



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**DISEÑO, CONSTRUCCION E INSTRUMENTACION DE UN
DILATOMETRO PARA ESTUDIO DE PROPIEDADES TERMICAS
DE MATERIALES.**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO MECANICO ELECTRICISTA
P R E S E N T A :
CESAR AUGUSTO MARTINEZ MATIAS**

ASESOR: DR. ELIGIO ALBERTO OROZCO MENDOZA



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.



Instituto De Física UNAM

El trabajo de investigación asociado a la tesis de licenciatura cuyo título es **“DISEÑO, CONSTRUCCIÓN E INSTRUMENTACIÓN DE UN DILATÓMETRO PARA ESTUDIO DE PROPIEDADES TÉRMICAS DE MATERIALES”**, fue realizado por el pasante **CÉSAR AUGUSTO MARTÍNEZ MATÍAS** en los laboratorios del Instituto De Física De La UNAM, bajo la dirección del **Dr. Eligio A. Orozco Mendoza**.

AGRADECIMIENTOS

Un agradecimiento muy grande y sincero a todas las personas que con sus palabras de aliento y estímulo contribuyeron directamente a la realización de este trabajo, especialmente a mis padres, quienes con su esfuerzo y trabajo cotidiano lucharon para brindarme la oportunidad de terminar una carrera profesional, con el único afán de buscar mi bienestar.

A la Universidad Nacional Autónoma de México mi agradecimiento, por la enseñanza adquirida a lo largo de estos años, preparándome como un profesionista con responsabilidad social buscando tener un país más justo, más bello y más generoso. A la FES Cuautitlán por adoptarme como uno de sus integrantes y aumentar mis horizontes. Al Instituto de Física por las facilidades y la hospitalidad que recibí al utilizar sus instalaciones por el diferente personal que ahí labora.

También quiero agradecer al DR. Eligio A. Orozco Mendoza por brindarme parte de su tiempo y conocimiento en la asesoría de mi tesis, al DR. Lauro Bucio Galindo por el interés mostrado en mi trabajo. A ambos, por invitarme a participar en su proyecto, que resulto en un trabajo más completo. Al M. en C. Jaime Francisco García Robledo por sus atenciones, consejos y colaboración en todo momento.

Asimismo agradezco especialmente al Sr. Angel Osornio Basurto, su disposición para el trabajo, ya que fue parte fundamental en la realización de esta tesis. Sus consejos y enseñanzas fueron importantes para mí. A la Sra. Irma Orozco García por su ayuda, amistad y solidaridad mostrada en todo momento. También al Sr. Miguel Bustos por la ayuda técnica brindada a lo largo de este tiempo.

Agradezco de manera importante el apoyo otorgado por la DGAPA - UNAM que a través del proyecto PAPIIT IN-113199 me concedió una beca de tesis de licenciatura.

A todos mis amigos que han estado cerca de mí en todo momento, compartiendo otras satisfacciones y alegrías; ésta, es una muy trascendente para mí y estoy seguro, que ellos la disfrutaron tanto como yo.

A todos gracias.

ÍNDICE

Resumen

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes	5
2.2 Análisis Térmico	8
2.2.1 Análisis Térmico Diferencial (DTA)	10
2.2.2 Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC)	12
2.2.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)	14
2.2.4 Análisis Térmico Simultaneo	15
2.2.5 Análisis Termomecánico (TMA)	16
2.2.6 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)	18

CAPÍTULO 3. DISEÑO GENERAL

3.1 Diseño	20
------------	----

CAPÍTULO 4. CONSTRUCCIÓN Y ENSAMBLADO

4.1 Cámara de refrigeración	55
4.2 Horno	60
4.3 Tubo y varilla de cuarzo	63
4.4 Soporte del tubo y varilla de cuarzo	64
4.5 Soporte del brazo	67
4.6 Sujetador del sensor de desplazamiento (LVDT)	69
4.7 Mesa	71

**CAPÍTULO 5.
INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL**

5.1 Tarjeta	76
5.2 Programa	76
5.3 Sensor de desplazamiento (LVDT)	78
5.4 Sensores de temperatura	79
5.5 Controlador de temperatura	81

**CAPÍTULO 6.
CALIBRACIÓN**

6.1 Calibración del LVDT	82
6.2 Calibración de los sensores de temperatura	83
6.3 Calibración del Dilatómetro	84

**CAPÍTULO 7.
RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

7.1 Características de la muestra	85
7.2 Procedimiento	86
7.3 Pruebas y cálculos	86
7.3.1 Resultados en metales	88
7.3.2 Resultados en cristales	98
7.3.3 Resultados en huesos	103
7.3.4 Resultados en materiales inorgánicos de origen orgánico	109

**CAPÍTULO 8.
CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS**

8.1 Conclusiones	113
8.2 Sugerencias	114

BIBLIOGRAFÍA

Resumen

El presente trabajo de tesis tuvo como objetivo construir un prototipo de dilatómetro, a partir de elementos de desecho de otros dispositivos científicos. Un instrumento que fuera capaz de analizar y estudiar materiales poco convencionales y que junto a otras técnicas de análisis térmico, proporcionara información adicional e importante en la caracterización de dichos materiales.

En el capítulo 1, “Introducción”, se encuentran las características principales del dilatómetro, así como, una descripción breve de los elementos que lo componen, las especificaciones con las que cuenta y como funciona.

El capítulo 2, “Marco teórico”, trata de los antecedentes encontrados sobre dilatómetros construidos comercialmente. También, se describen las principales técnicas de análisis térmico existentes para la caracterización física y química de materiales.

“Diseño general”, es el nombre del capítulo 3, en donde se muestran los dibujos de cada uno de los elementos que constituyen el prototipo. Con estos dibujos se pretende dar un mejor entendimiento del dilatómetro, ya que los dibujos cuentan con especificaciones tales como nombre, material y dimensiones de las piezas.

En el capítulo 4, “Construcción y ensamblado”, se explican brevemente las operaciones en el taller que se realizaron al construir y ensamblar cada uno de los elementos. Así mismo, se presentan ilustraciones para facilitar su comprensión y finalmente una fotografía del dilatómetro completo.

El siguiente capítulo es “Instrumentación y control”, en donde se aborda lo referente al software y hardware necesarios para la adquisición de datos y despliegue de gráficos. También se hace una descripción de los sensores de temperatura y desplazamiento utilizados.

La “Calibración” es el capítulo 6, en donde se presentan los instrumentos y métodos que se utilizaron para calibrar los sensores de temperatura y desplazamiento.

En el capítulo 7, “Resultados y discusión” se habla de las características de la muestra, los cálculos necesarios y se muestra también, el comportamiento del dilatómetro respecto a materiales con coeficiente de expansión lineal térmico conocido en la literatura, así como pruebas a otros materiales no convencionales y comparando, en algunos casos, con otras técnicas de análisis térmico. Se hace un análisis de los resultados obtenidos, ayudados por gráficas y diagramas.

En el último capítulo, se presentan las conclusiones del trabajo y una serie de sugerencias para mejorar el diseño y las especificaciones del dilatómetro, con la finalidad de hacerlo más completo y de mejor alcance.

A lo largo de este trabajo, se presentan referencias, que pueden ser encontradas con detalle al final de este trabajo, en la bibliografía, con su número correspondiente.

CAPÍTULO 1.

INTRODUCCIÓN

El instrumento diseñado en este trabajo es un dilatómetro que cubre la norma E-228-95 ASTM¹. El dilatómetro es un instrumento sensible y versátil para medir cambios dimensionales como función de la temperatura en diversos materiales sólidos. Puede medir coeficientes de expansión lineal dentro de un intervalo de temperatura y ser utilizado para estudiar varios fenómenos tales como temperatura de transición, asociados a cambios de fase, e historial de tratamientos térmicos. Este instrumento es compacto y de fácil manejo, en el se emplea una varilla y un tubo de cuarzo para determinar el cambio en longitud de una muestra, como función de la temperatura.

La expansión lineal térmica y el coeficiente de expansión lineal térmico se calculan a partir de los datos obtenidos. Los coeficientes de expansión lineal se usan para propósitos de diseño, por ejemplo, para determinar tensiones térmicas que pueden ocurrir y causar falla de un artefacto sólido compuesto de materiales diferentes cuando esta sujeto a variación de temperatura. El método de prueba puede ser usado para investigación, desarrollo, aceptación de especificaciones, control y aseguramiento de calidad.

Para una medición precisa de la expansión lineal, es conveniente que el dilatómetro esté calibrado, usando para ello, materiales de referencia que tengan una expansión térmica reproducible conocida, y lo ideal es usar muestras patrón que cubran un rango de temperatura razonable.

En forma general el dispositivo consta de los siguientes elementos principales:

1. Soporte y varilla de cuarzo.

2. Horno, usado para calentar o enfriar la muestra (en nuestro caso, en un rango de temperatura ambiente hasta 1173 K [900°C]).

3. Sensor de desplazamiento (LVDT, *Linear Variable Differential Transformer*), un transformador diferencial o indicador de señal para medir las diferencias en longitud entre la muestra y el soporte.

4. Sistema de medición de temperatura, consiste de dos sensores o termopares de alambre delgado y calibrados del tipo K (cromel - alumel). Uno para control de temperatura del horno y el otro para medir la temperatura de la muestra.

Para un funcionamiento adecuado del dilatómetro son necesarios otros elementos que son los siguientes:

1. Controlador electrónico programable de temperatura.
2. Sistema de computo que almacena y procesa los datos obtenidos.
3. Amplificador de señal, donde se conecta uno de los termopares.

Funcionamiento del Dilatómetro

En el tubo de cuarzo, cerrado por uno de sus lados, se coloca la muestra que choca con la pared de dicho tubo y del otro lado con la varilla de cuarzo. Muy cerca de la muestra se encuentra colocado un sensor de temperatura (termopar de la muestra), esto se encuentra en la parte central del horno. En el otro extremo (afuera del horno) de la varilla de cuarzo se encuentra conectado el núcleo del sensor de desplazamiento (LVDT). Al variar la temperatura en el horno, se presenta en la muestra un cambio dimensional que produce un movimiento en la varilla de cuarzo (dilatación o contracción) que provoca una señal de

salida en el LVDT. Tanto la señal del sensor de desplazamiento y el termopar de la muestra se registran en un programa de la computadora, especialmente diseñado para este propósito, el cual almacena y gráfica los datos en tiempo real.

Un diagrama general del dilatómetro se muestra en la figura 1.1.

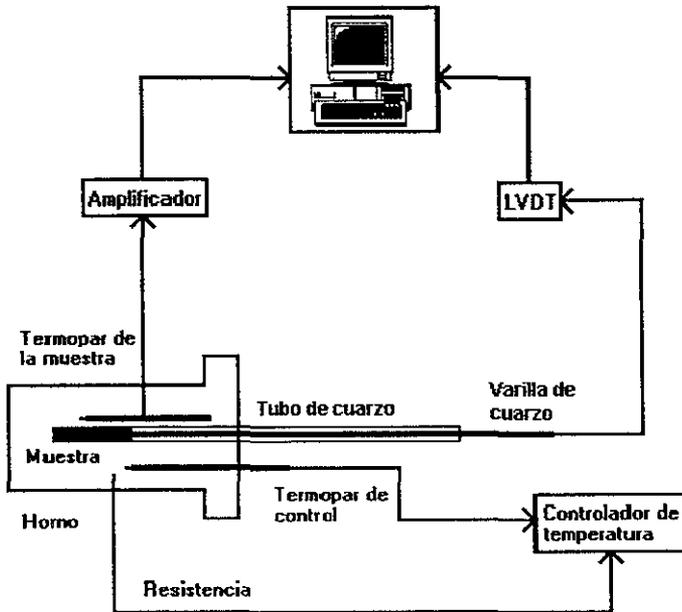


Figura 1.1 Diagrama general de los elementos del Dilatómetro

El dilatómetro cuenta con las especificaciones que se proporcionan en la tabla 1.1.

Tabla 1.1 Especificaciones generales del dilatómetro

Tipo	Vertical
Rango de temperatura	T. ambiente a 1173 K (900 °C)
LVDT	Schaevitz modelo DC-D 050
Sensibilidad	0.001 mm = 8.175 mv
Linealidad	0.21%
Horno	Eléctrico (en cámara refrigerada)
Tamaño de muestra (típico) Se pueden usar muestras de menor tamaño	Longitud = 25 mm Diámetro = 3.17 mm
Termopar de la muestra	Cromel - Alumel
Atmósfera	Aire (se puede usar atmósfera inerte haciendo un vacío previo)

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Los métodos termoanáliticos son de gran importancia en la industria química. Ya que es necesario saber el comportamiento de la expansión y los cambios dimensionales repentinos causados por transiciones o reacciones químicas durante variaciones térmicas.

La práctica de dilatometría ha existido por muchos años. El desarrollo de los dilatómetros ha estado caracterizado por el crecimiento en la importancia del laboratorio de control. La producción a gran escala de alto riesgo para el capital y la intensiva especialización de productos ha llevado a la necesidad de instrumentos más especializados. Los modernos dilatómetros poseen:

- Señal de salida electrónica para archivar las gráficas de curvas analógicas, o para la conexión de computadoras.
- Sistemas de medición diferencial, con o sin una muestra de referencia, con amplificadores del cambio en longitud.
- Una amplia variedad de dispositivos de temperatura programable para la aproximación óptima de procesos de tratamiento térmico industriales.

Para facilitar la interpretación de la expansión y contracción térmica (dilatación) de un material, los dilatómetros modernos tienen la capacidad de producir la derivada en el cambio en longitud (razón de cambio en longitud en cualquier momento). Recientes dilatómetros desarrollados pueden medir cambios en un rango de temperatura que va de 4 a 2000K. Para dar los valores, se tienen que realizar las pruebas en dilatómetros electrónicos con varios aparatos.

En la actualidad existen compañías que desarrollan y producen equipos de análisis térmico. Para pruebas de expansión y contracción es posible encontrar diferentes modelos, a continuación se muestran algunos ejemplos de dilatómetros comerciales.

1.- El DIL 402 PC (figura 2.1) es un nuevo dilatómetro que ha sido desarrollado por NETZSCH. Esta equipado con los más recientes diseños electrónicos y sistemas de adquisición de datos. Es disponible en rangos de temperatura ambiente a 1473K (1200°C) o 1673K (1400°C). Esta diseñado como el instrumento apropiado para la investigación, desarrollo y control de calidad de las cerámicas y vidrio industrial. Cuenta con un software el cual es directamente adaptado a las necesidades del usuario, combina facilidad de operación y un análisis completo de datos experimentales.

2.- El dilatómetro NETZSCH 402 C (figura 2.2) puede ser equipado con diferentes materiales de referencia y hornos para satisfacer casi todos los requerimientos del sistema. Su rango de temperatura es de 93K (-180°C) a 2273K (2000°C). Es posible analizar muestras en atmósfera inerte y en vacío, con un alto grado de precisión. El DIL 402 C combina muchos años de experiencia con la última tecnología, un moderno y eficiente diseño con facilidad de operación. Es utilizado para la determinación de expansión térmica, transformaciones de fase, temperaturas de descomposición, transiciones vítreas, puntos de ablandamiento y cambios de densidad.

3.- Otro modelo reciente desarrollado por NETZSCH es el DIL 402 E, tiene un rango de temperatura de 13K (-260°C) a 3073K (2800°C), cuenta con un sistema de muestra sencillo y doble, así mismo es posible trabajar con atmósfera inerte o de vacío. Este modelo se muestra en la figura 2.3.

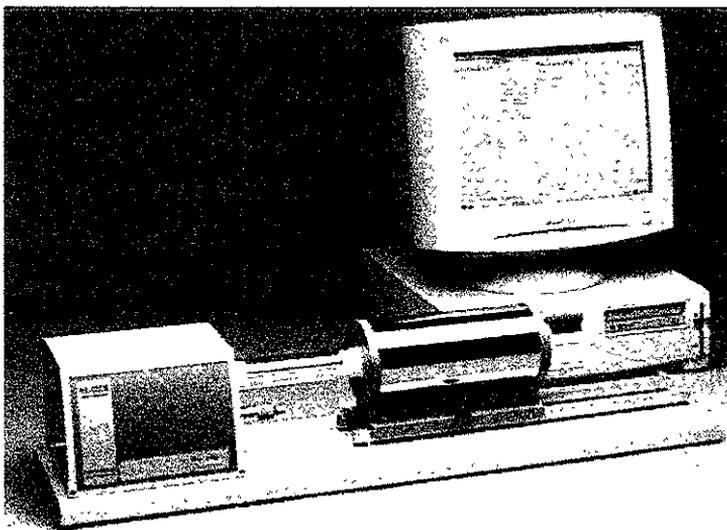


Figura 2.1 DIL 402 PC

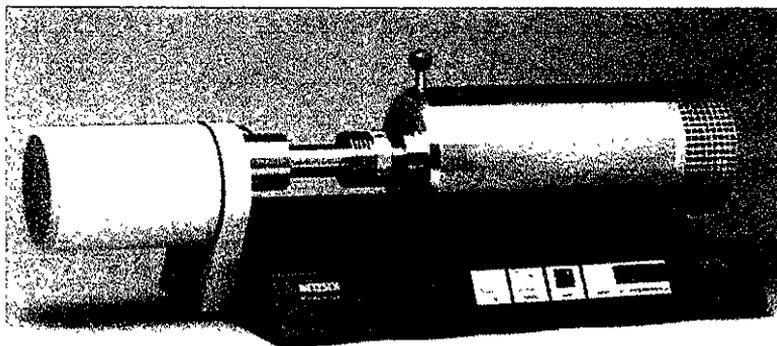


Figura 2.2 DIL 402 C

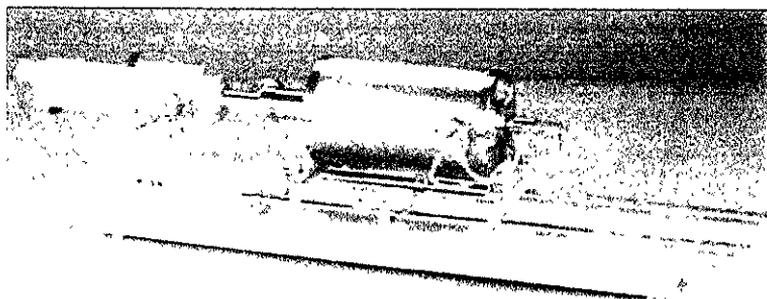


Figura 2.3 DIL 402 E

2.2 Análisis Térmico

El análisis térmico² incluye un grupo de técnicas en las cuales se miden propiedades físicas y químicas de una sustancia o una mezcla de sustancias que son determinadas como una función de la temperatura. En este tipo de estudios la muestra esta sujeta a un programa de temperatura controlada, el programa puede incluir calentamiento o enfriamiento (dinámico), o mantener la temperatura constante (isotérmico), o una combinación de ambas.

La producción de materiales nuevos de alta tecnología y la necesidad que resulta respecto a una caracterización más precisa de estos materiales, ha incrementado la demanda de las técnicas de análisis térmico. Las áreas actuales de aplicación incluyen mediciones ambientales, análisis de composición, certificación de composición de productos, determinación de la estabilidad de productos, estudios de las reacciones químicas y propiedades dinámicas. El análisis térmico se ha usado para determinar las propiedades físicas y químicas de polímeros, placas de circuitos electrónicos, materiales geológicos y carbón mineral. Un instrumento de análisis térmico moderno, integrado, puede medir temperaturas de transición, cambios dimensionales, cambios modulares y propiedades viscoelásticas.

El análisis térmico es útil tanto en análisis cuantitativo como cualitativo. Las muestras se pueden identificar y caracterizar mediante investigaciones cualitativas de su comportamiento térmico. A partir del análisis de datos térmicos es posible obtener información respecto a la composición y estructura de las diferentes fases de una muestra dada. Es posible obtener también resultados cuantitativos a partir de los cambios en peso y de entalpía que tienen lugar a medida que la muestra se calienta. Las temperaturas de los cambios de fase y a la cual se presentan reacciones químicas, que se asocian con la liberación de calor sirven para determinar la pureza de los materiales.

El uso de microprocesadores ha incrementado y simplificado las técnicas de análisis térmico. La muestra se calienta a una velocidad programada en un ambiente controlado dentro del horno. Los cambios en propiedades específicas de una muestra se monitorean mediante transductores especiales, los que generan señales de voltaje. Posteriormente la señal amplificada, digitaliza y almacena en un disco magnético junto con las correspondientes respuestas directas de temperatura de la muestra. Los datos también se pueden exponer o gráficar en tiempo real. La microcomputadora se usa para procesar los datos con programas a manera de bibliotecas de aplicaciones diseñados para las técnicas de análisis térmico. Las capacidades múltiples de algunos sistemas de computadoras permiten que una computadora única opere varios analizadores térmicos simultánea e independientemente.

Una de las principales ventajas del uso de sistemas de microcomputación en análisis térmico, es que el operador rara vez necesita repetir un análisis debido a una incorrecta elección de la sensibilidad de la escala de ordenadas. Una vez reunidos todos los datos, el programa computacional hace esta reordenación de la escala. En algunos sistemas es posible reordenar automáticamente ambas escalas una vez que se obtienen los datos del último punto. Cuando se considera la cantidad de tiempo necesaria para la obtención de datos térmicos, la ventaja es evidente. Por ejemplo, la realización de una corrida calorimétrica de barrido diferencial (DSC) a 10° C/min, desde la temperatura ambiente hasta 1100° C, requiere de 100 min y, por lo tanto, la repetición de la corrida de la muestra tardaría más de dos horas, considerando el tiempo requerido para enfriar la muestra y volver a colocarla.

Métodos de análisis térmico

1. - Análisis Térmico Diferencial (DTA)
2. - Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC)

3. - Análisis Termogravimétrico (TGA)
4. - Análisis Térmico Simultáneo
5. - Análisis Termomecánico (TMA)
6. - Dilatometría (DIL)
7. - Análisis Mecánico Dinámico (DMA)

2.2.1 Análisis Térmico Diferencial (DTA)²

En el análisis térmico diferencial (DTA, de differential thermal analysis), la diferencia en temperatura entre la muestra y el material de referencia térmicamente inerte se mide como función de la temperatura (generalmente la temperatura de la muestra). Cualquier transición que experimente la muestra da como resultado una liberación o absorción de energía por la muestra con la correspondiente desviación de su temperatura en relación con la de referencia. Una gráfica de la diferencia de temperatura, ΔT , en función de la temperatura programada, T , indica la(s) temperatura(s) de transición y si la transición es exotérmica o endotérmica. El DTA y el análisis Termogravimétrico (medición del cambio de peso en función de la temperatura), se realizan a menudo simultáneamente sobre la misma muestra.

