de las muestras también lo es. La operación no es continua, además de que necesita un monitoreo constante.
- ❖ Para probar el horno se llevaron a cabo experimentos para la obtención de muestras cristalinas de los compuestos **GdMnGe₂O₇**, y **EuMnGe₂O₇**. Son nuevos compuestos cuaternarios que tiene un interés en el campo de investigación de la física de estado sólido, debido a sus propiedades ópticas, magnéticas y eléctricas.
- ❖ En uno de los experimentos realizados se logró obtener en una etapa **fundición-crecimiento**, el crecimiento de cristales del compuesto **GdMnGe₂O₇** del orden de 50µm.
- ❖ Las muestras obtenidas fueron caracterizadas químicamente mediante la técnica de patrón de difracción de rayos X, y estructuralmente por Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**) y Microscopía Electrónica de Barrido (**SEM**).
- ❖ Mediante Microscopía Electrónica de Barrido (**SEM**), se lograron obtener la morfología externa de los cristales, de los cuales se obtuvieron fotografías **sección 2.6**, que confirman la estructura ortorrómbica, con parámetros de red: $A = [4.62(2A^\circ)]$, $B = [8.5(4A^\circ)]$ y $C = [12.7(6A^\circ)]$
- ❖ Mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**), se obtuvo el patrón de difracción, **sección 2.6**, el cual nos da la estructura interna del cristal.

- ❖ Los resultados obtenidos fueron publicados en un artículo:

Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol.21,Nº2,2001,9-12.
Crystallographic study of quaternary phase in the Eu-MnGe-O system by TEM and SEM.

Juárez-Arellano E.A., Gamboa-Espinosa G.V., Lara J.A., Bucio.L. And Orozco E.

Y presentado también en:

VI Interamerican Congress On Electron Microscopy.

Realizado en Veracruz - México, Octubre 7-11,2001.

- ❖ Para el compuesto **EuMnGe₂O₇**, se hicieron pruebas por debajo del punto de calentamiento de reacción de estado sólido del componente **MnCl₂** (650 °C), con la finalidad de favorecer el crecimiento, habiéndose obtenido cristales del orden de 15µm.
- ❖ Las muestras obtenidas también fueron caracterizadas estructural y morfológicamente por las técnicas de Microscopía Electrónica de Transmisión (**TEM**) y de Microscopía Electrónica de Barrido (**SEM**), respectivamente.
- ❖ Uno de los problemas de crecer monocristales se debe en gran parte a que no se tiene el control preciso de los centros de nucleación, ya que lo que se desearía es tener pocos centros de nucleación que permitieran obtener grandes cristales, esto no es siempre posible dado que por lo general se favorece el crecimiento simultaneo de varios centros de nucleación, con la obtención de pequeños cristales, por lo cual tuvimos que llevar a cabo una serie de experimentos, con la finalidad de optimizar el tamaño de los cristales, entre los que se encuentran:
 - a) Utilizar un filamento de cuarzo como centro de Nucleación, de los experimentos previos se encontró que los cristales crecían preferentemente en las paredes del cuarzo, lo que nos llevó a introducir delgados filamentos de cuarzo, para favorecer la nucleación y el crecimiento.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- b) Tratamientos térmicos previos al crecimiento, como son la reacción de estado sólido y el método de flux, con los cuales se consiguió un aumento en el tamaño.
- ❖ Los resultados dependen tanto de la preparación de la muestra como del tiempo y la cantidad de calor suministrado.
 - ❖ En un futuro se emplearan nuevas técnicas para la preparación de muestras y su posterior tratamiento.
 - ❖ El comienzo de este trabajo sirvió como inicio del servicio social, el cual fue extendiéndose hasta continuar como tema de tesis, en un principio los resultados de los experimentos realizados sirvieron para la publicación de un artículo, continuándose con el empleo de nuevas técnicas para la preparación y tratamiento de las muestras en el horno reflectivo.

Con lo que respecta al horno de radiofrecuencia, se esta diseñando una cámara sellada donde se conseguirá una atmósfera inerte, con lo cual los tratamientos se harán sin contaminación.

Por falta de tiempo nuestro trabajo termina aquí, sin embargo para el último compuesto **SmMnGe₂O₇** se siguen analizando los resultados con el fin de poder publicar otro artículo.

En lo que respecta a mis conclusiones personales, esta tesis me sirvió para finalizar la formación académica de mi carrera, además de servir como plataforma para que en un futuro se pueda seguir con la investigación o emplearlo en el desarrollo laboral.

Por tal motivo, he quedado satisfecho, ya que he completado gran parte de mis expectativas propuestas al inicio de este trabajo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

V. GLOSARIO.

Autoinducción:

Es la inducción de tensión en un bucle conductor o en una bobina por la que pasa corriente mediante el cambio de la corriente propia.