Aplicaciones: identificación de temperaturas características, transiciones vítreas, comportamiento y temperatura de cristalización y fundición, pureza, compatibilidad, polimorfismo, índice sólido-líquido, capacidad de calor específico, comportamiento de reacción, reacción cinética, estabilidad de oxidación y estabilidad térmica.

En DTA, el horno contiene un bloque con compartimentos idénticos y localizados simétricamente. La muestra se coloca en un compartimento y en el otro, un material de referencia; se inserta un termopar en el centro del material en cada compartimento. A continuación se calienta el horno y los bloques de la muestra mediante un elemento

calorífico controlado por el microprocesador. La diferencia de temperatura entre los termopares de la muestra y la referencia (S,R), conectados opuestamente entre si se mide de modo continuo. Después de la amplificación (aproximadamente 1000 veces) mediante un amplificador de CD de ganancia alta y de bajo ruido para señales de milivolts, la diferencia en señal se registra en el eje y. La temperatura del horno se mide mediante un termopar independiente y se registra en el eje x. Debido a que el termopar se pone en contacto directo con la muestra, el DTA proporciona la exactitud termométrica más alta de todos los métodos térmicos. El DTA puede usarse en el intervalo de temperatura comprendido desde -190 hasta 1600°C. Los tamaños de las muestras son similares a los usados en la DSC.

En general, cada sustancia da una curva de DSC o de DTA en la que el número, forma y posición de varias de las características endotérmicas y exotérmicas, sirven como medida para identificar cualitativamente una sustancia. Cuando ocurre un cambio endotérmico la temperatura de la muestra se rezaga con respecto a la temperatura de la referencia debido al calor en la muestra. El punto de inicio del cambio de fase o de la reacción química es el punto en que la curva comienza a desviarse respecto de la línea base. Cuando la transición es completa, la difusión térmica permite un regreso rápido de la muestra al equilibrio. La temperatura del pico (o del mínimo) indica la temperatura a la cual la reacción se realiza cuantitativamente. Cuando el rompimiento no es brusco, se obtiene un punto reproducible trazando una línea tangente a la línea base, y otra tangente a la pendiente inicial de la curva.

La determinación de la significación de las curvas de termoanálisis no es siempre una tarea evidente. Una colección de referencias de las curvas de interés específico para un laboratorio, es de suma importancia. Los sistemas de cómputo ofrecen la posibilidad de almacenar y una rápida localización de los datos. Los datos de termoanálisis sobre

productos comerciales o puntos de transición para sustancias puras reportadas en la literatura, son de poco valor para la comparación de un perfil térmico barrido dinámicamente. El uso de técnicas complementarias es de gran valor. La correlación de productos gaseosos desprendidos térmicamente, con las transiciones observadas mediante Calorimetría de Barrido Diferencial o Análisis Térmico Diferencial usando el análisis o la detección del gas desprendido, frecuentemente ayuda a la elucidación del mecanismo de descomposición. La realización de descomposiciones térmicas en atmósferas inertes, oxidantes o especiales, pueden proporcionar con frecuencia información importante a partir de los cambios en las curvas.

2.2.2 Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC)²

La Calorimetría de barrido diferencial (DSC) se ha convertido en la técnica de análisis térmico más usada; mide flujos de calor y temperatura asociados con las transiciones iso y endotérmica. En esta técnica la muestra y los materiales de referencia están sujetos a un cambio de temperatura programado con precisión. Cuando ocurre una transición térmica (un cambio físico o químico que da lugar a una emisión o absorción de calor) en la muestra, se adiciona energía térmica bien sea a la muestra o a la referencia con objeto de mantener ambas a la misma temperatura. Debido a que la energía transferida es exactamente equivalente en magnitud a la energía absorbida o producida en la transición, el balance de energía proporciona una medición calorimétrica directa de la energía de transición. Puesto que el DSC puede medir directamente tanto la temperatura y la entalpía de una transición o el calor de una reacción, frecuentemente se sustituye por el análisis térmico diferencial como un medio para determinar estas cantidades excepto en ciertas aplicaciones a altas temperaturas.

Una celda típica de DSC usa un disco (Cu-Ni) constantan como el medidor primario para transferir calor a las posiciones de la muestra y la referencia, y también como un elemento

de la unión termoelectrica sensora de la temperatura. La muestra y una referencia se colocan en moldes diferentes que se asientan en plataformas elevadas sobre el disco. A través de éste se transfiere calor a la muestra y a la referencia. El flujo diferencial de calor hacia la muestra y la referencia se monitorean mediante termopares de cromel-constantan formados por la unión del disco de constantan y el recubrimiento fino cromel, al lado inferior de cada plataforma. Los alambres de cromel y alumel que se encuentran conectados al lado inferior de la recubierta fina (wafer) forman un termopar cromel-alumel, que sirve para monitorear la temperatura de la muestra. Una sensibilidad calorimétrica constante se establece mediante un programa de cómputo que mantiene lineal el coeficiente de calibración de la celda. La DSC proporciona una exactitud calorimétrica máxima desde -170 hasta 750 °C. Los tamaños de muestra varían entre 0.1 y 100 mg.

Para que las determinaciones sean precisas se requiere una ampliación del termograma, a fin de que la medición del área sea exacta, y una explosión con base en el tiempo en vez de un termograma basado en la temperatura. También, las mediciones cuantitativas precisas de la capacidad térmica se realizan comúnmente ajustando la sensibilidad a valores altos. Los datos almacenados en discos se registran a la máxima sensibilidad. Los termogramas pueden volverse a graficar sobre un intervalo de temperatura y en escala seleccionada por el operador. Es posible la expansión de temperatura a $0.2^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. Cuando este hecho se combina con una sensibilidad calorimétrica hasta $0.01 \text{ mW}/\text{cm}$, se pueden graficar los eventos térmicos que producen muy pequeñas cantidades de calor. Para una máxima exactitud se obtiene una línea base y se resta del termograma de la muestra para determinar la capacidad térmica (o calorífica). Los calores de transición se calculan a partir de los datos almacenados mediante los programas de aplicación de la microcomputadora.

2.2.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)³

La Termogravimetría (TG) o análisis termogravimétrico (TGA, de thermogravimetric analysis) es la segunda técnica más usada comúnmente; proporciona una medición cuantitativa de cualquier cambio de peso asociado a transiciones térmicamente inducidas. Por ejemplo, la TG puede registrar directamente la pérdida en peso como una función de la temperatura o del tiempo (cuando se opera en condiciones isotérmicas) para las transiciones que involucran una deshidratación o descomposición.

Las curvas termogravimétricas son características de un compuesto o material dado debido a la secuencia única de las transiciones físicas y las reacciones químicas que ocurren sobre intervalos definidos de temperatura. Las velocidades de estos procesos térmicamente inducidos son frecuentemente una función de la estructura molecular. Los cambios de peso resultan de la formación y del rompimiento de los enlaces físicos y químicos a temperaturas elevadas. Estos procesos pueden dar lugar a la formación de productos volátiles o productos de reacción que conllevan a un cambio del peso de la muestra. Los datos obtenidos por TG son útiles en la caracterización de materiales al igual que en la investigación de la termodinámica y la cinética de las reacciones y transiciones que resultan de la aplicación de calor a estos materiales. El intervalo de temperatura usual para la TG es desde temperatura ambiente hasta 1200°C, tanto en atmósfera inerte como reactiva.

Sus principales usos incluyen la medición de la estabilidad térmica del material y su composición. Los instrumentos de TGA son generalmente usados en todas las fases de investigación, control de calidad y operaciones de producción.

En TG el peso de la muestra se registra continuamente a medida que se incrementa la temperatura. Las muestras se colocan en un crisol o platillo poco profundo que se

introduce en un horno sobre un soporte de cuarzo unido a una balanza de registro automático. El brazo de cuarzo horizontal se mantiene en la posición de cero mediante la corriente que circula a través de la bocina del transductor de una balanza electromagnética. Un par de diodos fotosensibles actúan como sensor de posición para determinar el movimiento del brazo. Cualquier cambio de peso de la muestra causa una desviación del soporte, la cual es percibida por uno de los fotodiodos. El brazo regresa a la posición nula original por medio de una corriente de retroalimentación enviada de los fotodiodos a la bobina de la balanza. La corriente es proporcional al cambio de peso de la muestra.

Son típicas las velocidades de calentamiento lineales desde 5 hasta 10°C/min. Los tamaños de muestras varían desde 1 hasta 300 mg.

La TG ha sido usada en el análisis cinético de la estabilidad de polímeros, análisis de la composición de materiales multicomponentes, análisis atmosféricos y estudios de corrosión, determinación de humedad y volátiles, y en pruebas aceleradas de envejecimiento.

2.2.4 Análisis Térmico Simultáneo²

Esta técnica combina la termogravimetría con el análisis térmico diferencial o la Calorimetría de Barrido Diferencial en una corrida.

- Es posible considerar la masa real de la muestra en una temperatura dada en determinación de su C_p .
- No existe diferencia entre las señales medidas del TGA y DTA/DSC.

2.2.5 Análisis Termomecánico (TMA)

Dilatometría (DIL)⁶

El Análisis Termomecánico (TMA, de termomechanical analysis) proporciona medición de penetración, dilatación y contracción de los materiales como una función de la temperatura. Se pueden presentar los siguientes casos:

- Insignificante carga mecánica de dilatación.
- Carga constante (estática) de análisis Termomecánico.
- Fuerzas oscilantes, análisis dinámico y mecánico.

Un aparato típico es una sonda conectada mecánicamente al núcleo de un transformador diferencial lineal variable (LVDT, de linear variable differential transformer). El núcleo se acopla a la muestra mediante una sonda de cuarzo que contiene un termopar para medir la temperatura de la muestra. Cualquier movimiento de ésta se traduce en un movimiento del núcleo del transformador y en una señal de salida que es proporcional al desplazamiento de la sonda, cuyo signo indica dirección del movimiento. La variación de temperatura comprende desde la del nitrógeno líquido (-196°C) hasta 850°C .²

En los modos de penetración y dilatación, la muestra descansa sobre un portamuestras de cuarzo en el interior del horno. En ausencia de carga, se observa una dilatación o expansión por la temperatura. El coeficiente térmico de dilatación lineal se calcula directamente a partir de la pendiente de la curva resultante. Una bandeja de pesar unida a la parte superior de la sonda permite que una fuerza predeterminada se aplique a la muestra para estudiar las variaciones en presencia de carga. Las sondas con punta de diámetro pequeño y bandeja de pesar cargada se usan cuando lo que interesa es la detención sensible de temperaturas de ablandamiento, temperatura de distorsión por calor y transiciones vítreas. Cuando los objetivos de investigación son los coeficientes de dilatación y los cambios dimensionales debido al relajamiento o alivio de esfuerzo (o

tensiones) se usan puntas de diámetros más grande y ausencia de carga. Los tamaños de las muestras pueden variar desde un recubrimiento de 2.5 micrómetros hasta un cuerpo macizo con un espesor de 1.3 cm. Se observa sensibilidades hasta de unos cuantos micrómetros (o micras).

Para la medición de muestras bajo tensión, el portamuestras y la sonda se reemplazan por un sistema que permite sostener la muestra mediante ganchos estacionarios y móviles hechos de cuarzo. Esto permite realizar mediciones de alargamiento en películas y fibras. Se hacen perforaciones separadas 0.6 cm aproximadamente entre sí en piezas moldeadas por inyección o en películas fundidas en solución o por extrusión; para esta prueba también se puede usar una fibra fundida en un bucle. La sonda a base de dos ganchos está diseñada para asir fuertemente un par de esferas de aluminio que se fijan a cada extremo de una muestra de fibra. Las mediciones realizadas con estas sondas se relacionan con el módulo elástico de tensión de la muestra.

Las características de dilatación de volumen de las muestras se mide colocando la muestra en un cilindro de cuarzo al que se ajusta una sonda de cuarzo plana en una disposición de tipo cilindro-pistón. Los cambios de volumen de la muestra se traducen en un movimiento lineal del pistón.

Los dilatómetros son utilizados para medir la expansión o contracción de sólidos en diferentes temperaturas. Nuevas aplicaciones incluyen la determinación del proceso de sinterización de cerámicas y metales.

El cambio en temperatura se logra a través de ciclos programados. Hay dilatómetros horizontales y verticales.

El dilatómetro básico consiste de un marco que soporta el sensor de expansión, la muestra, y la lamina movable para el horno. Hay muchas mas opciones para adaptar el dilatómetro a la aplicación del material. Hay también varios hornos disponibles para temperaturas desde -260°C hasta $+2300^{\circ}\text{C}$.

Recientemente, los dilatómetros se han usado para control de calidad en materiales o en producción. Ejemplos interesantes incluyen la manufactura de convertidores catalíticos y escudos de calor para la industria aeroespacial.

2.2.6 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)⁴

Este es un método termoanalítico mediante el cual el comportamiento mecánico de una muestra sujeta a un programa de temperatura específico, es investigado bajo el efecto de una carga, la cual cambia con el tiempo.

Es la determinación del almacenamiento y pérdida de rigidez y el factor de amortiguamiento de una muestra, como una función de temperatura, tiempo y frecuencia de una carga oscilante aplicada.

El Análisis Mecánico Dinámico es la técnica térmica analítica más sensible para detectar transiciones asociadas al movimiento en las cadenas de los polímeros. La técnica comprende la medición de la frecuencia de resonancia y la amortiguación mecánica de un material obligado a flexionarse a una amplitud seleccionada. La amortiguación mecánica es la cantidad de energía disipada por la muestra mientras oscila, tanto que la frecuencia resonancial define el módulo elástico (o de Young) o rigidez. El módulo de pérdida y la razón entre el módulo de pérdida y el módulo elástico se calcula a partir de la frecuencia o los datos de amortiguamiento. En general, los módulos y la frecuencia, al igual que la amortiguación, cambian más notablemente que la capacidad o la expansión térmica

durante las transiciones secundarias. Por ejemplo, el análisis mecánico dinámico es útil en la determinación de la eficacia de agentes reforzantes y de rellenos usados en resinas termoestables. Tanto la DMA como la TMA sirven para determinar las propiedades físicas importantes en la producción de tableros multicapas para circuitos impresos.

CAPÍTULO 3.

DISEÑO GENERAL

3.1 Diseño

Es importante mencionar que el presente diseño es un prototipo que tiene la finalidad de comprobar su funcionamiento y como conclusión, formular sugerencias de como se puede mejorar tanto el diseño mismo, con adaptaciones y una mejor selección de materiales de construcción y ensamblado, con la finalidad de ampliar sus alcances.

Para este proyecto se recurrió a adaptar elementos de otros dispositivos científicos para aprovechar sus características estructurales y de medición micrométrica del desplazamiento, esto permitió la manipulación y montaje de nuestros elementos, facilitando su manufactura y economizando material y tiempo. Tal es el caso de una base sólida que formaba parte de un espectrofotómetro y un brazo movable, capaz de sujetar un ocular de un microscopio. De la base se aprovechó una estructura elevada o torre que tiene una placa capaz de soportar al horno de forma segura. Se hicieron pequeños ajustes y arreglos.

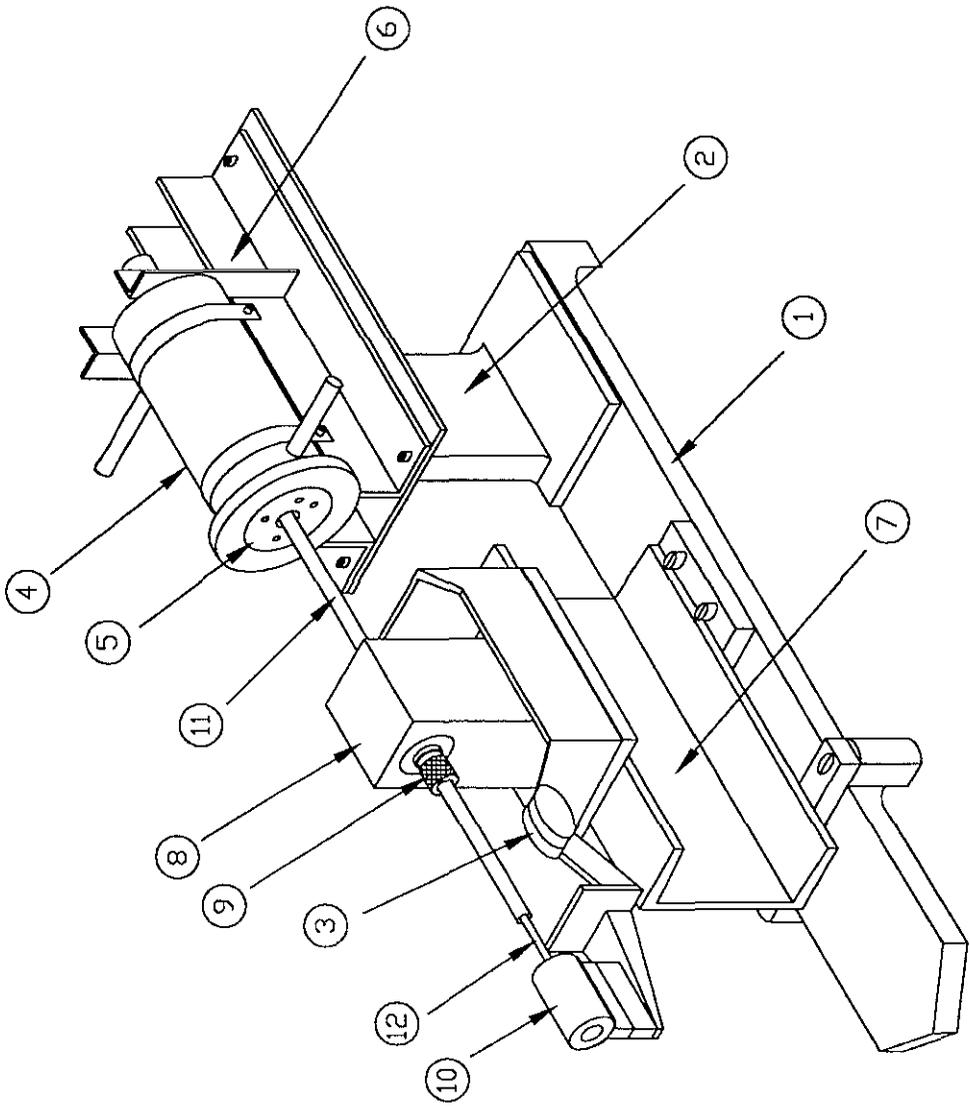
Para ensamblar y conjuntar todos los elementos anteriores fue necesario diseñar y manufacturar otras piezas específicas para cada uno de ellos, haciendo las modificaciones que fueran necesarias.

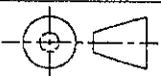
En forma general el diseño considera los elementos principales siguientes:

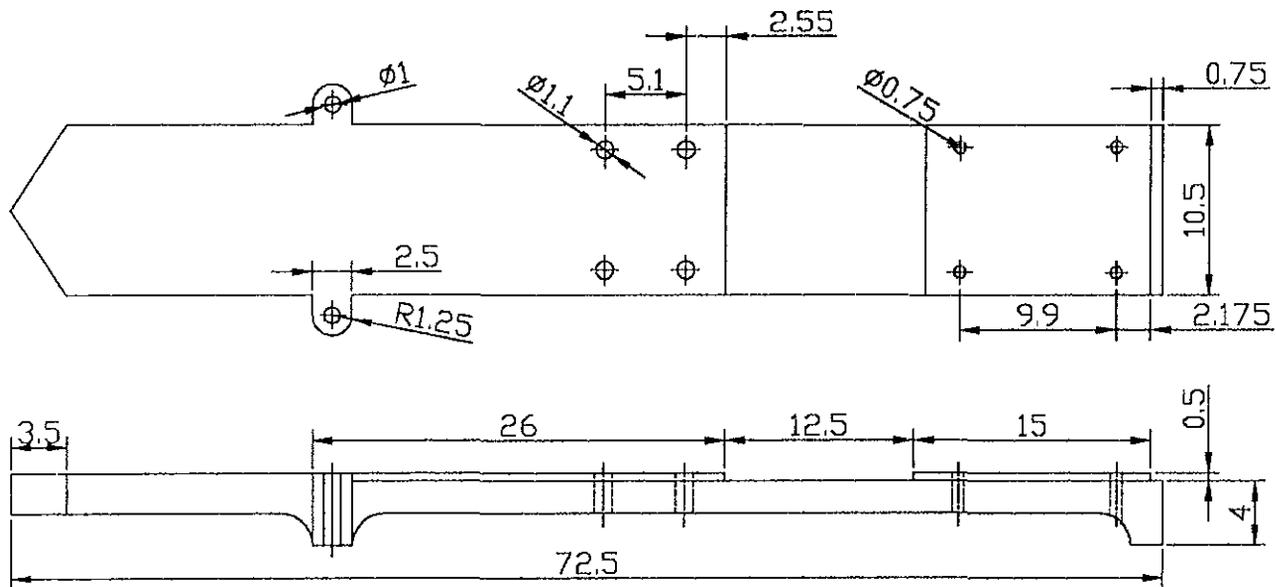
1. Base principal
2. Torre
3. Brazo
4. Cámara de refrigeración
5. Horno

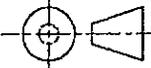
- a) soporte de la resistencia
 - b) tapas y
 - c) espárragos
6. Base y soporte de la cámara de refrigeración
- a) placa
 - b) rieles
 - c) perfiles
7. Base y soporte del brazo
- a) placa de acero
 - b) viga y base
8. Bloque
9. Soporte del tubo de cuarzo
- a) sujetador del tubo
 - b) tapa del sujetador
10. Sujetador del LVDT
- a) cilindro
 - b) adaptador del núcleo del LVDT
11. Tubo de cuarzo
12. Varilla de cuarzo
13. Mesa (no mostrada en el dibujo 3.1)
- a) estructura
 - b) patas de nivel

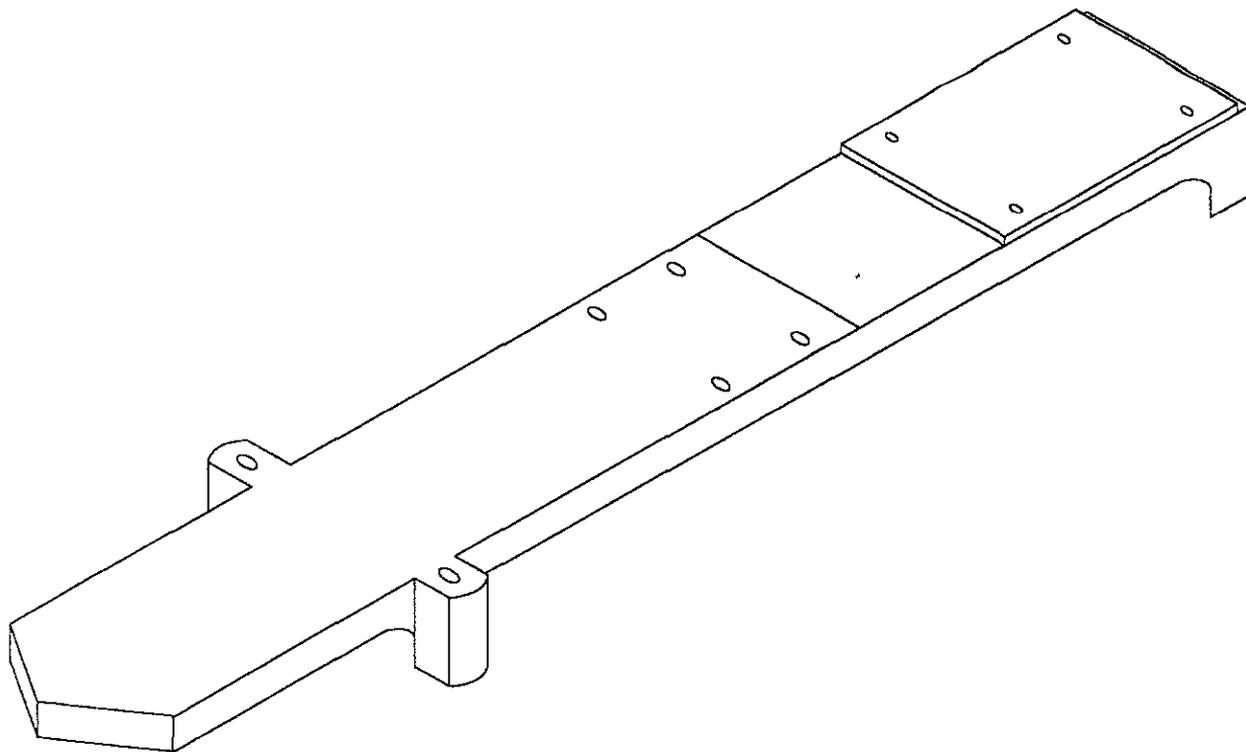
El diseño general se muestra en el siguiente dibujo (3.1). Todos los diseños fueron realizados con ayuda del programa autocad Versión 14. Cada uno de sus elementos, así como los dibujos del taller se muestran en los siguientes dibujos de este capítulo.

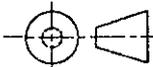


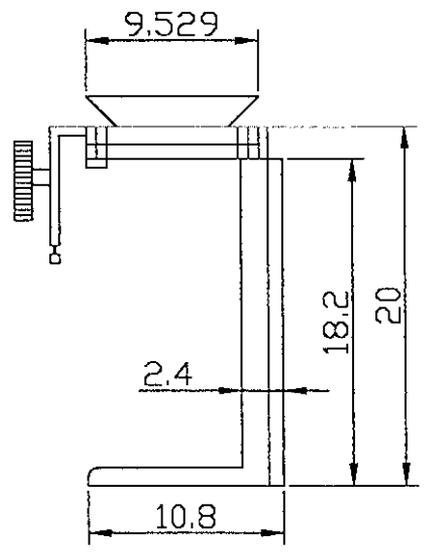
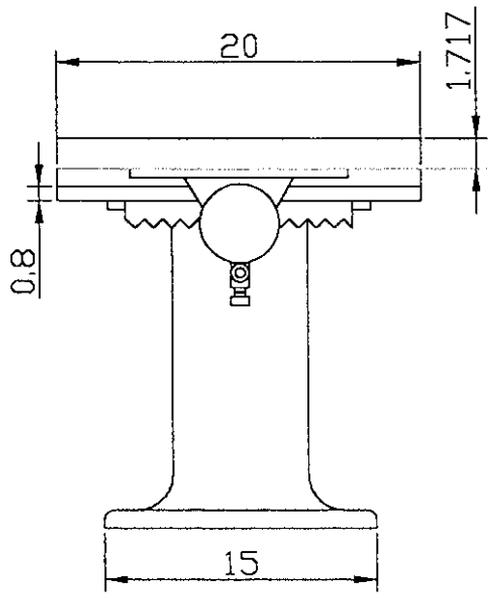
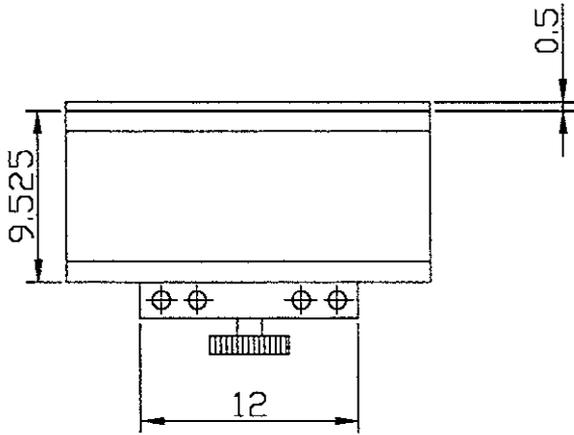
ESC: 5:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB:C.A.M.M
Acot:cm			REV :E.A.D.M
	DILATOMETRO		No. 3.1

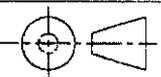


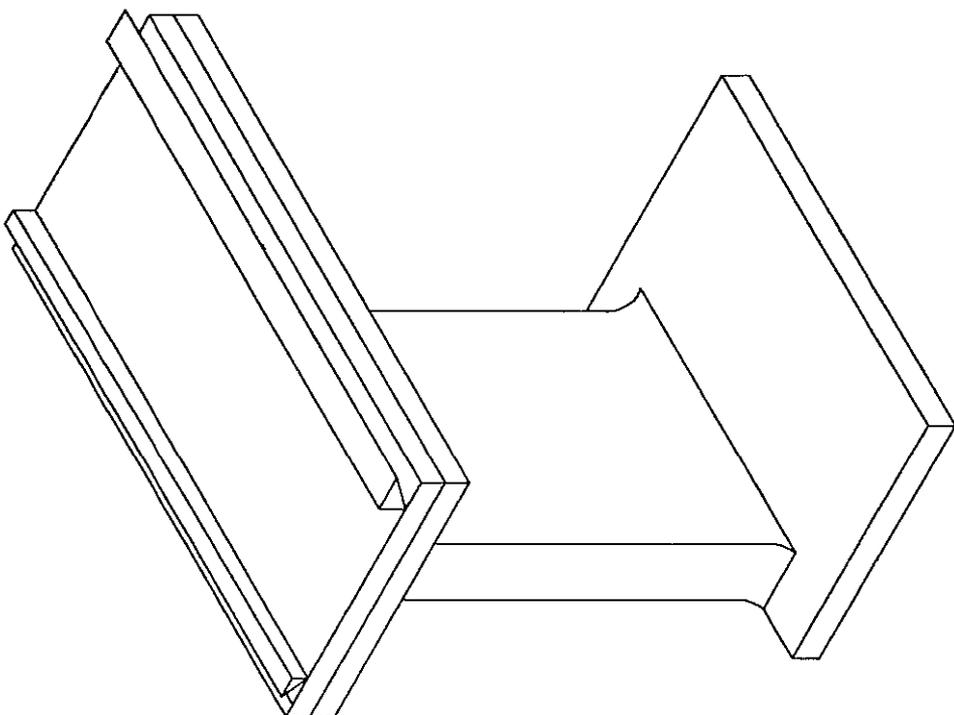
ESC: 37:10	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acotim	BASE PRINCIPAL		REV :E.A.D.M
	MAT: ACERO		No. 3.2

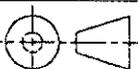


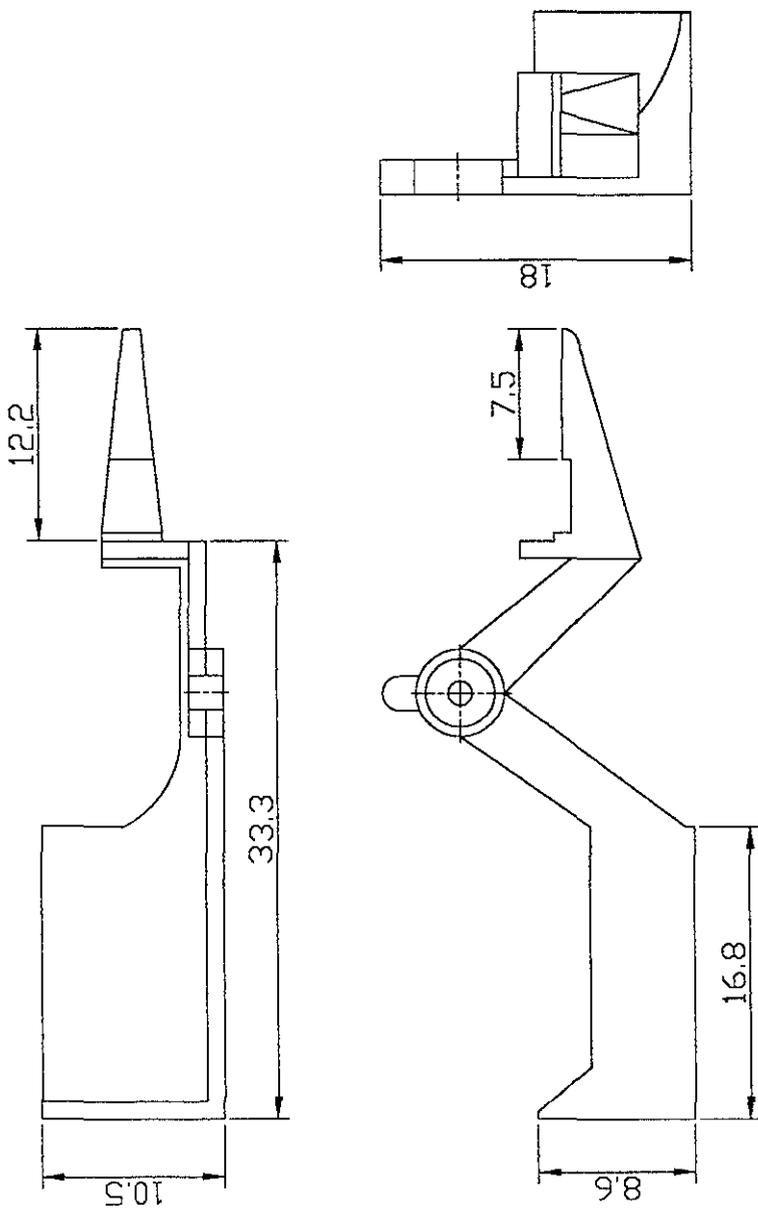
ESC: 17:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	BASE PRINCIPAL		REV: E.A.O.M
	MAT: ACERO		No. 3.3

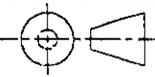


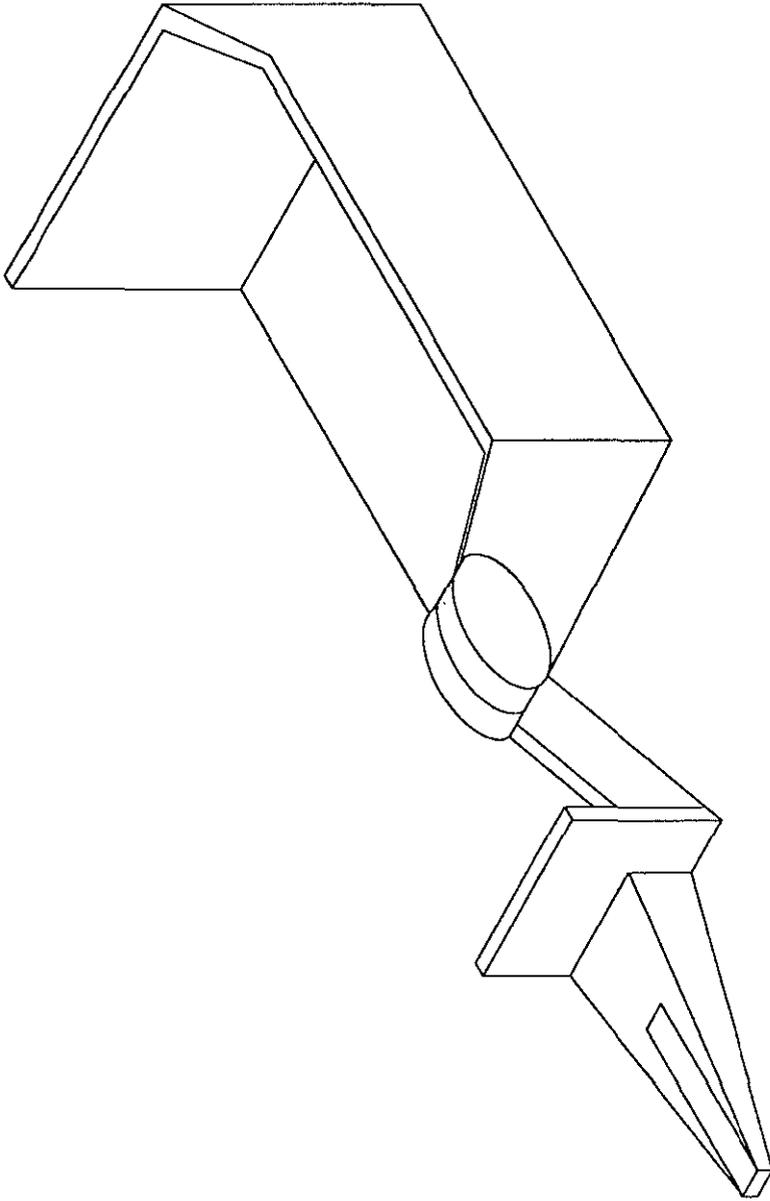
ESC: 33:10	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	TORRE MAT: ACERO		REV: E.A.D.M
			No. 3.4

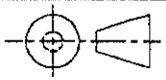


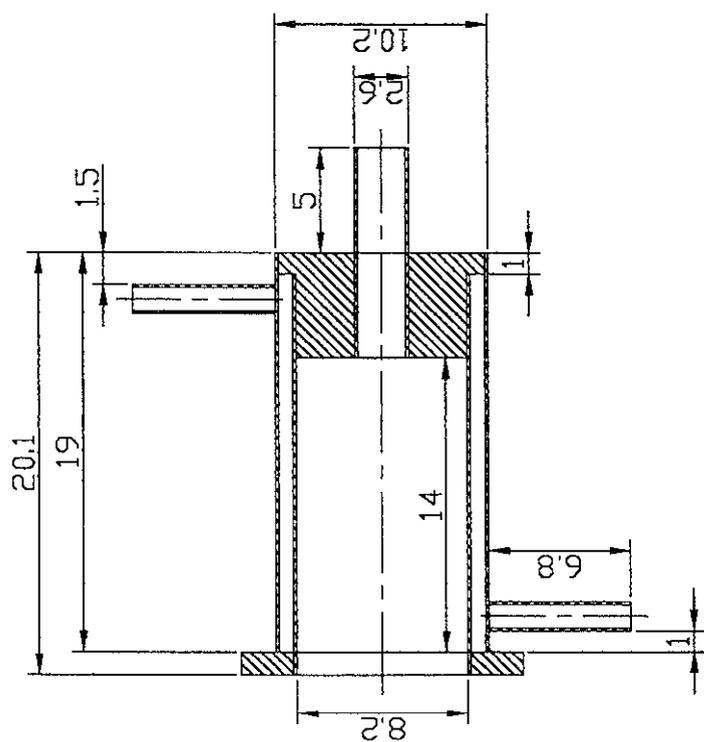
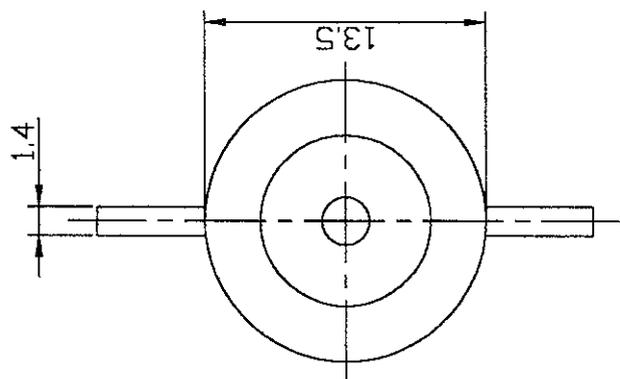
ESC: 9:4	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	TORRE MAT: ACERO		REV: E.A.O.M
			No. 3.5

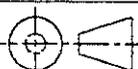


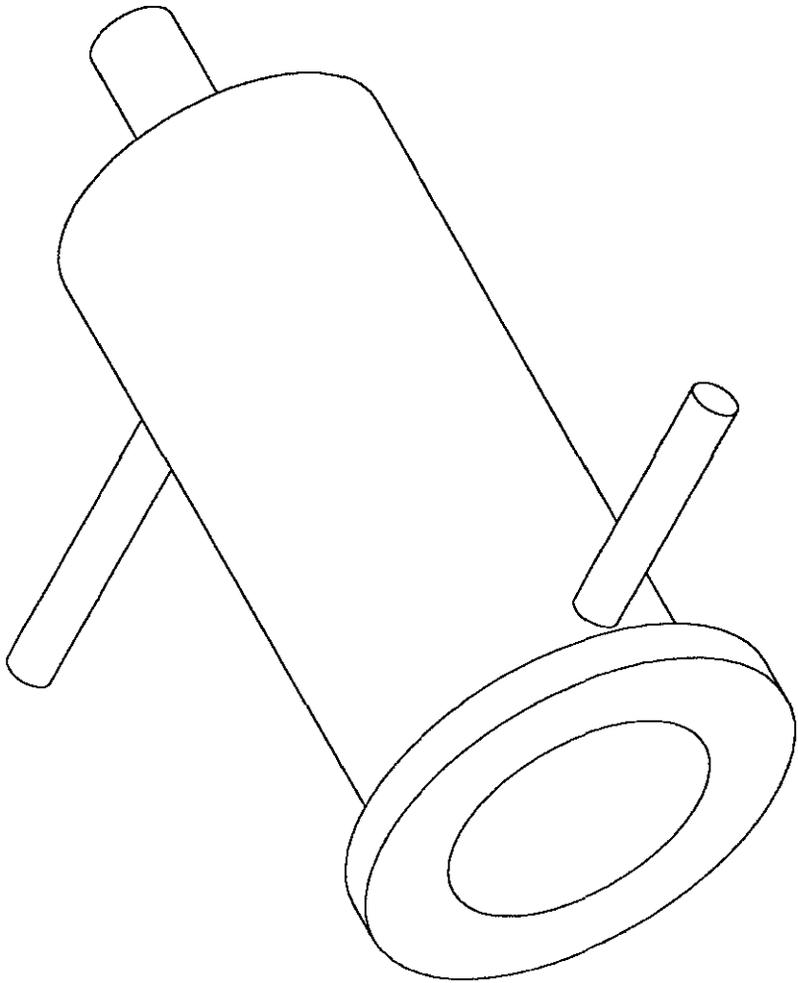
ESC: 17:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB:C.A.M.M
Acot:cm	BRAZO		REV :E.A.O.M
	MAT: ACERO		No. 3.6



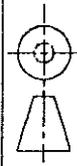
ESC: 1:2	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB:C.A.M.M
Acot:cm	BRAZO MAT: ACERO		REV :E.A.O.M
			No. 3,7



ESC: 14:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	CAMARA DE REFRIGERACION		REV: E.A.D.M
	MAT: ACERO INOXIDABLE AISI 304		No. 3.8



ESC: 3:2	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	CAMARA DE REFRIGERACION		REV: E.A.D.M
	MAT: ACERO INOXIDABLE AISI 304		No. 3.9



ESC: 7:5
Acot:cm

FES - C (UNAM) 18-08-01

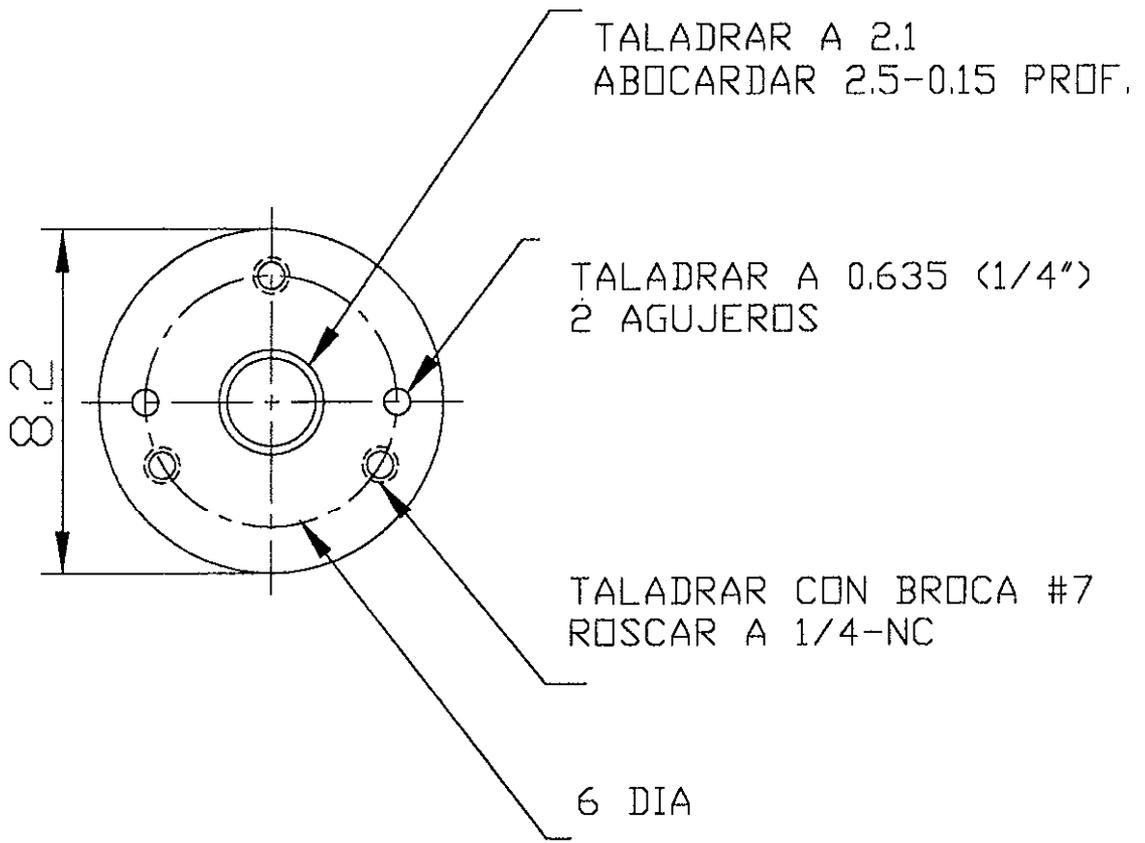
TAPA FRONTAL

MAT: ACERO INOXIDABLE AISI 304

DIB: C.A.M.M

REV: E.A.D.M

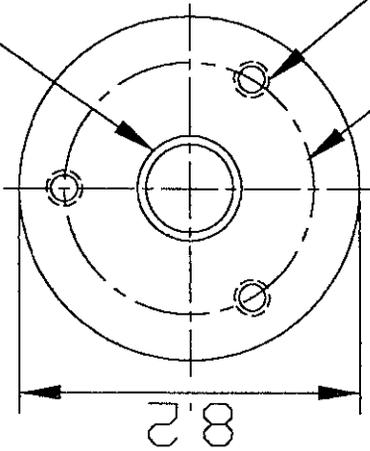
No. 3.10



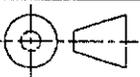
TALADRAR A 2.1
 ABocardar 2.5-0.15 PROF.