Bobina inductora:

Bucle conductor que consta de varias espiras de alambre (en nuestro caso es un tubo de cobre de $\frac{1}{4}$ plg de ϕ), la cual se conecta en serie con una fuente de CA, la bobina origina campos magnéticos los cuales a su vez generan corrientes inducidas en el material colocado en su interior, estas corrientes provocan el calentamiento de la pieza metálica.

Centro focal:

Punto por el cuál pasan o parecen pasar (foco virtual) después de la reflexión o refracción en un espejo o vidrio los rayos cercanos y paralelos al él (rayos paraxiales).

Calentamiento por Conducción:

La transferencia de calor desde una parte de un medio a otro sin movimiento visible del medio, pasando la energía calorífica de molécula a molécula.

Calentamiento por Convección:

Los materiales fluidos (estado líquido o gaseoso) transportan el calor a través del movimiento de sus moléculas.

Calentamiento por Radiación:

Es el calentamiento producido por la emisión electromagnética en la región del infrarrojo.

Centro de Nucleación:

Es un conjunto de moléculas que por una fluctuación térmica se acomodan según la estructura del sólido en el seno del líquido, y que sirve como semilla para el "crecimiento" del cristal, las cuales pueden ser impurezas.

Corriente de Eddy:

Son corrientes parásitas conocidas también como *Corriente de Foucault*.

Corriente de Foucault:

Corriente parásita inducida en un cuerpo conductor mediante un campo alterno que no sigue una vía de corriente prevista.

Corriente de inducción:

Corriente eléctrica provocada por una tensión inducida.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Efecto Pelicular o Efecto Kelvin:

Al colocar la pieza dentro del campo magnético se produce una distribución de campo, las capas interiores tienen una *impedancia* mas elevada que las exteriores, por esto las corrientes inducidas son mayores en la superficie que en el interior (efecto pelicular).

Fuerza Electromotriz:

Símbolo E

Unidad: voltio (v)

Tensión eléctrica producida en una batería mediante procedimientos químicos o en un generador mediante procedimientos físicos sin tener en cuenta la pérdida de tensión en el generador mismo.

Flujo Magnético:

Símbolo ϕ

Unidad: weber (wb)

o voltio segundo (vs)

Número total de líneas de campo magnético que cruzan una determinada región del espacio aún tiempo dado.

Higroscópico:

Que tiene la facultad de absorber la humedad rápidamente, lo cual da como resultado un cambio de forma en ella.

Horno:

Es un dispositivo en el que se convierte la energía eléctrica o la energía química de un combustible en calor, el cual se utiliza para aumentar la temperatura de aquellos materiales, denominados carga, que se ponen en su interior.

Impedancia:

Símbolo: Z

Medida de la oposición de un circuito al paso de la corriente alterna. Es la resultante de la reactancia total X y la resistencia R: $Z^2 = R^2 + X^2$

Inducción Magnética:

Magnetización inducida a materiales magnéticos bien por saturación, por exposición de una bobina en un campo magnético o por medio de un imán.

Símbolo B

Unidad: tesla (t)

o voltio - segundo (v s)

metro cuadrado (m²)

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Inducción Mutua:

Una corriente variable crea un flujo magnético variable, que a su vez, es capaz de inducir otra corriente en una bobina situada en las proximidades. Entre estas dos bobinas colocadas juntas, o incluso con un núcleo común aparece una interacción, se dice entonces que están acopladas o que existe un acoplamiento entre ellas, la corriente inducida en una de ellas depende de la corriente que circula por la otra, y viceversa.

Inercia Térmica:

Es la resistencia de un cuerpo a perder calor que ha acumulado o recibido.

Ley de Faraday:

Expresa que la fuerza electromotriz inducida en un circuito cerrado, es igual a la derivada respecto del tiempo, con signo negativo del flujo de inducción magnética concatenado, y en un conductor que se desplaza en un campo magnético, se mide por el número de líneas de inducción unitarias cortadas en la unidad de tiempo:

$$f_{em} = V_E = - \frac{d\phi_B}{dt}$$

Ley de Joule:

Es la relación entre el efecto de calentamiento producida por la energía transferida por unidad de tiempo en un conductor dado, es proporcional al voltaje y a la corriente, también es proporcional al cuadrado de la corriente y a la resistencia, y se expresa en la siguiente relación: $P = I^2 R$ [watt = ampere * ohm].

Ley de Lenz:

Cuando varía el flujo magnético que atraviesa una bobina, esta reacciona de tal manera que se opone a la causa que produjo la variación, es decir, si el flujo aumenta, la bobina lo disminuirá, y si disminuye el flujo lo aumentará para lo cual se tendrán que generar corrientes.