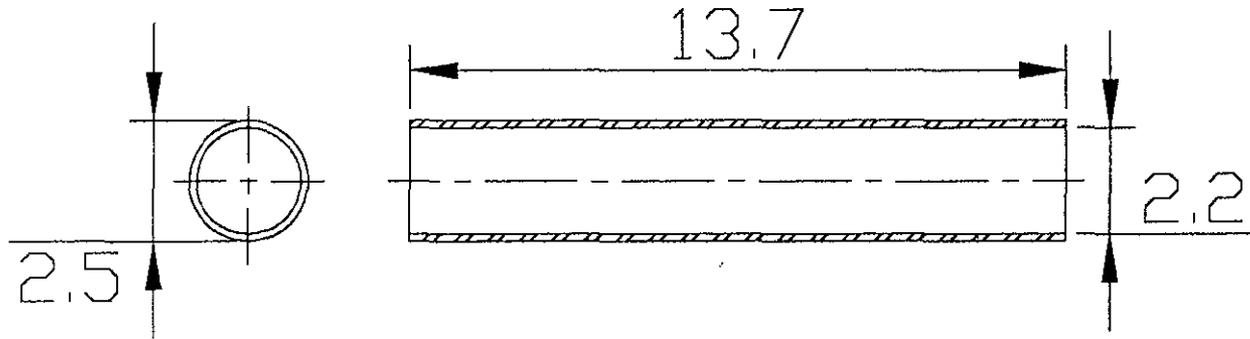
TALADRAR CON BROCA #7
 ROSCAR A 1/4-NC

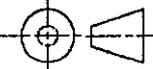
6 DIA

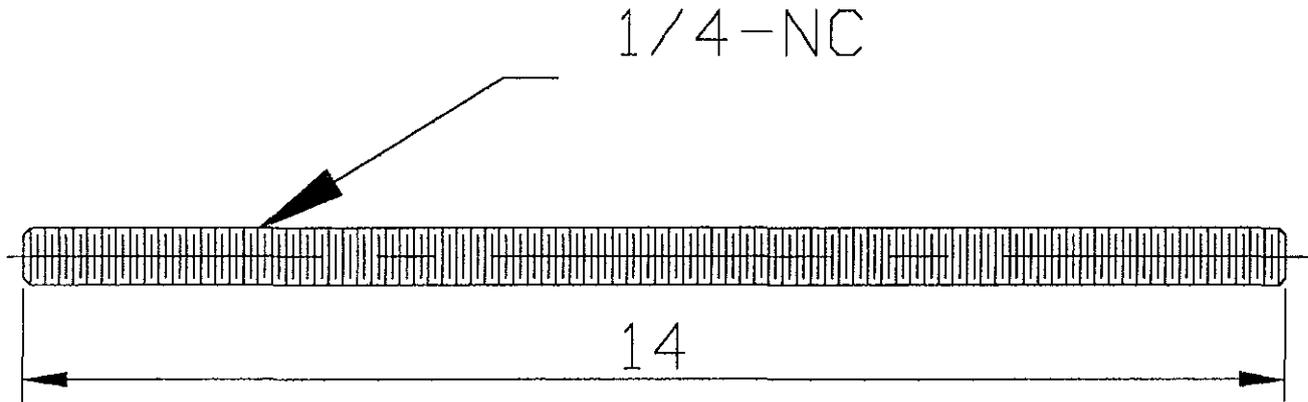


MATERIAL DE 0.3 DE GRUESO

ESC: 7:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	TAPA POSTERIOR		REV: E.A.D.M
	MAT: ACERO INOXIDABLE AISI 304		No. 3.11

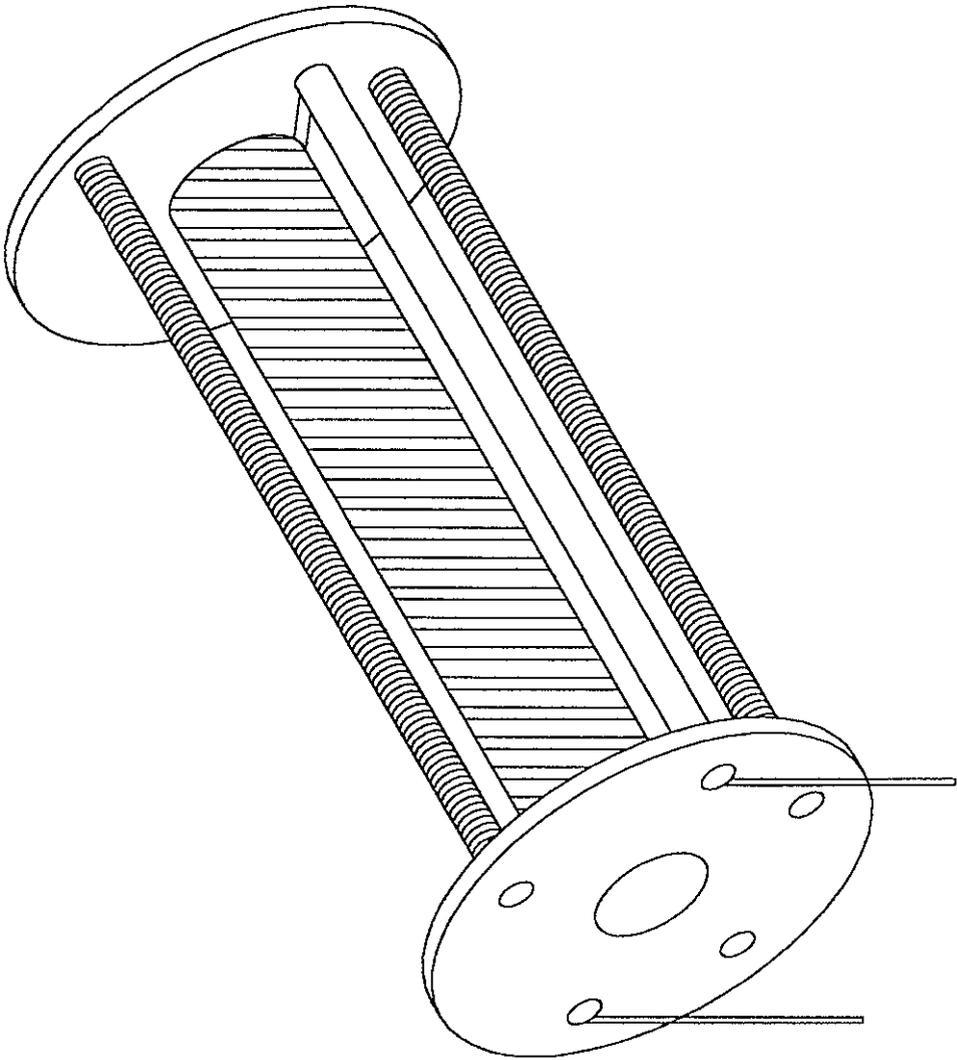


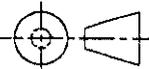
ESC: 5:4	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	SOPORTE DE LA RESISTENCIA		REV: E.A.D.M
	MAT: ALUMINA		No. 3.12

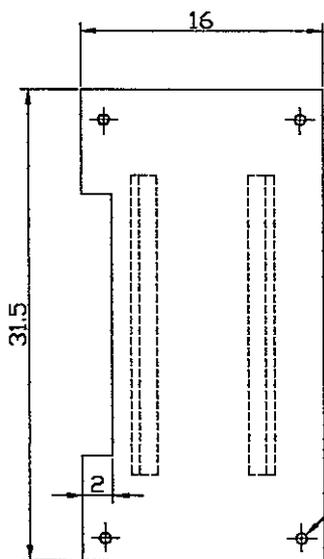


3 PIEZAS

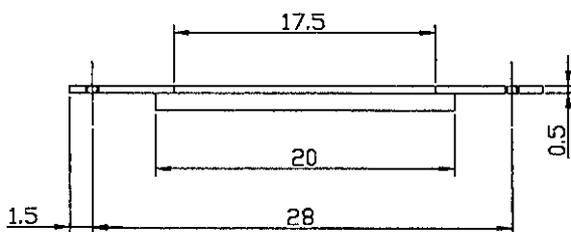
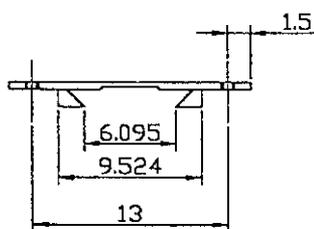
ESC: 3:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acotim	ESPARRAGO		REV: E.A.O.M
	MAT: ACERO INOXIDABLE		No. 3.13

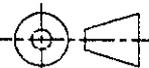


ESC: 1:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB:C.A.M.M
Acot:cm			REV :E.A.D.M
	HORNO		No. 3.14

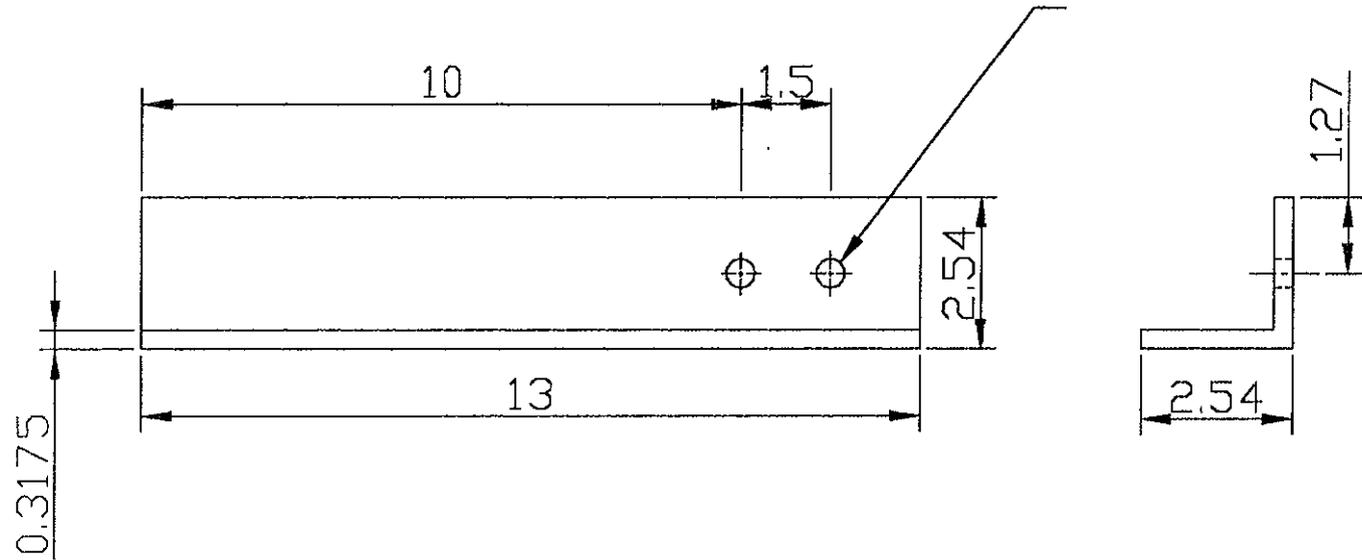


TALADRAR A 0.714 (9/32)
4 AGUJEROS

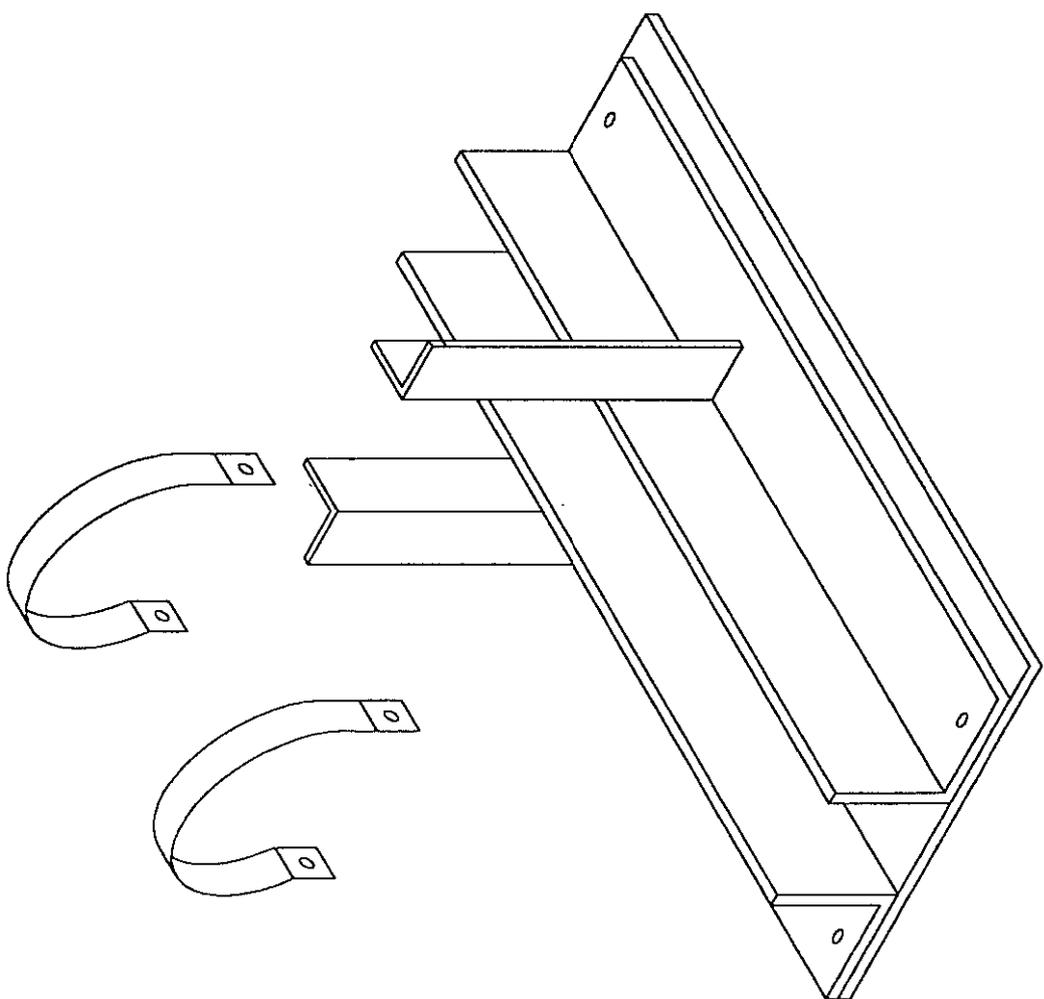


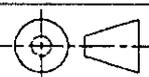
ESC: 4:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	PLACA		REV: E.A.D.M
	MAT: ACERO		No. 3.15

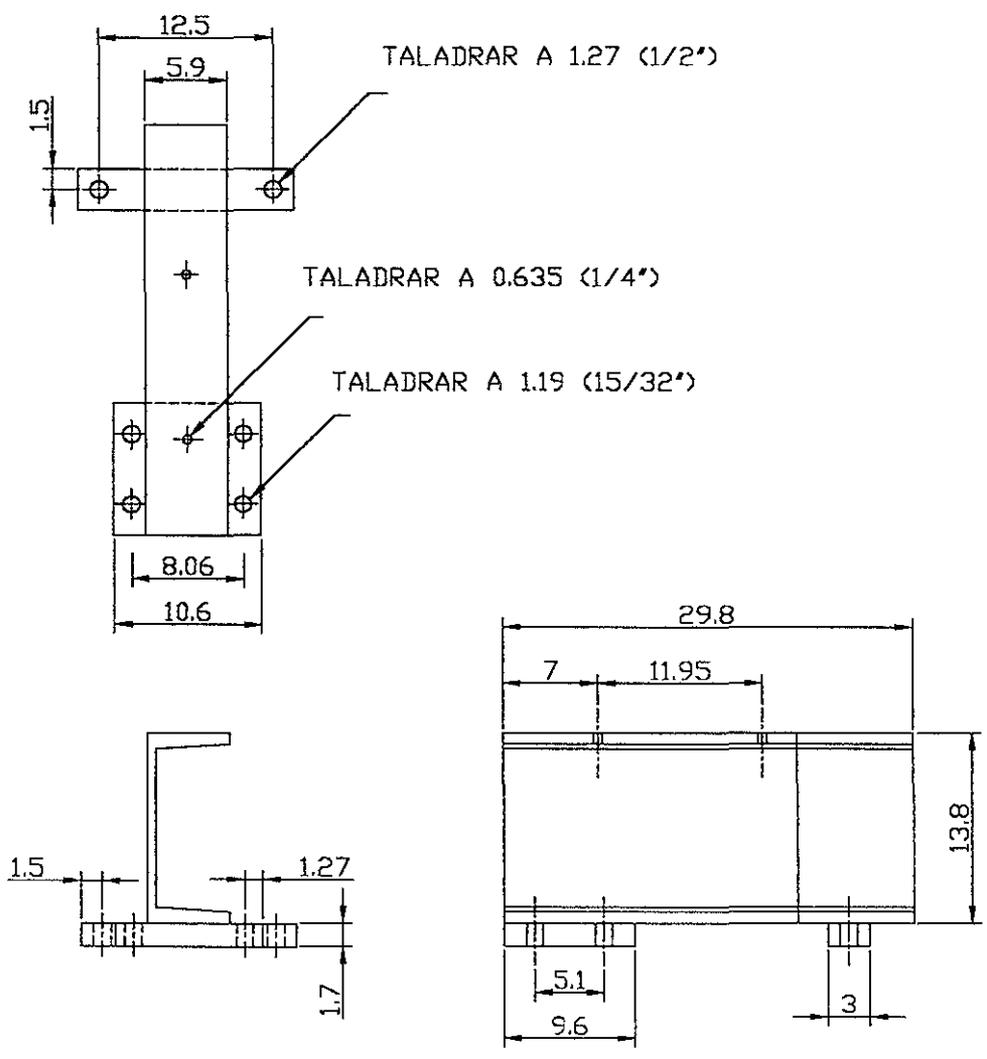
TALADRAR A 0.47625 (3/16")



ESC: 1:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	PERFIL		REV: E.A.D.M
	MAT: ACERO		No. 3.17

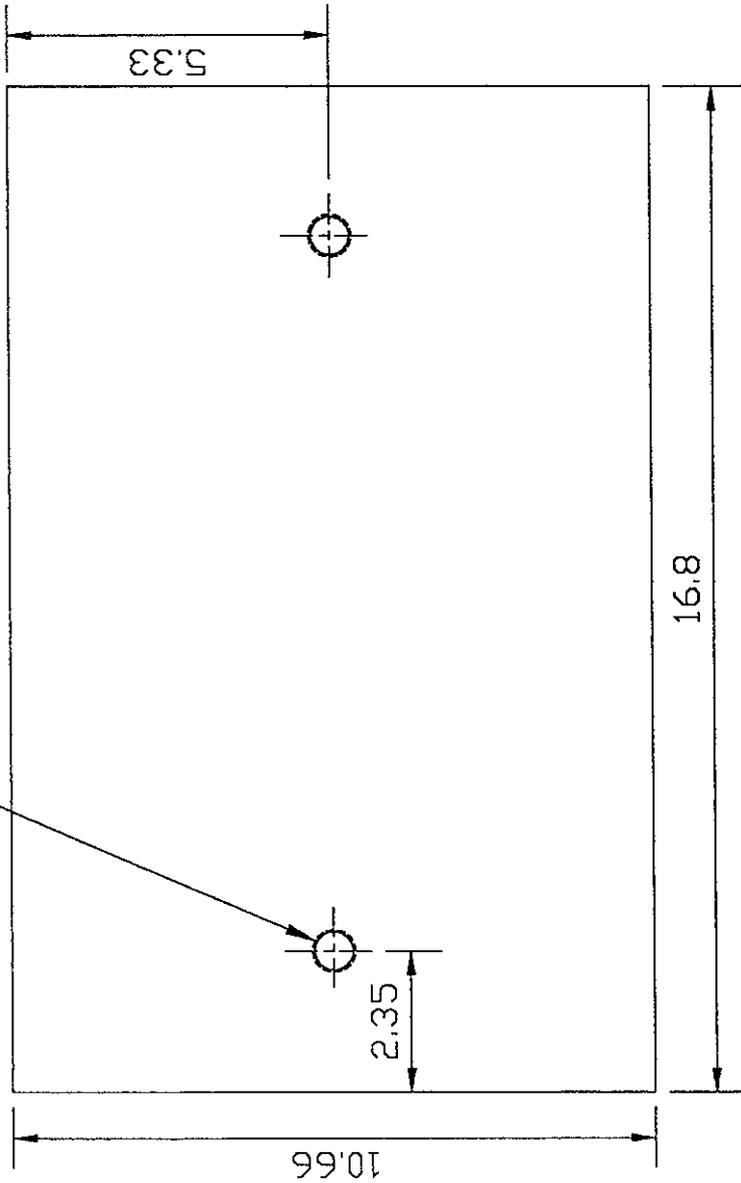


ESC: 5:2	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	BASE Y SOPORTE DE LA CAMARA DE REFRIGERACION		REV: E.A.D.M
			No. 3.18

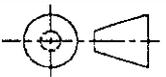


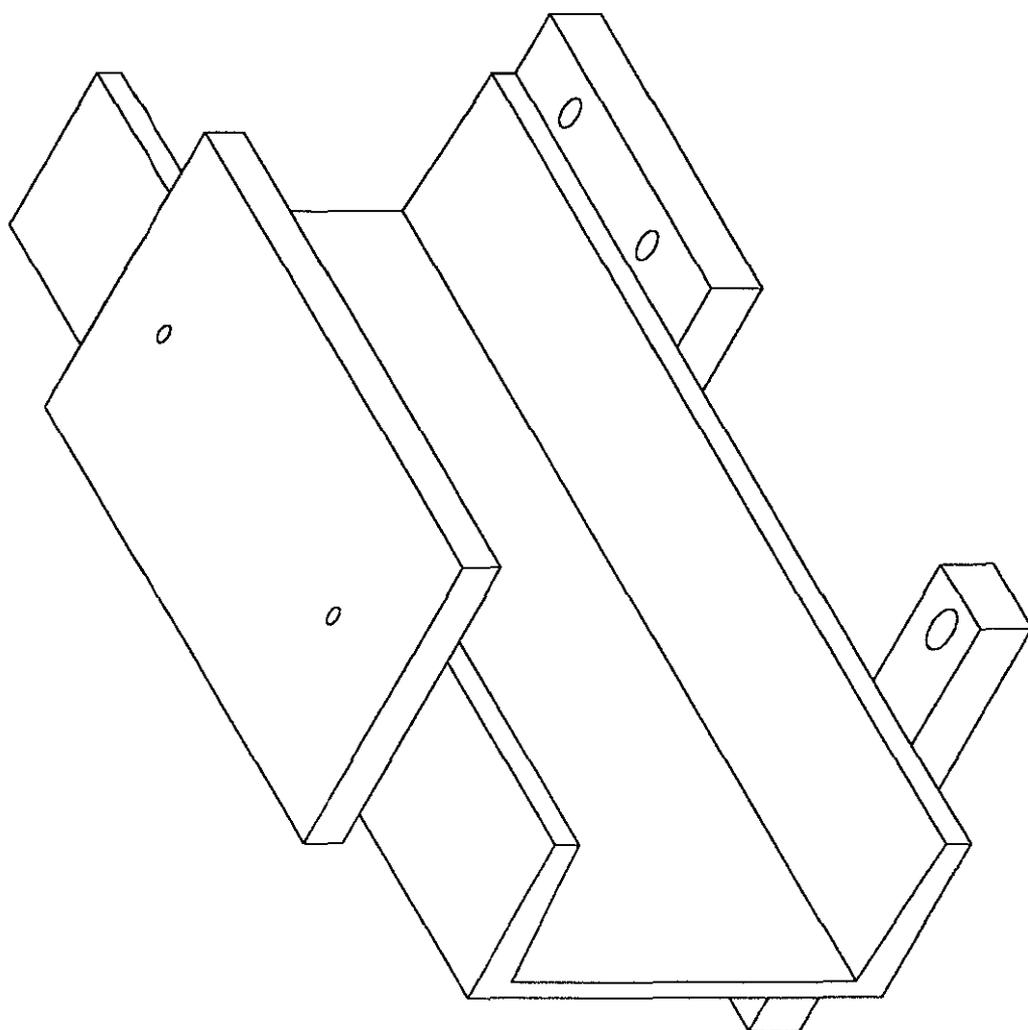
ESQ: 22:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	VIGA Y BASE MAT: ACERO		REV: E.A.D.M
			No. 3.19

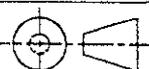
TALADRAR CON BROCA # 7
ROSCAR A 1/4-20NC

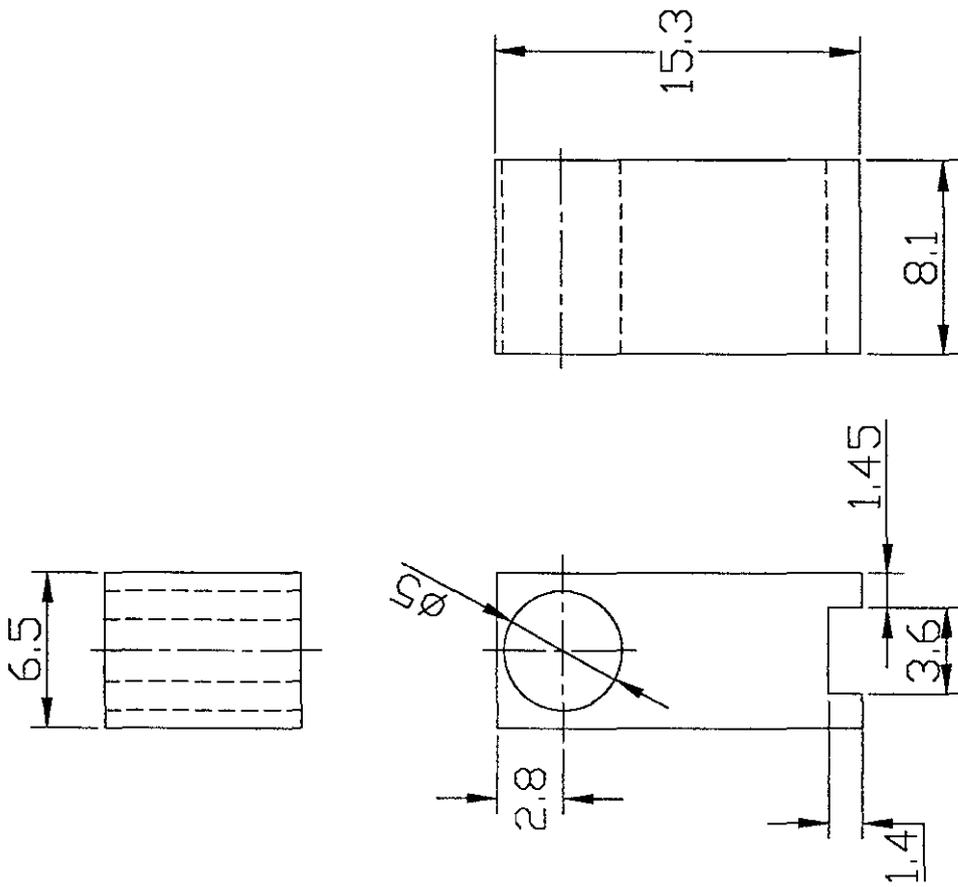


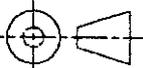
MATERIAL DE 1.27 (1/2") DE GRUESO

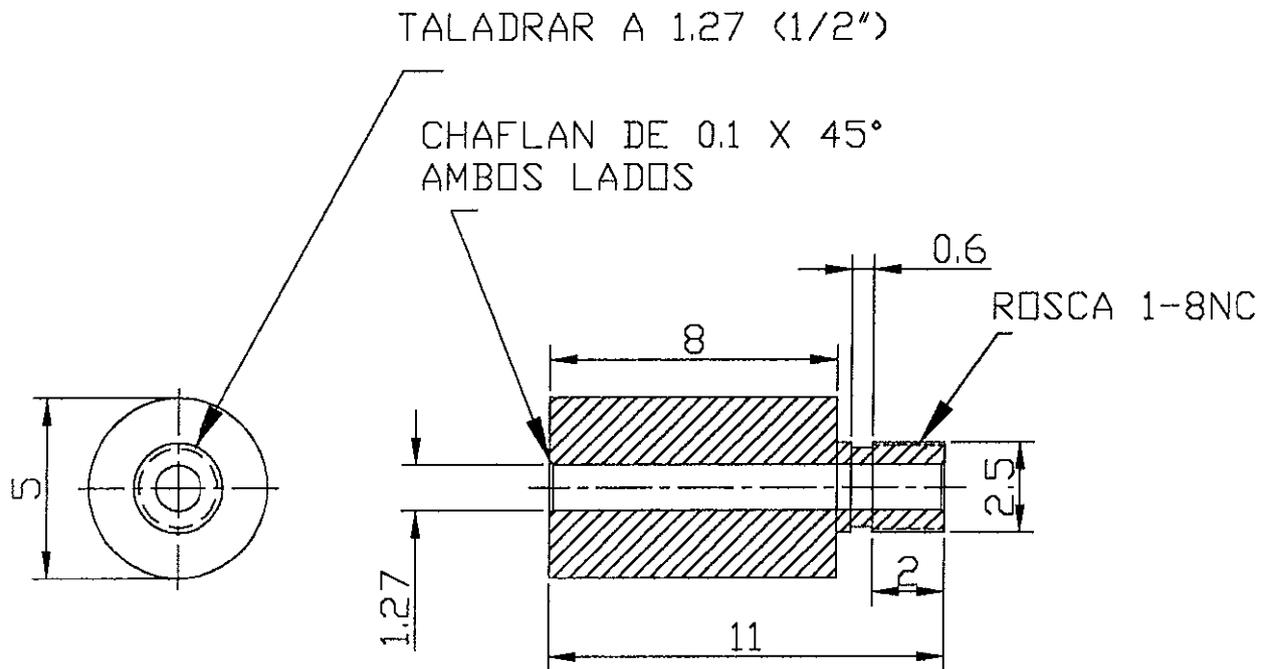
ESC: 1:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	PLACA DE ACERO		REV: E.A.D.M
			No. 3.20

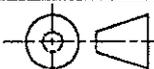


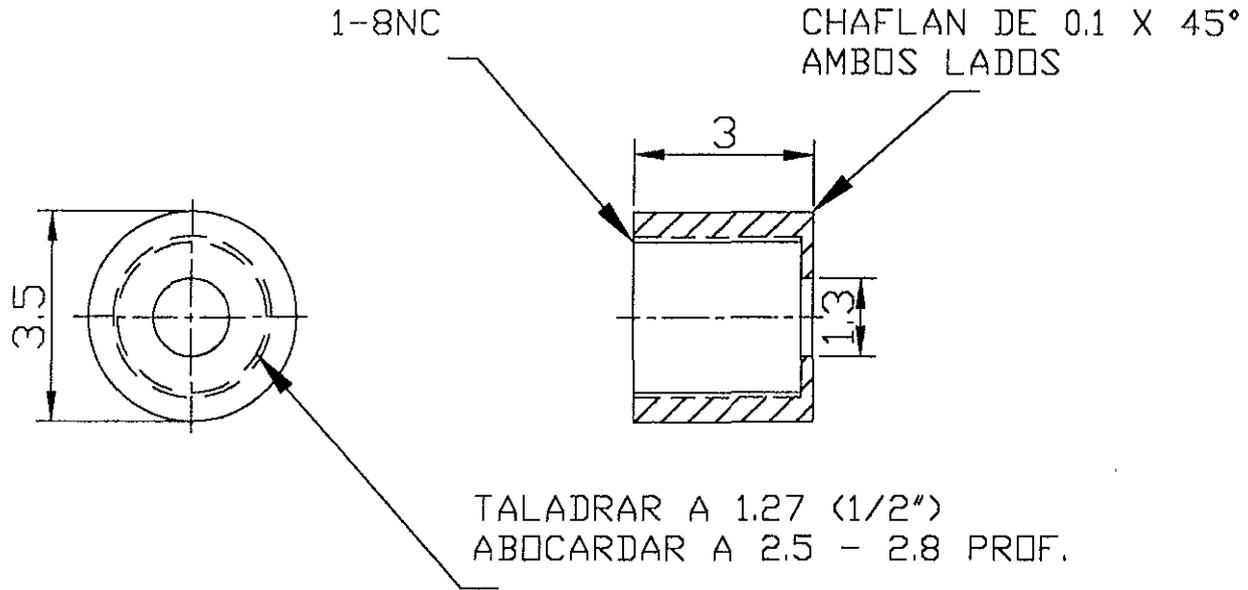
ESC: 9:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB:C.A.M.M
Acot:cm	BASE Y SOPORTE DEL BRAZO		REV :E.A.D.M
	MAT: ACERO		No. 3.21

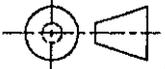


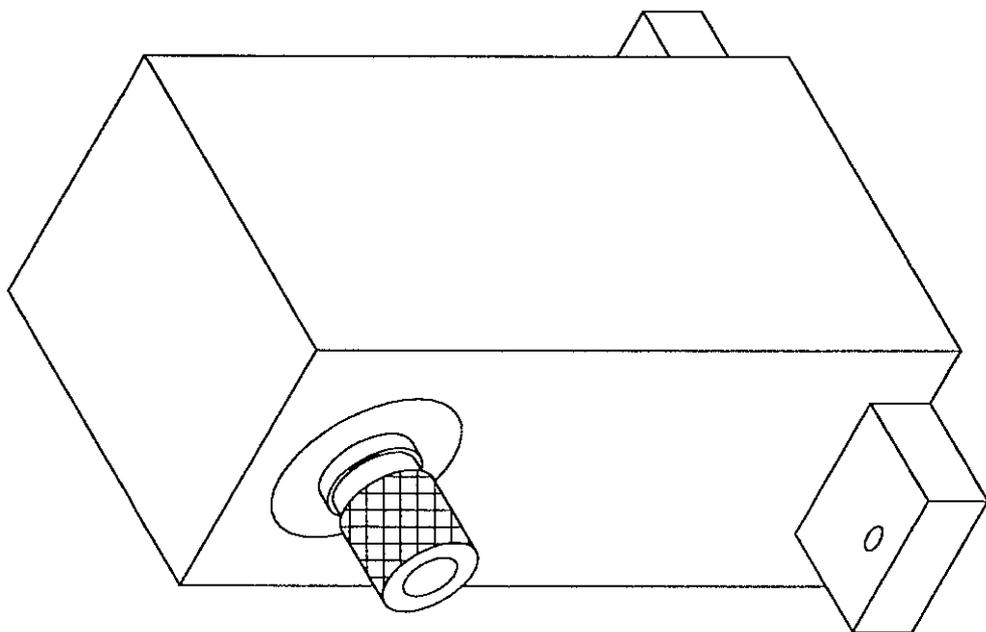
ESC: 5:2	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	BLOQUE		REV: E.A.O.M
	MAT: ALUMINIO 6063		No. 3.22

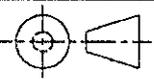


ESC: 8:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	SUJETADOR DEL TUBO MATERIAL: COBRE		REV: E.A.D.M
			No. 3,23

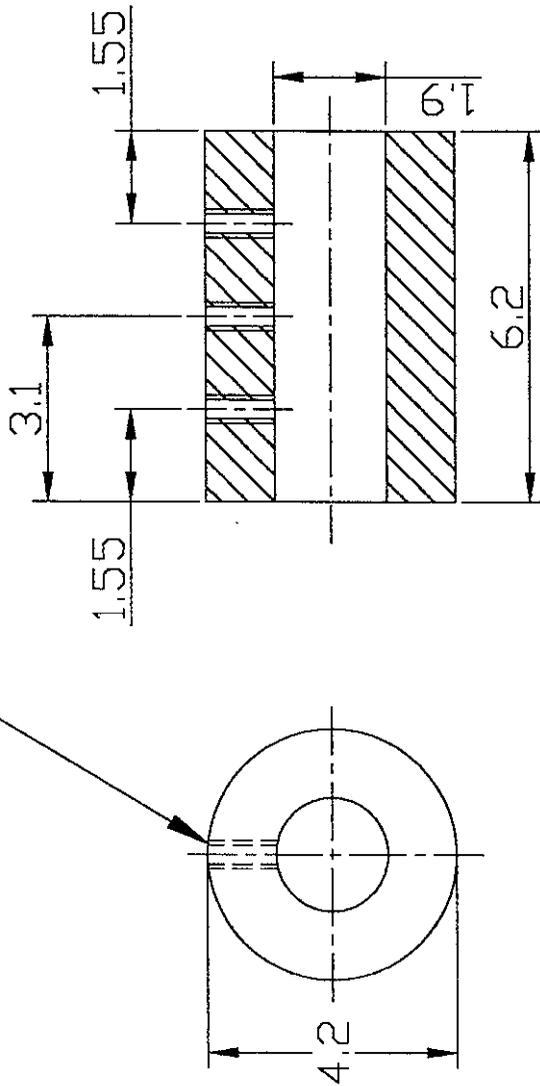


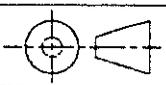
ESC: 1:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	TAPA DEL SUJETADOR MAT: LATON		REV: E.A.O.M
			No. 3.24

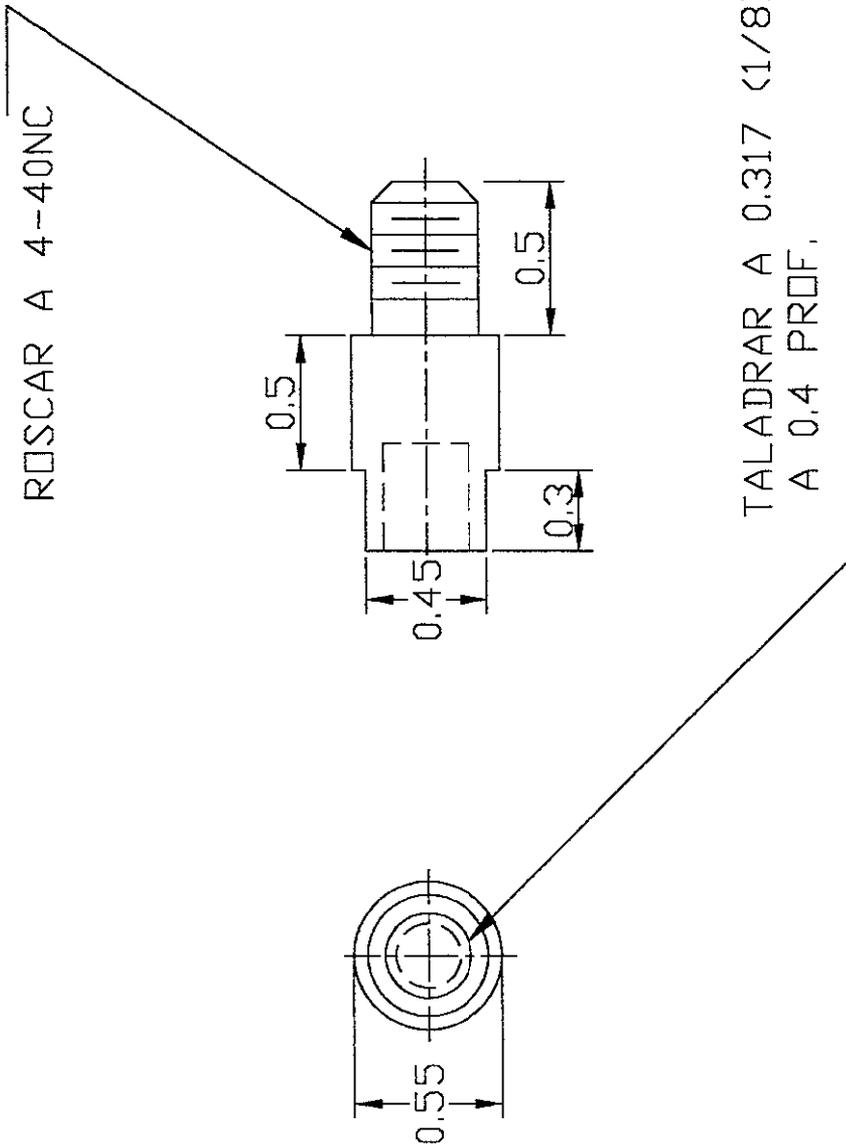


ESC: 7:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	BLOQUE Y SOPORTE DEL TUBO DE CUARZO		REV : E.A.O.M
			No. 3.25

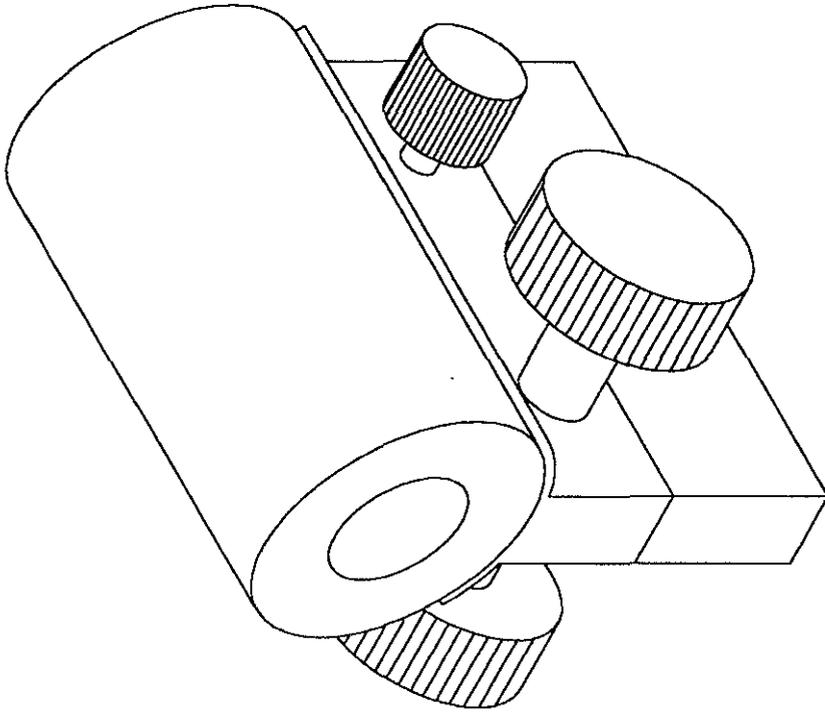
TALADRAR CON BROCA # 38
 ROSCAR A 1/8-40NC