Líneas de Campo Magnético:

Líneas cerradas que representan simbólicamente un campo magnético y cuya dirección señala la dirección de la fuerza magnética en cada punto del campo magnético.

Método de flux:

Este método consiste en lograr que dos compuestos de diferentes puntos de fusión puedan reaccionar en una temperatura entre ambas. Donde se lleve a cabo la reacción durante un largo tiempo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Profundidad de penetración:

En un conductor por donde pasa una corriente de alta frecuencia, esta tiende a concentrarse cerca de la superficie con el consecuente aumento en la resistencia.

Red:

Un arreglo ordenado de puntos que dividen el espacio en porciones del mismo tamaño y forma.

Reluctancia:

Símbolo R

Relación entre la fuerza magnetomotriz y el flujo magnético total en un circuito magnético (h m^{-1}). También se define como la resistencia de un circuito magnético

Secuencia de fases:

Es el orden en que el voltaje de cada fase alcanza su valor máximo y esta determinado por el sentido de rotación de los generadores. Se identifica mediante colores, letras o números. El desconocimiento de esta, puede traer un mal funcionamiento de instrumentos de medición y protección.

Sistema cristalino:

Ordenamiento de los átomos de un material en una *red* repetitiva.

Sistema de tierras:

Término usado para designar tanto la puesta a tierra del sistema eléctrico como la puesta a tierra del equipo.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

VI. BIBLIOGRAFÍA.

1. Manual de la tarjeta de adquisición OMEGA DAS-16/16F.
2. Instruction Manual for Induction Heating Generator T-7.5-3-MC-SW.
3. Hornos. J.D.Gilchrist.
Editorial Alhambra.
Primera Edición.
España 1969.
4. Hornos Industriales. W.Trinks, M.H.Mawhinney.
Bilbao: Urmo, 1971.
5. Refractarios. F.H.Norton.
Barcelona: Blume, 1972.
Editorial Norma.
6. Optics and optical intruments. B.K.Johnson.
New York: Dover, 1960.
7. Sistemas de instrumentación. Jesús Díaz Rodríguez.
Universidad de Alcalá de Henares. Escuela Universitaria Politécnica.
Departamento de Electrónica.
8. Hand book Chemistry and physics. Robert.C.Weast.
CRC Press.
57 Edición.
USA 1976.
9. Electrotermia industrial. Franz Lauster.
Bilbao: Urmo, 1972.
10. Electricidad y Magnetismo. A.Nmatveev.
Editorial Mir Moscú.
Impreso en la URSS. 1988.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

- 11 High-Frequency Induction. Curtis, F.W
Editorial McGraw-Hill.
Impreso en New York, 1950.
- 12 Induction Heating. P.G.Simpson.
Editorial MCGraw-Hill.
Impreso en New York, 1960.
13. Procesos de-Transferencia de Calor. Donald.Q.Kern.
Editorial CECSA.
Impresión 17.
México, 1984.
14. Crystal Grown: a tutorial approach. W.Bardsley, D.T.J.Hurle, J.B.Mullin.
North-Holland Publishing Company- 1979.
15. Calor y Termodinámica. Mark W. Zemansky, Richard H.Dittman
McGraw-Hill.
6 Edición.
México, 1984.
16. Física, partes I y II.David Halliday, Robert Resnick.
Editorial CECSA.
3 Impresión.
México, 1976.
17. Electrotecnia para Ingenieros I. Fundamentos. A.Fouillé.
Editorial Aguilar.
Tomo I, 1964.
18. Electrotecnia para Ingenieros III. Convertidores. A.Fouillé.
Editorial Aguilar.
Tomo I, 1964.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

19. Synthesis Cristal Growth and Characterization. Krishan Lal.
North-Holland Publishing Company.
New York.1982.
20. Crecimiento de Cristales Artificiales y Minerales. Dr. Héctor Riveros Rotgé.
Apuntes del curso.
Facultad de Ingeniería- Instituto de Física- Facultad de Ciencias- UNAM.
21. Electronic Circuits and Tubes. Harry E. Clifford and Alexander H. Wing.
McGraw-Hill.
New York, 1947.
22. High Frequency Heating Equipment Design. Wesley M. Roberts
July 1946.
23. Diseño y construcción de un oscilador de radiofrecuencia para calentamiento inductivo. Dorantes Sierra Jorge.
Tesis de Licenciatura
Instituto de Física UNAM.
24. Fuente de inducción electromagnética para realizar crecimiento de cristales de alto punto de fusión. Peniche Bojorgez Tomás.
Tesis de Licenciatura
Instituto de Física UNAM.
México 1962.
25. "Flujo Radiante de Calor en el Diseño de Hornos". Cabrera E. Camarillo y E. Riveros H. G.
Memorias, **III** Simposio de instrumentación UNAM 1984.