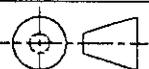


ESC: 1:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	CILINDRO		REV: E.A.O.M
	MAT: ALUMINIO 6063		No. 3.26

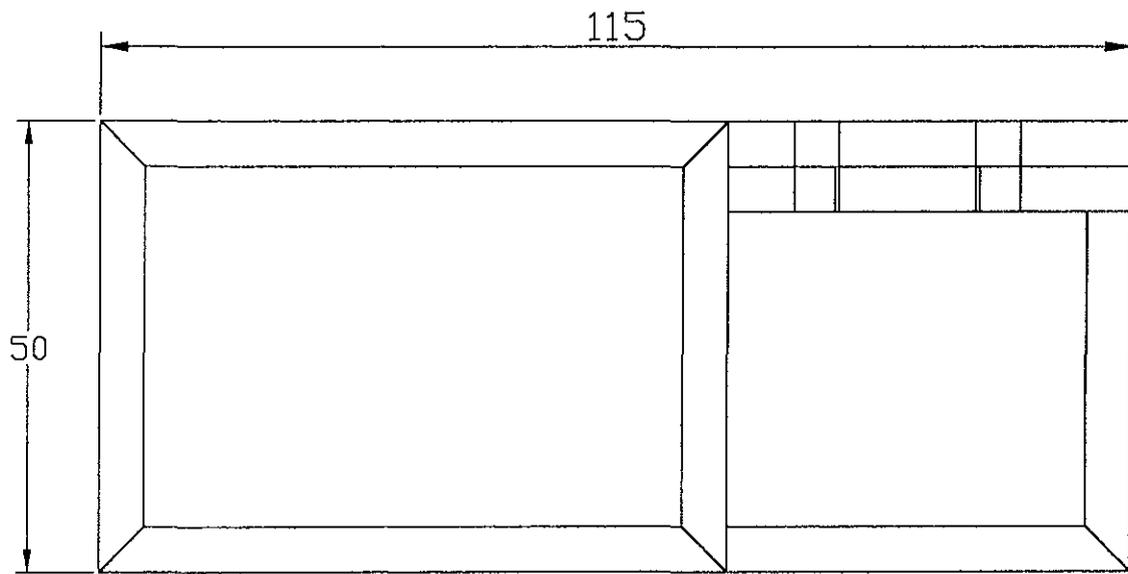


ESC: 1:5	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	ADAPTADOR DEL NUCLEO DEL LVDT		REV: E.A.O.M
	MAT: MICA		No. 3.27

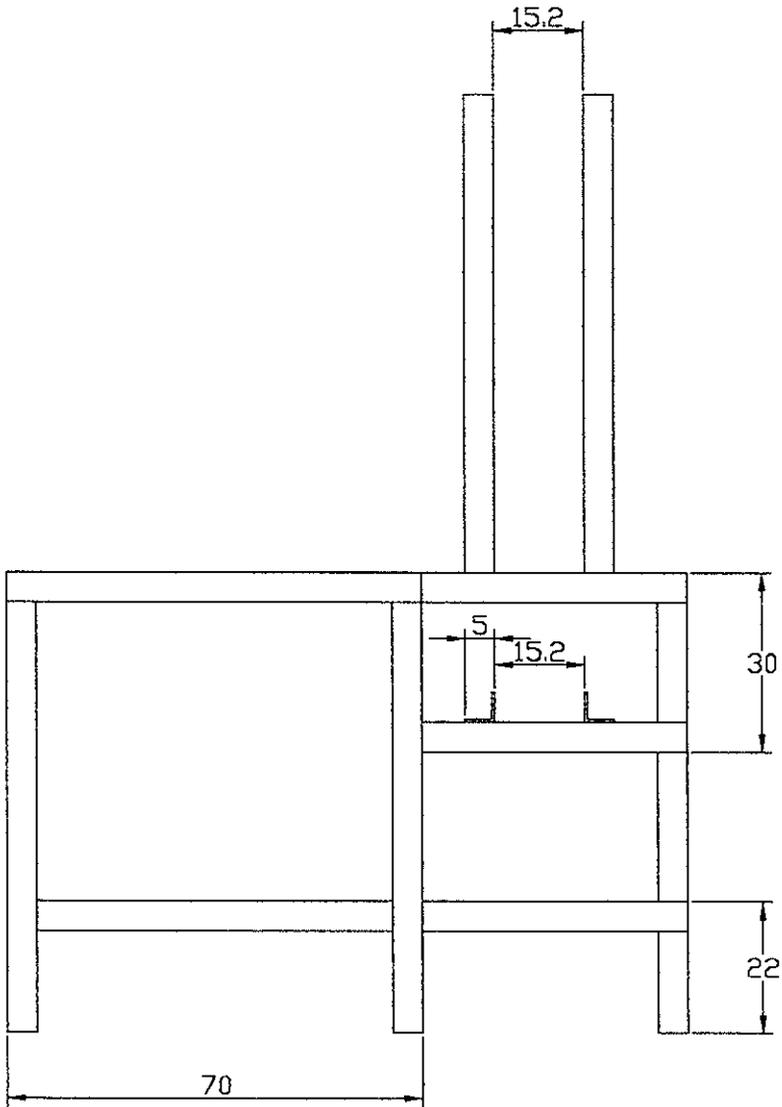


ESC: 7:10	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	SUJETADOR DEL LVDT		REV: E.A.O.M
			No. 3.28

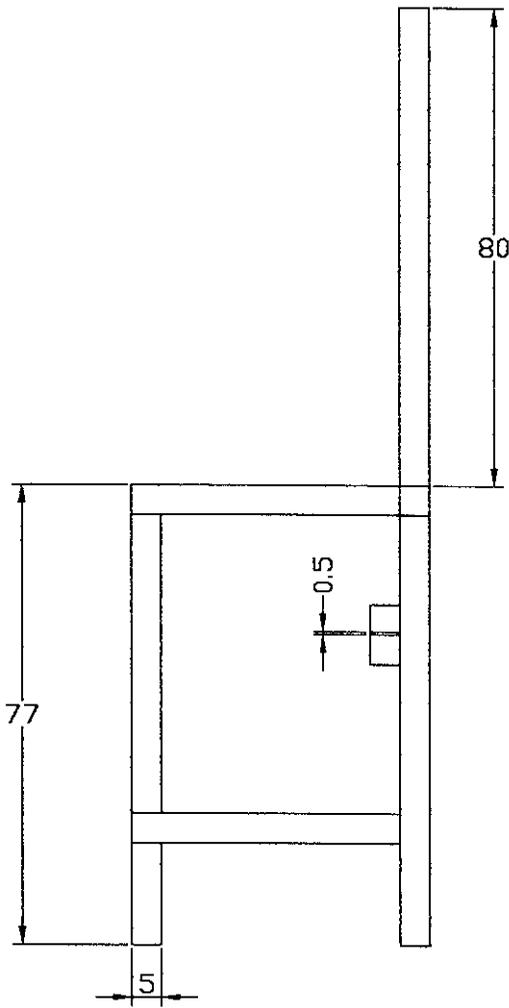
50

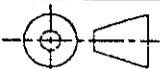


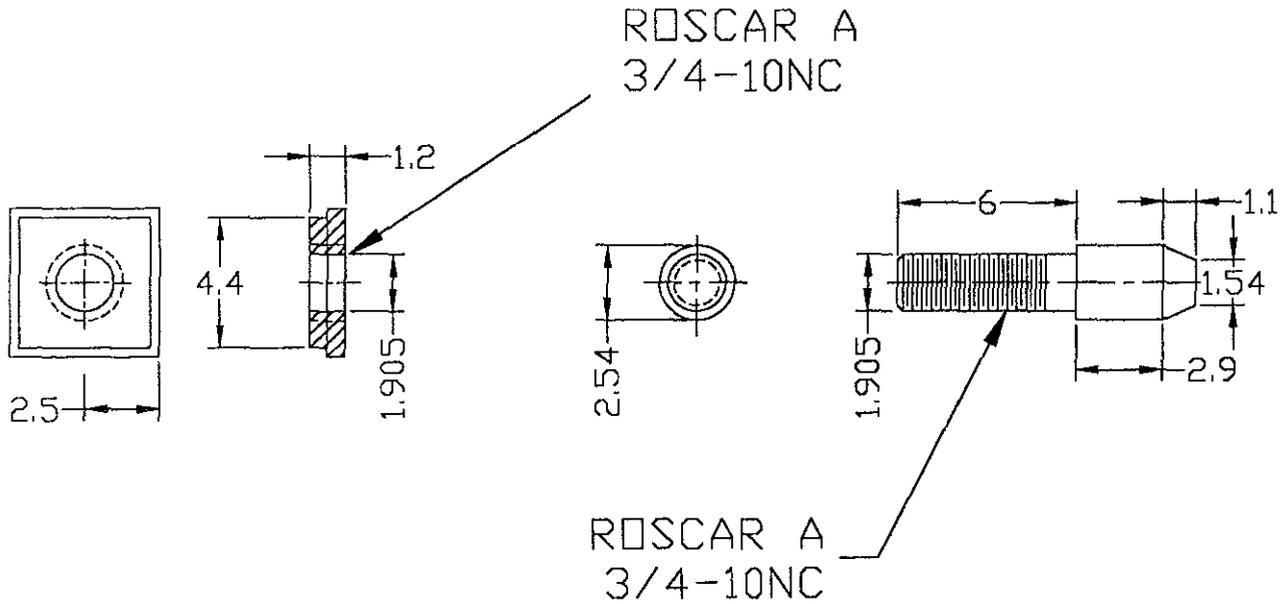
ESC: 3315	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acoticm	ESTRUCTURA (SUPERIOR)		REV: E.A.O.M
	MAT: ACERO		No. 3.29



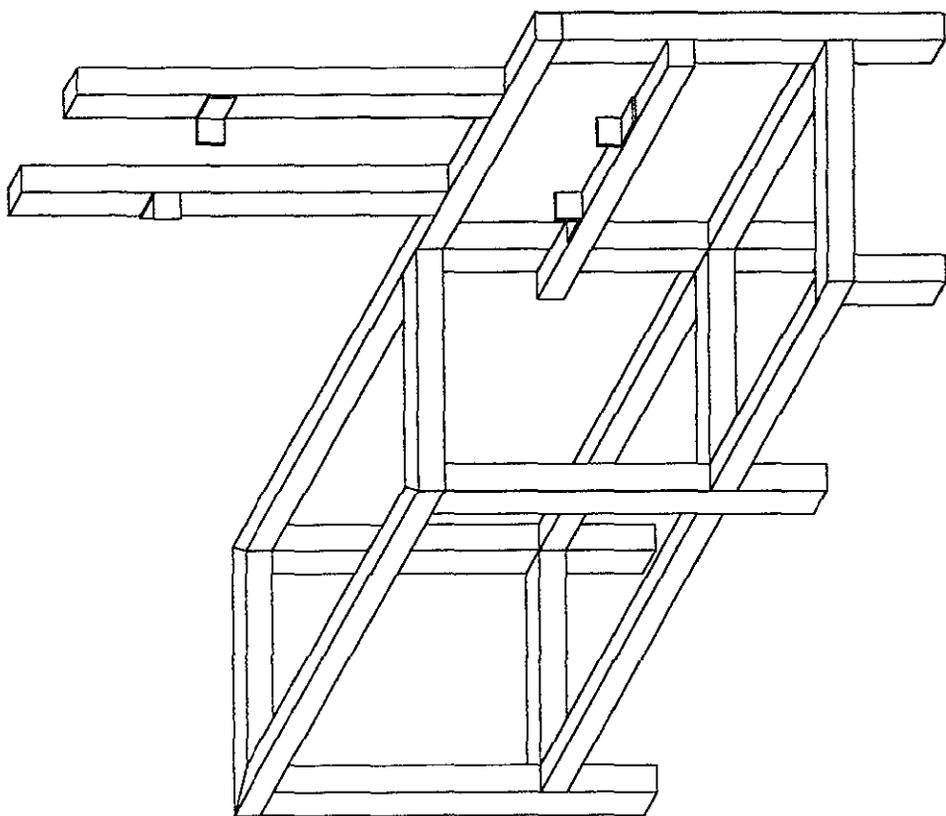
ESC: 10:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	ESTRUCTURA (FRONTAL) MAT: ACERO		REV: E.A.D.M
			No. 3.30

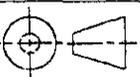


ESC: 10:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	ESTRUCTURA (LATERAL) MAT: ACERO		REV: E.A.D.M
			No. 3.31



ESC: 2:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm	PATAS DE NIVEL MAT: LATON		REV: E.A.D.M
			No. 3.32



ESC: 11:1	FES - C (UNAM)	18-08-01	DIB: C.A.M.M
Acot: cm			REV: E.A.D.M
	MESA		No. 3.33

CAPÍTULO 4.

CONSTRUCCIÓN Y ENSAMBLADO

Una vez obtenido el diseño general del dispositivo, se procedió a construir y ensamblar cada una de sus piezas. En este capítulo se describen los procesos de manufactura para cada elemento.

4.1 Cámara de refrigeración

Elementos que lo componen:

1. - Cilindros
2. - Tapa posterior
3. - Anillo frontal

Cilindros

Para la construcción del horno fue necesario obtener dos cilindros (figura 4.1) de diferentes diámetros con la finalidad de hacer una cámara de refrigeración, dichos cilindros son de acero inoxidable. El cilindro exterior tiene dimensiones de 19 cm de largo y 10.2 cm de diámetro exterior y 0.3 cm de espesor. El cilindro interior cuenta con 15 cm de longitud y 8.2 cm de diámetro interior con 0.3 cm de espesor. Para lograr la entrada y salida de agua de la cámara de refrigeración fue necesario hacer dos agujeros al cilindro exterior de 1.3 cm de diámetro y separados un ángulo de 180° entre ellas, es decir en lados opuestos.

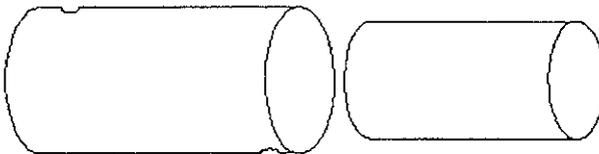


Figura 4.1 Cilindros de acero inoxidable que forman la cámara de refrigeración.

Se necesitaron cortar dos cilindros de acero inoxidable (figura 4.2) de longitud de 10 cm, con diámetro 1.4 cm y espesor de 0.15 cm. Ambas fueron maquinadas para hacerles una ranura de 0.3 cm y una profundidad de 0.05 cm.



Figura 4.2 Cilindro de acero inoxidable para entrada y salida de agua recirculada (2 piezas).

Tapa posterior

Para construir esta pieza (figura 4.3) se necesitó una placa de acero inoxidable de 12.7 cm de diámetro y en un torno grande, se desbastó hasta dejar un diámetro de 10.2 cm. Se necesitó solamente 1.27 cm de espesor para esta sección. La mitad de dicha sección fue cilindrada hasta dejarla en 8.2 cm de diámetro y la otra mitad fue dejada así, formando una brida de 0.635 cm y 10.2 cm de diámetro. En el torno se barrenó un agujero de 2.6 cm con la finalidad de colocar un pequeño cilindro, el cual es de acero inoxidable, consta de un largo de 7 cm y 2.6 de diámetro exterior con 0.15 cm de espesor.

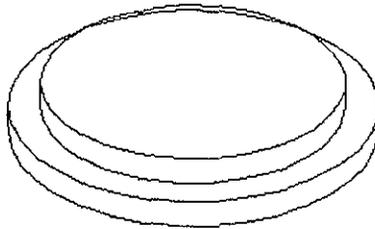


Figura 4.3 Tapa posterior de la cámara de refrigeración.

Anillo frontal

Para el anillo frontal se necesitó una sección circular de acero inoxidable y con ayuda del torno fue desbastado y barrenado hasta el diámetro interior y exterior deseado

respectivamente, las perforaciones necesarias con las que se sujetaría una tapa (de ser necesaria) fueron realizadas en un taladro vertical y se encuentran separadas un ángulo de 60° entre cada una. Finalmente se le hizo cuerda alternada con un macho, cuidando que no coincidieran con los de la tapa, para que se pudiera atornillar de manera alternada. Es decir, unos tornillos de la tapa al anillo y otros del anillo a la tapa. El anillo frontal se muestra en la figura 4.4.

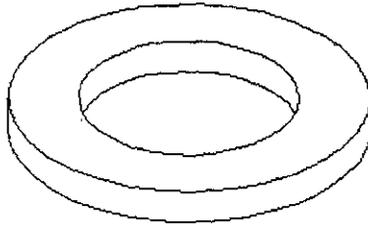


Figura 4.4 Anillo frontal de la cámara de refrigeración.

Ensamblado de la cámara de refrigeración

Como primera operación se soldó el cilindro de 2.6 cm de diámetro a la tapa posterior, esta operación se realizó con soldadura autógena. Con el mismo método, para formar la cámara de refrigeración primero fue necesario unir el cilindro de menor diámetro con la tapa posterior y con el anillo frontal. En forma independiente, en el cilindro de diámetro mayor se soldaron los tubos de entrada y salida de agua.

Una vez realizada esta operación, se procedió a unir los dos cilindros mediante la soldadura de la tapa posterior y el anillo con el cilindro grande. De esta forma se formó una cámara de refrigeración de un cm de espesor. La cámara de refrigeración ensamblada se muestra en la figura 4.5.

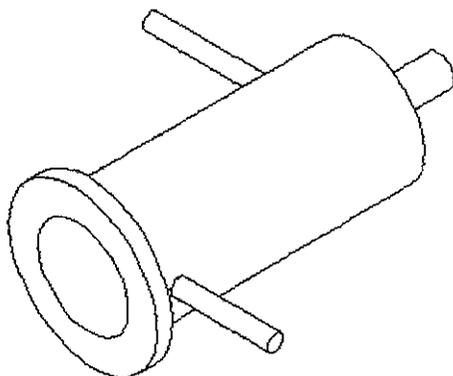


Figura 4.5 Cámara de refrigeración ensamblada.

Base, soporte y sujetadores de la cámara de refrigeración

La base del horno consta de dos perfiles cuadrados de aluminio de 31 cm de longitud y 5 cm de ancho con un espesor de 0.5 cm. De una sección de este material se cortaron dichos perfiles con una sierra. Posteriormente se marcaron 4 agujeros, a cada perfil, dos en cada una de sus caras; con un taladro se perforaron dichos agujeros en un diámetro de 0.714 cm. Como se muestra en la figura 4.6.

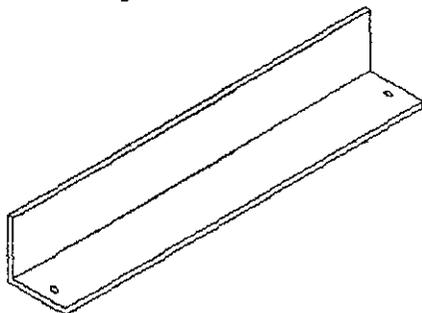


Figura 4.6 Perfil de aluminio de la base de la cámara de refrigeración (2 piezas).

Los soportes del horno son dos perfiles de acero (figura 4.7) de 13 cm de largo y 2.54 por 2.54 cm con un espesor de 0.3175 cm. Las perforaciones con las que cuenta se realizaron con un taladro con una broca de 0.556 cm de diámetro.

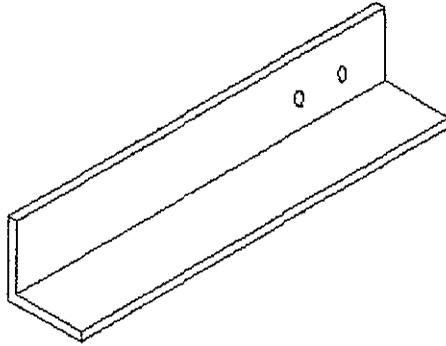


Figura 4.7 Perfil de acero para el soporte de la cámara de refrigeración (2 piezas).

Los sujetadores del horno están hechos de fleje, las perforaciones que necesitó, fueron hechas con un taladro y con una broca de 0.556 cm de diámetro. Uno de estos sujetadores se ilustra en la figura 4.8.

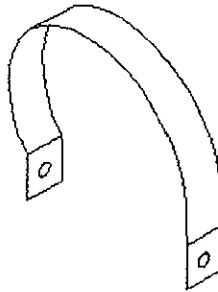


Figura 4.8 Sujetador de la cámara de refrigeración.

Ensamblado de la base, soporte y sujetadores de la cámara de refrigeración

Se montaron los perfiles de aluminio acomodados como rieles en la placa de la torre. Los soportes fueron atornillados a los perfiles y con el fleje se sujeta perfectamente la cámara de refrigeración, a estos flejes se les introdujo un tornillo y apretó con tuercas. El ensamblado de estos elementos se muestra en la figura 4.9.

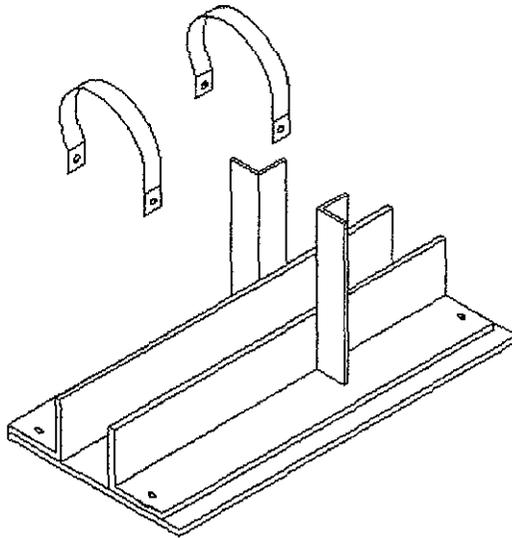


Figura 4.9 Ensamblado de la base, soporte y sujetadores de la cámara de refrigeración.

4.2 Horno

El horno es eléctrico y la resistencia con la que se logra el calentamiento es de tipo plana de “kantál” con 1.5 mm de ancho y 0.114 mm de espesor. Los elementos que lo componen son:

- 1.- Soporte de la resistencia
2. Tapas

Soporte de la resistencia

La resistencia está colocada en un tubo de alúmina de 14 cm de largo, un diámetro de 2.5 cm y espesor de 0.3 cm. Se seleccionó alúmina por su alta resistencia a la temperatura y ser buen conductor térmico (33.4 W/mK a temperatura ambiente). Para cortar este

material, por presentar alta dureza se utilizó una cortadora con un disco de punta de diamante. El soporte de la resistencia se muestra en la figura 4.10.

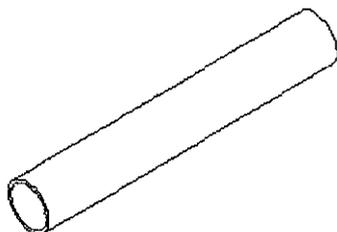


Figura 4.10 Tubo de alúmina que sirve de soporte de la resistencia.

Tapas

Fue necesario construir dos tapas (figura 4.11). En una sección rectangular de acero inoxidable de 20 cm por 12 cm y espesor de 0.3175 cm, se marcaron dos círculos con diámetro de 8.2 cm. Primero se separaron y maquinaron para dejarlas en un diámetro final antes referido. Ambas fueron rebajadas en el centro a un diámetro de 2.5 cm y a una profundidad de 0.15 cm. A una de ellas se le hizo un agujero en el centro de 1.3 cm, en el torno. Posteriormente se montaron en un taladro vertical y se taladraron 3 agujeros, separados un ángulo de 120 grados entre ellos. A estos agujeros se les hizo cuerda con un macho de 0.635 cm. Finalmente se cortaron tres tornillos de los llamados espárragos con una longitud de 14 cm cada uno.

Adicionalmente en la tapa que tiene vista hacia la parte frontal del horno, fueron hechas dos perforaciones para tener la salida de la resistencia. Con el fin de evitar que existiera un corto entre la resistencia y las tapas, se utilizó un tubo de alúmina de 0.635 cm como aislante, este tubo también se cortó con el disco de punta de diamante.

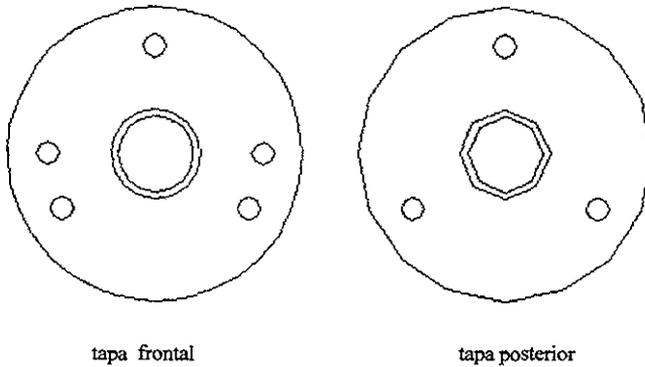


Figura 4.11 Tapas del horno.

Ensamblado del horno

En el tubo de alúmina se enrolló la resistencia, formando una espiral uniformemente distribuida en el refractario, se amarró con alambre de nicromel en sus extremos. El tubo y la alúmina se colocaron en las secciones circulares de las tapas. Con los tornillos largos (espárragos) se fijaron dichas tapas, ya que los tornillos atraviesan de lado a lado y así el tubo de alúmina se mantiene centrado en el horno y perfectamente sujeto. Las puntas de la resistencia fueron colocadas en medio del tubo de alúmina de 0.635 cm y amarradas con alambre de nicromel. Estos tubos atraviesan la tapa frontal.

Como primer método para disipar el calor y como aislante se envolvió el tubo de alúmina y la resistencia con varias capas de fibra de vidrio hasta lograr un espesor de 1.5 cm aproximadamente. La fibra de vidrio se amarró con alambre de nicromel.

Una vez ensamblado el tubo de alúmina con la resistencia en las tapas de acero, puesto la capa de fibra de vidrio y sujetas con los tornillos, se introdujo en el cilindro de acero donde se encuentra la cámara de refrigeración, formando así el horno completo en su parte interna.

De esta forma el horno esta completo, como se ilustra en la figura 4.12.

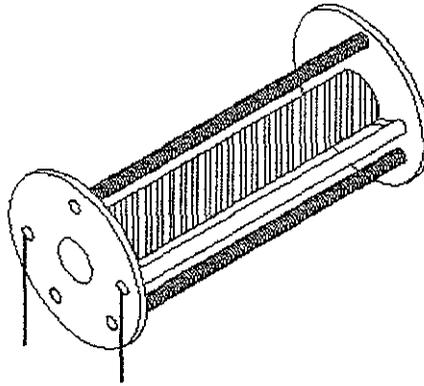


Figura 4.12 Horno ensamblado

4.3 Tubo y varilla de cuarzo

La varilla de cuarzo es de 0.3175 cm de diámetro y esta perfectamente plana en sus dos extremos en los cuales uno de ellos chocara con la muestra mientras que el otro estará en contacto con el medidor de desplazamiento lineal. El tubo de cuarzo esta perfectamente sellado de uno de sus extremos y con una superficie plana, el otro extremo se encuentra abierto. Se tienen dos tubos de cuarzo uno de 0.635 cm y otro de 1.27 cm con la finalidad de poder adaptarlo para muestras grandes y pequeñas. Se uso cuarzo por su bajo coeficiente de expansión lineal térmico ($0.05 \times 10^{-6} \text{m/mK}$) y por su resistencia a la corrosión y la temperatura, la norma de la ASTM así lo recomienda.

Para el tubo de cuarzo, fue necesario obtener un tubo de 1.27 cm de diámetro, que fue sellado en uno de sus lados, la forma de cortar el tubo se hizo con un cortador de disco con punta de diamante. El tubo se sello con una flama de hidrógeno. La varilla fue cortada de la misma manera y tiene un diámetro de 0.635 cm. La varilla y tubo de cuarzo se muestran en la figura 4.13.

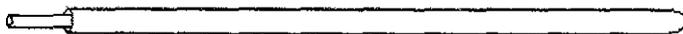


Figura 4.13 Tubo y varilla de cuarzo.

4.4 Soporte del tubo y varilla de cuarzo

Consta de los siguientes elementos principales:

- 1) Sujetador del tubo
- 2) Bloque de aluminio y base

Sujetador del tubo

El sujetador del tubo es un cilindro de cobre donde se ajusto al diámetro del cuarzo de tal forma que no permite movimiento ni vibración de este. En este caso se utilizó cobre por su alta conductividad térmica ($386 \text{ W/m}^\circ\text{C}$ a temperatura ambiente) y que funciona como un disipador de calor. El cilindro de cobre fue realizado con diámetro de 5.08 cm y de 12 cm de largo, el material sobrante fue cilindrado y refrentado en un torno, se necesitaban dos diámetros diferentes uno de 5 cm y un largo de 8 cm, para el resto el diámetro necesario es de 2.5 cm, se barreno en su centro un agujero de diámetro de 1.27 cm en toda la pieza. Este barreno se realizo en el torno, con una broca de dicho diámetro.

En el cilindrado de 2.5 cm se hizo una cuerda en el torno de tal forma que una tapa con la que se fija la posición del tubo de cuarzo puede ensamblarse. Esta tapa esta construida de latón, en un cilindro de dicho material de 4 cm de largo y un diámetro de 3.81 cm se refrentó en sus dos caras hasta dejarlo en una longitud de 3 cm. También se cilindro para dejarlo en un diámetro de 3.5 cm. Después se barreno para formar un diámetro interior de 2.5 cm con una profundidad de 2.7 cm, en el torno se le realizo cuerda interna y en su lado ciego se hizo un agujero de 1.3 cm. El sujetador del tubo de cuarzo se muestra en la figura 4.14.

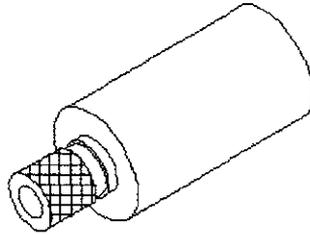


Figura 4.14 Sujetador del tubo y varilla de cuarzo.

Bloque de aluminio y base

El bloque de aluminio tiene dimensiones 15.3 por 8.1 cm y un espesor de 6.5 cm, En un torno grande capaz de sujetar la pieza se le hizo un agujero en uno de sus extremos de diámetro 5 cm. Para construir esta pieza se selecciono aluminio por ser de fácil maquinado y buen conductor térmico ($206 \text{ W/m } ^\circ\text{C}$) que junto con el cilindro de cobre (sujetador del tubo) tiene la finalidad de eliminar el calor que pudiera existir en esta parte del dilatómetro. En su parte baja y paralela al agujero fue necesario hacer una ranura con el cepillo; tal ranura tiene dimensiones de 3.6 cm de ancho y se realizo a lo largo de toda la pieza de aluminio y exactamente en el centro. La profundidad de la ranura es de 1.4 cm. Finalmente se taladraron 2 agujeros a los que se les hizo cuerda con un macho de 0.635 cm. El bloque de aluminio se ilustra en la figura 4.15.

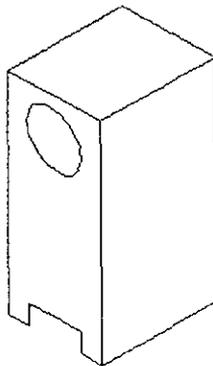


Figura 4 15 Bloque aluminio.

La base del bloque de aluminio es una barra de acero de 3.6 por 13.5 cm y con un espesor de 1.4 cm. (figura 4.16) Este material se corto y se le dio una pasada en el cepillo para rectificarla. Por último se taladraron dos agujeros de 0.635 cm en su parte central y se les hizo una caja (abocardar) de tal forma que el tornillo quedara oculto. En los extremos se taladraron también dos agujeros simplemente, del mismo diámetro.

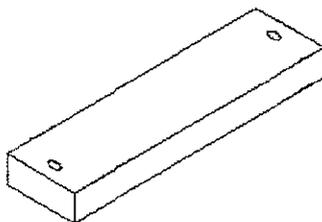


Figura 4.16 Base del bloque de aluminio.

Ensamblado del soporte del tubo y varilla de cuarzo

En el bloque de aluminio se incrusto el cilindro de cobre a presión, ayudado por una prensa hidráulica. La tapa del cilindro se coloca mediante la rosca. En su parte inferior del bloque, se coloco la base de acero y se fijo mediante tornillos. Con los agujeros con los que cuenta la base del bloque de aluminio en sus extremos, se fijo al brazo toda esta pieza ya ensamblada. Pero para ello fue necesario construir la base donde el brazo descansaría. El soporte del tubo y varilla de cuarzo ensamblado se muestra en la figura 4.17.

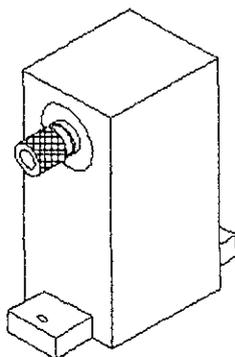


Figura 4.17 Ensamblado del soporte del tubo y varilla de cuarzo.

4.5 Soporte del brazo

Para fijar el brazo se construyeron los siguientes elementos:

1. - Base del brazo
2. - Viga
3. - Base de la viga

Base del brazo

La base consta de una placa de acero de 1.27 cm de espesor y 10.7 de ancho por 16.8 de largo. De una sección de material de acero 20 por 20 cm, se disminuyo con una cortadora de banda a una sección 11.5 por 17.5 cm aproximadamente, el resto se elimino con ayuda de un cepillo, hasta lograr la medida exacta de 10.7 por 16.8 cm. Fue necesario hacer 2 agujeros con el taladro vertical en la base, que quedaron alineados con dos cuerdas con las que cuenta el brazo y estos a su vez con dos agujeros que se hicieron en los extremos de la base del bloque de aluminio.

Después de esta operación se sometió a la placa a un rectificado, de tal forma que sus superficies quedaran perfectamente paralelas. Esta base se ilustra en la figura 4.18.

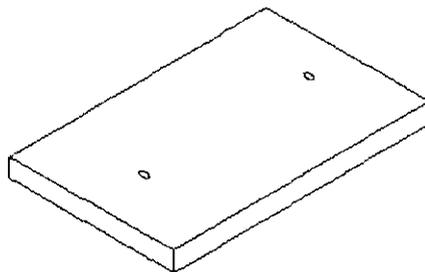


Figura 4.18 Base del brazo.

Viga

La viga en forma de U (figura 4.19) tiene una longitud de 29.8 por 13.8 cm de ancho y una altura de 5.9 cm. Se trazaron y taladraron dos agujeros en la parte superior de la viga en uno de sus extremos. Se realizo a esta viga un proceso de rectificadado de tal forma que sus superficies quedaran paralelas.

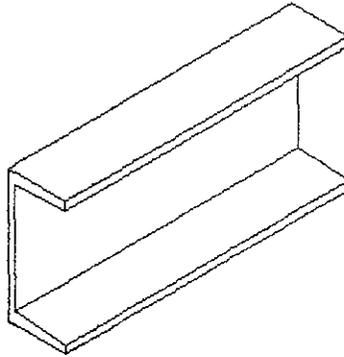


Figura 4.19 Viga.

Base de la viga

Son dos sujetadores los que se necesitaron (figura 4.20). Los dos son de acero y se cortaron de una placa grande en una cortadora de banda. El primero consiste en una placa de 10.6 por 9.6 cm y espesor de 1.4 cm, se le dio un maquinado con el cepillo para que quedara de dichas dimensiones. A esta placa se le trazaron y taladraron 4 orificios en total, dos en cada extremo. Estos orificios son de 0.635 cm. También se le dio una rectificadada.

El segundo sujetador esta constituido de una barra de acero de 15.5 por 3 cm y espesor de 1.4 cm. Se taladraron 2 agujeros y se hizo caja a cada uno de ellos (abocardar). Estos se encuentran localizados en cada uno de sus extremos.

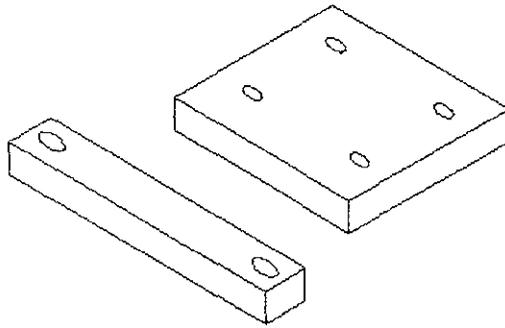


Figura 4.20 Base del la viga.

Ensamblado del soporte del brazo

Los sujetadores de la viga fueron soldados a esta mediante soldadura de arco eléctrico, de tal forma que quedaron perfectamente unidos. La viga se sujeta a la base del brazo y esta a la vez con la base del bloque de aluminio, mediante el mismo tornillo, rondana y una tuerca en su parte superior. Las piezas ensambladas se muestran en la figura 4.21.

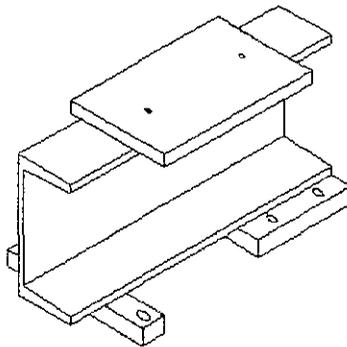


Figura 4.21 Ensamblado del soporte del brazo.

4.6 Sujetador del sensor de desplazamiento(LVDT)

Para la construcción de este sujetador se necesitó 8 cm de un cilindro de aluminio de 5.08 cm. En el torno se refrentó en sus dos caras y cilindro hasta dejarlo en 5.355 cm de

diámetro. Se monto en un taladro vertical y se barreno. La pieza se corto en dos, una es la tapa. Esta tapa se monto en el taladro y se taladraron 2 agujeros con caja (abocardar) para un tornillo. En la otra pieza también se taladraron los mismos agujeros pero a estos se les hizo cuerda con un macho. Además a esta pieza se le taladraron 6 agujeros pequeños perpendiculares a su eje de rotación y opuestos entre sí.

A estos se les hizo cuerda con un macho, a 2 con la finalidad de introducir tornillos (prisioneros) que sujetan al sensor de desplazamiento y los restantes para atornillar el sujetador de un cilindro del microscopio. El sujetador se muestra en la figura 4.22.

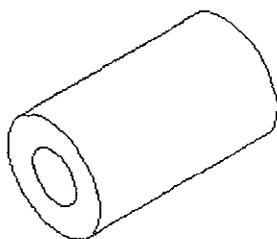


Figura 4.22 Sujetador del sensor de desplazamiento (LVDT).

Ensamblado del sujetador del sensor de desplazamiento

El sujetador del cilindro del microscopio es atornillado en los orificios que tiene de fabricación. El sensor de desplazamiento se introduce en el cilindro, casi queda justo, pero para mantenerlo firme se colocan los tornillos (prisioneros) hasta lograr el ajuste exacto, entonces la tapa es colocada y atornillada con los 2 tornillos correspondientes, queda así totalmente ensamblada esta pieza. La pieza ensamblada se aprecia en la figura 4.23.

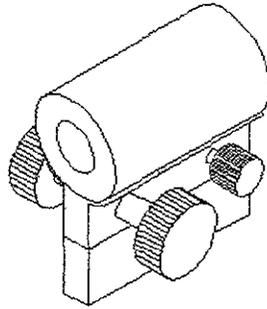


Figura 4.23 Ensamblado de sujetador del sensor de desplazamiento (LVDT).

4.7 Mesa

De forma adicional fue necesario construir la mesa donde se colocó, no sólo, el dilatómetro sino todos los elementos adicionales con los que cuenta y son necesarios, como son: una computadora, controlador de temperatura, una fuente de voltaje del LVDT y demás aditamentos necesarios tales como conexiones.

La mesa consiste de los siguientes elementos:

1. - Estructura
2. -Patas de nivel
3. -Madera

Estructura

La mesa se construyó con tubo cuadrado de acero de 5 cm. De una sección larga de este material se fue cortando tubo por tubo, según el diseño. Este corte se realizó con una cortadora de disco en donde su posición puede modificarse, de esta manera se pueden lograr los cortes rectos y a 45°.

Una vez obtenidos todos los cortes, se procedió a unirlos y soldarlos. Esto se realizo con una soldadora de arco eléctrico. Se fueron uniendo pieza por pieza hasta lograr poner en pie la mesa. Se soldaron además cuatro perfiles de 5 por 5 cm y en 3 tubos en forma de pestañas. Los perfiles previamente fueron cortados a tal dimensión con una cortadora de banda. Además se les taladro un diámetro de 1.27 cm. Para que al montar el dilatómetro quedara perfectamente nivelado y soportado, fue necesario soldar las pestañas con la base del dilatómetro colocada y de esta manera hacer los ajustes necesarios hasta que se logró el resultado deseado y óptimo. Entonces, se retiro la base y se procedió a soldar mejor las pestañas y a realizar las demás operaciones únicamente a la estructura.

Cuando la mesa quedo lista se limpio perfectamente con aguarrás para eliminar la grasa que tenia, y se pinto con un aerosol de color negro mate, de esta forma la mesa quedo lista en su parte estructural (figura 4.24).

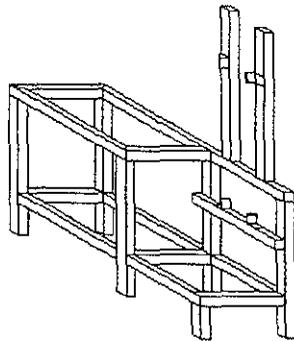


Figura 4.24 Estructura de la mesa.

Patas de nivel

Están construidas de latón (figura 4.25). Se cortaron 6 secciones de latón cuadrado de 5 cm con un largo de 10 cm. Esta operación se realizo con un cortadora, en el taller. De

manera adicional y con el mismo cortador se obtuvieron 6 secciones de latón hexagonal de 2.54 cm y con 10 cm de largo.

El latón cuadrado se monto en el torno y primero se realizó la operación de refrentar sus dos caras. Posteriormente se barreno un diámetro de 2.5 cm y se le hizo cuerda en el torno. Finalmente se desbaste muy poco, todo esto se realizo con cada una de las piezas cuadradas.

A las piezas de latón hexagonal se les refrentó en sus dos caras, como primera operación. Después se le cilindro la mitad para que se les hiciera cuerda igual a la del cuadrado de 5 cm, esta operación se realizo en el torno. En la otra parte se les hizo como flecha pero se elimino la punta, puesto que se refrentó cada una de ellas. Todas estas operaciones se realizaron en el torno.

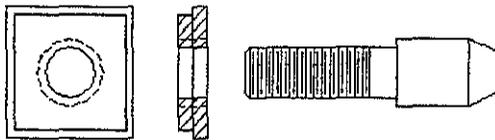


Figura 4.25 Patas de nivel.

Madera

La madera que se utilizó fue triplay, se corto en tres secciones una de 105 por 50 cm, otra de 90 por 50 cm y otra de 40 por 50 cm. Las esquinas que fueron necesarias cortar, se realizaron con segueta y serrucho. Se necesitaron 2 pequeñas tablas de 5 por 40 cm que se cortaron con el serrucho y 6 clavos. Estas tablas pequeñas se colocaron en la tabla de 105 por 50 cm en su parte inferior a manera de marco en los extremos.

Ensamblado de la mesa

En la estructura pintada, se colocaron las seis patas a presión y a estas se les enrosco cada una de sus respectivos hexágonos. Finalmente la madera fue colocada, la sección de arriba fue introducida a presión en el marco de acero y fijada con las maderas que se clavaron en sus costados. La madera de abajo fue fijada por los mismos cortes de cuadrados que se le practicaron en sus esquinas, la última tabla se encuentra sobrepuesta simplemente.

De esta forma la mesa quedo lista para que se colocaran todos los elementos que componen el dispositivo en general.

En la figura 4.26 se observa el diseño completo del dilatómetro y los elementos auxiliares.

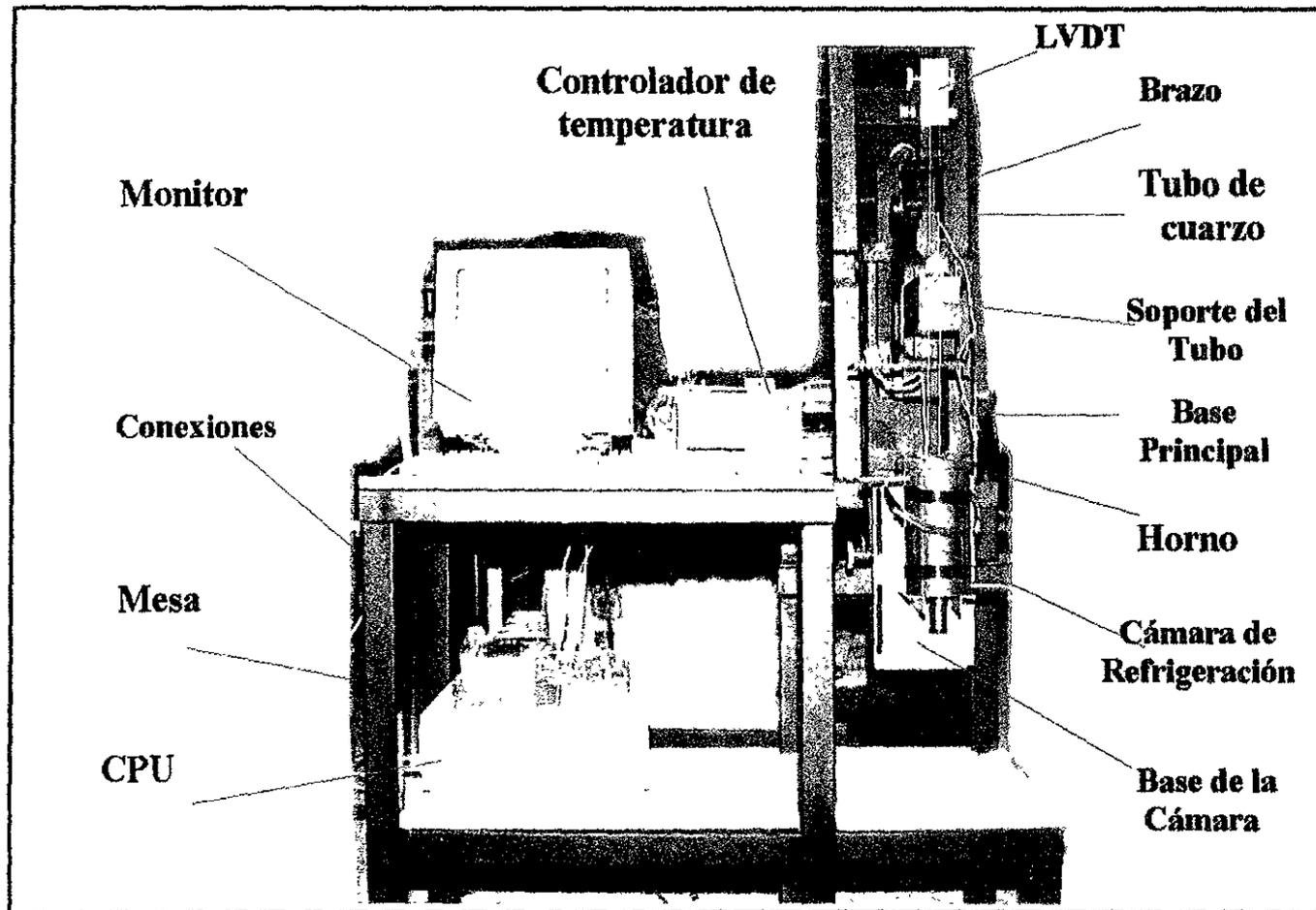


Figura 4.26 Dilatómetro completo

CAPÍTULO 5.

INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL

La instrumentación y control del dilatómetro se presenta en dos partes. Una es la tarjeta (hardware) necesaria y el programa (software) capaz de almacenar y procesar los datos obtenidos de tal forma de presentarlos en forma práctica y útil. Y la segunda son los sensores que determinan alguna de las variables como lo son el desplazamiento y la temperatura.

5.1 Tarjeta

Para este propósito se utilizó una tarjeta modelo Omega Das-16/16F que es multifuncional de alta velocidad que proporciona a la computadora una gran precisión en la adquisición de datos y análisis de señales de instrumentos. Los tableros están constituidos de multicapas con planos integrales. Dicha tarjeta se colocó en una computadora marca Acer 386, con 4.9 Mb en RAM por ser con la que se disponía.

5.2 Programa

Los datos obtenidos del desplazamiento y temperatura se almacenan y gráficán con ayuda de un programa desarrollado especialmente para este dispositivo con un software llamado “testpoint”, de uso frecuente en cuestiones de investigación por su fiabilidad y fácil manejo.

El programa llamado “Dilatom” se encarga de almacenar los datos de temperatura y desplazamiento en un intervalo de 10 segundos entre cada lectura. El programa nos permite guardar estos datos con extensión de Excel (*.xls) con la finalidad de poder analizar y someter a cálculos posteriores, como se explicara en el capítulo 7.

De manera general el programa se encuentra localizado dentro de Windows como cualquier otro programa, con su respectivo icono llamada "Dilatom". Una vez entrando al programa, se despliega una pantalla en donde se pueden observar los controladores de arranque y parar de la prueba, además de parámetros tales como canales de lectura, frecuencia de muestra, número de lecturas y la posibilidad de escoger la unidad y el nombre del archivo de almacenamiento y de manera importante nos muestra una gráfica de la prueba en tiempo real con las opciones de inspeccionar una sección en particular (zoom). Es así como podemos observar y analizar en el mismo instante de la prueba los resultados en forma preliminar. Cabe señalar que la gráfica desplegada corresponde a volts de temperatura contra volts de desplazamiento, para obtener K contra mm es necesario hacer cálculos (capítulo 7). La pantalla del programa "Dilatom" es la que se muestra en la figura 5.1.

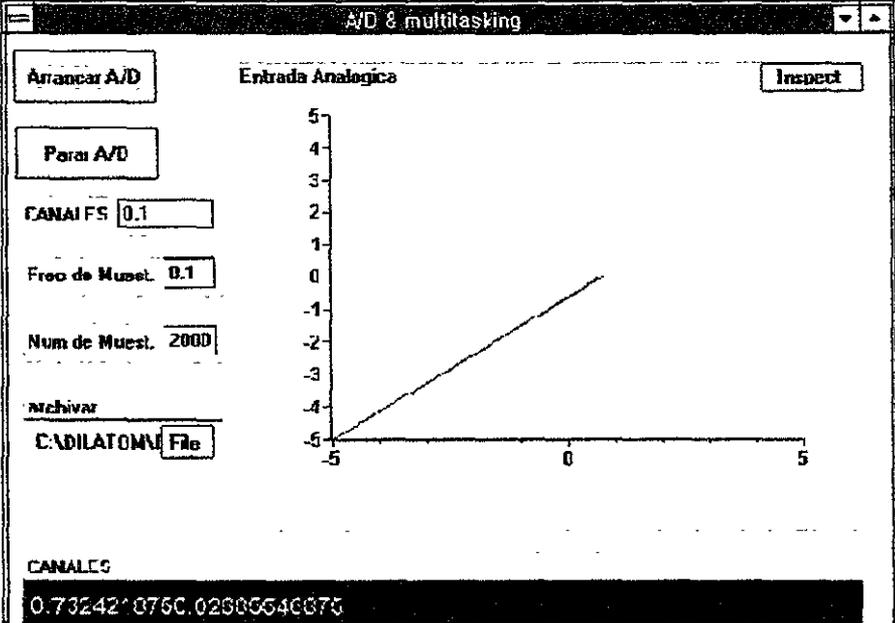


Figura 5.1 Pantalla del programa "Dilatom".

5.3 Sensor de desplazamiento (LVDT)

El tipo de sensor que mide el desplazamiento de la muestra y referencia es un transductor electromecánico llamado LVDT (Linear Variable Differential Transformer) o Transformador Diferencial Lineal Variable. Un transductor electromecánico tiene dos partes, un elemento sensor y un elemento transductor. El elemento sensor responde a la muestra y es modificada o convertida en alguna otra cantidad física compatible con el elemento transductor. Dicho sensor consiste de un cilindro hueco por donde se desplaza un núcleo capaz de proporcionar un voltaje dependiendo de su posición y sentido del movimiento.

El LVDT, mostrado en la figura 5.2, es el elemento más común de inductancia mutua. Este produce una señal de salida eléctrica proporcional al desplazamiento de una separación del núcleo movable. Una corriente alterna de excitación es aplicada al primario. Dos secundarios idénticos, simétricamente espaciados del primario, están conectados externamente en un circuito opuesto. El movimiento del núcleo magnético sin contacto varía de las inductancias mutuas de cada secundario con respecto al primario, el cual determina el voltaje inducido del primario a cada secundario.

Si el núcleo se sitúa al centro, entre los devanados secundarios, el voltaje inducido en cada secundario es idéntico y desfasado 180° , pero no existe salida final por lo que el voltaje de salida es cero. Si el núcleo se desplaza fuera del centro, la inductancia mutua del primario con un secundario estará tan grande como el otro, y una diferencia de voltaje aparecerá a través de los secundarios en serie. Para desplazamientos fuera del centro con el rango de operaciones, este voltaje es esencialmente una función lineal del desplazamiento.

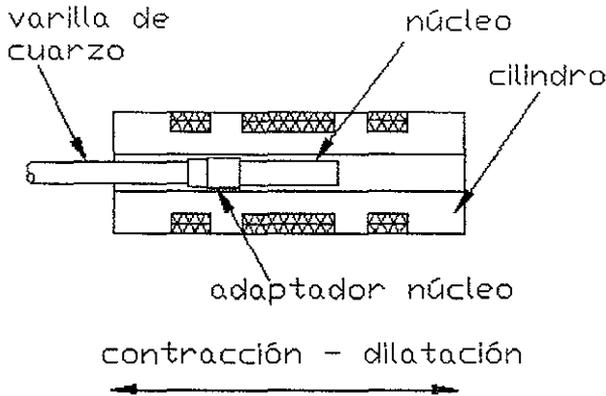


Figura 5.2 Sensor de desplazamiento LVDT.

Porque no existe contacto físico entre el núcleo y la bobina, los componentes mecánicos de un LVDT no se deterioran. La correspondiente ausencia de fricción da ciertamente una alta resolución y sin histeresis. La pequeña masa del núcleo y la falta de fricción aumenta la capacidad de respuesta para mediciones dinámicas. El LVDT no se afecta por sobre cargas mecánicas, por ello su fiabilidad es muy alta. El LVDT utilizado tiene un rango de lectura de ± 1.27 mm.

5.4 Sensores de temperatura

Fue necesario utilizar dos sensores de temperatura o termopares. Dichos sensores son de las mismas características y del tipo K, que es la unión de Níquel-Cromo y Níquel-Aluminio que se conoce como cromel-alumel. Uno de los termopares es de control y el segundo es el de la muestra. El termopar de control se encuentra ubicado muy cerca de la resistencia eléctrica y nos ayuda a conocer la temperatura en el horno y así poder controlar la inyección de corriente a dicha resistencia. Este termopar se encuentra conectado al controlador de temperatura.

El termopar de la muestra como su nombre lo indica se encuentra ubicado muy cerca de la muestra, con la finalidad de conocer la temperatura a que se encuentra en todo momento de la prueba. La señal de este termopar se dirige a la tarjeta que a su vez es gráfica en la pantalla en tiempo real. La señal de salida del termopar de la muestra fue amplificada, por esto se utilizó un amplificador de señal, esto por la necesidad de obtener a la salida unidades en volts en lugar de milivolts que nos proporciona el termopar normalmente. El amplificador tiene una ganancia de 1:100 y se muestra en la figura 5.3.

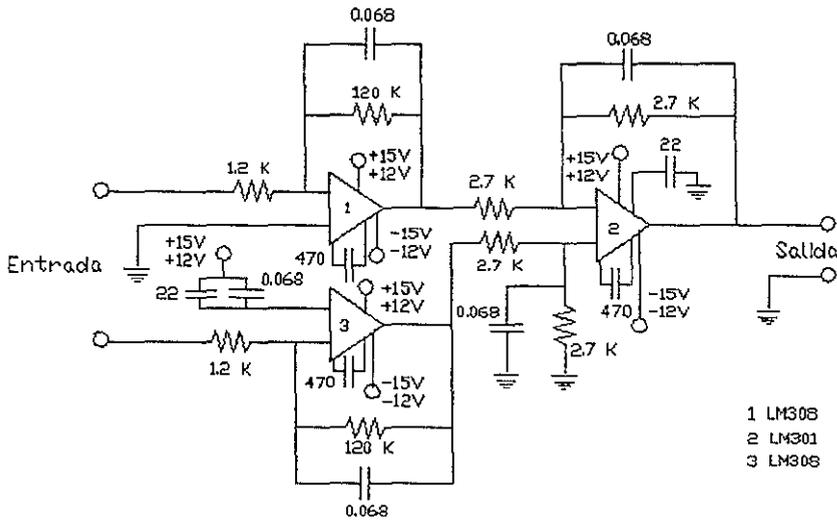


Figura 5.3 Diagrama del circuito amplificador (los valores de los capacitores son micro faradios)

Los dos termopares se encuentran colocados y aislados en un tubo de alúmina especialmente diseñado para aplicaciones industriales y en el laboratorios.

5.5 Controlador de temperatura

Es un dispositivo en el cual se puede programar un ciclo completo de calentamiento y enfriamiento con una velocidad determinada para cada prueba. En este caso, usamos un controlador de la marca Omega CN-2010 de fácil programación y manejo.

A este controlador se encuentran conectadas tanto la resistencia del horno y el termopar de control. Mediante estas dos conexiones es posible saber la potencia necesaria a inyectar en la resistencia para aumentar la temperatura del horno. En la pantalla (figura 5.1) se pueden observar tanto la temperatura programada como la temperatura a la que se encuentra en ese instante. Para cada prueba en materiales diferentes es necesario programar un ciclo de calentamiento y enfriamiento específico.

CAPÍTULO 6. CALIBRACIÓN

6.1 Calibración del LVDT

Para su calibración fue necesario montar el LVDT en un tornillo micrométrico de precisión (figura 6.1) con el que se hicieron una serie de desplazamientos conocidos en sentidos positivo y negativo, en ambos casos se midió el voltaje de salida. Dicho tornillo micrométrico es capaz de proporcionar una medición mínima de 10 micras (0.01 mm) con una carrera de 25 mm para cada sentido. De esta forma se calibro el LVDT y se obtuvo una gráfica mediante la cual se determino una ecuación que relaciona el voltaje contra desplazamiento (tabla 6.1).

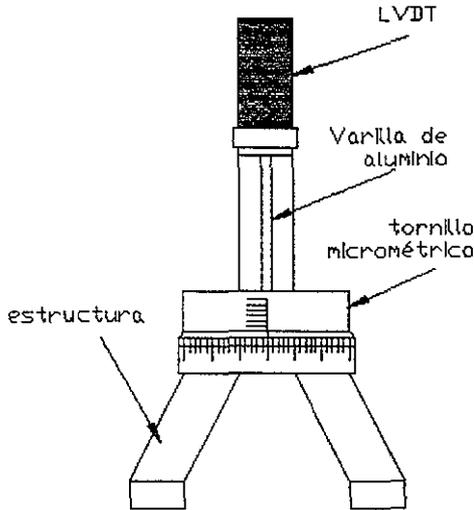


Figura 6.1 Tornillo Micrométrico de Precisión

Tabla 6.1 Calibración del sensor de desplazamiento LVDT

mm		volts (+)		volts (-)	
0	+/-0.005	0	+/- 0.005	0	+/-0.005
0.25		2.18		-2.17	
0.5		4.19		-4.2	
0.75		6.17		-6.18	
1		8.14		-8.13	

6.2 Calibración de los sensores de temperatura

Ambos termopares se calibraron respecto a un termopar de referencia con ayuda de un medidor de temperatura especialmente diseñado para termopares tipo K. Adicionalmente se hicieron pruebas con un termopar de referencia introduciendo ambos en el mismo lugar y observando que su señal de salida estuviera en equilibrio. Los valores correspondientes de milivolts contra temperatura los encontramos en manuales. Para el termopar de control no es necesario ningún aditamento especial, ya que el controlador de temperatura esta diseñado para reconocer lecturas de diversos termopares, entre ellos el tipo K.

Para el termopar de la muestra y el amplificador fue necesario obtener una calibración capaz de ayudarnos a cálculos posteriores. Dicha calibración corresponde a una tabla y su ecuación que nos relaciona volts amplificados contra temperatura (K). Con esta ecuación es posible determinar la temperatura en los datos almacenados por el programa durante la prueba. Los valores de calibración del termopar de la muestra se muestra a continuación (Tabla 6.2).

Tabla 6.2 Relación de voltaje amplificado contra temperatura (K)

volts	K	volts	K	volts	K
0.015 +/-0.001	298 +/- 1	1.396 +/-0.001	623 +/- 1	2.777 +/-0.001	948 +/- 1
0.121	323	1.502	648	2.883	973
0.227	348	1.608	673	2.989	998
0.333	373	1.715	698	3.096	1023
0.44	398	1.821	723	3.202	1048
0.546	423	1.927	748	3.308	1073
0.652	448	2.033	773	3.414	1098
0.758	473	2.14	798	3.521	1123
0.865	498	2.246	823	3.627	1148
0.971	523	2.352	848	3.733	1173
1.077	548	2.458	873	3.839	1198
1.183	573	2.565	898		
1.29	598	2.671	823		

6.3 Calibración del Dilatómetro

La primera prueba realizada con el dilatómetro fue una calibración del sistema completo, es decir probar su funcionamiento y parámetros generales, tales como la dilatación del material de referencia (cuarzo).

Se programó un ciclo de calentamiento de temperatura ambiente a 1223 K (950°C) con una velocidad de 10K/min. Con este mismo ritmo se procedió al enfriamiento hasta temperatura ambiente. Durante este mismo lapso en el programa "Dilatom" se almacenaron los datos y se gráfico la prueba (Tabla 6.3).

Tabla 6.3 Calibración del Dilatómetro (dilatación del cuarzo)

K	mm	°C	mm
298 +/- 1	0 +/-0.005	773 +/-1	0.0028 +/-0.005
323	0.0015	823	0.003
373	0.0016	873	0.0032
423	0.0018	923	0.0033
473	0.0019	973	0.0035
523	0.0021	1023	0.0036
573	0.0022	1073	0.0038
623	0.0024	1123	0.0041
673	0.0025	1173	0.0046
723	0.0027		

Como podemos observar, la dilatación del material de referencia (cuarzo) es muy pequeña, cae dentro del intervalo de incertidumbre de las mediciones +/- 0.005 mm en un intervalo de temperatura significativo (300 a 1173 K), por ello para ciertos casos donde el material de estudio no alcance una temperatura de calentamiento importante podemos despreciar la dilatación del material de referencia (cuarzo).

CAPÍTULO 7.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1 Características de la muestra

Cuando es posible, la muestra debe ser de por lo menos 2.5 cm de longitud y 0.317 cm de diámetro.

Las superficies finales de la muestra (tan bien como las superficies de contacto del sujetador de la muestra o varilla, o ambas) no deben ser rugosas y deben ser de forma plana. Evitar muestras con puntos finales que puedan deformarse durante una prueba.

La siguiente figura ilustra el tamaño de muestra sugerido para la prueba, así como la colocación dentro del tubo de cuarzo (figura 7.1).

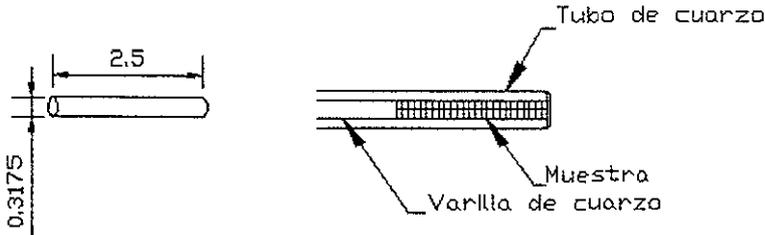


Figura 7.1 Tamaño de muestra sugerido y colocación dentro del tubo (acotaciones en cm)

Con el presente diseño se busco adicionalmente, experimentar con materiales de naturaleza diferente, es por ello que una de las ventajas del dilatómetro radica en la utilización de muestras de tamaño menor a la sugerida por la Norma ASTM E 228, este tipo de muestras se usaron en estudios relacionados con transiciones de fase, los resultados se explican más adelante con mayor detalle.

7.2 Procedimiento

1. Medir la longitud inicial de la muestra (temperatura ambiente).
2. Permitir la circulación de agua en la cámara de enfriamiento.
3. Poner la muestra en el dilatómetro después de tener la certeza que todas las superficies estén libres de material extraño. Asegurándose de un buen asentamiento de la muestra en posición estable.
4. Poner el sensor de temperatura a mitad de la longitud de la muestra. De preferencia estar en íntimo contacto con la muestra, pero debe estar tan cerca de la muestra como sea posible. El sensor de temperatura no debe moverse de la muestra en el Dilatómetro.
5. Asegurarse que el transductor este en contacto estable con la muestra a través de la varilla de cuarzo y ajustarlo en un valor determinado.
6. Permitir que la temperatura de la muestra alcance el equilibrio dentro del horno.
7. Grabar las lecturas iniciales del sensor de temperatura y el LVDT.
8. Medir la expansión y contracción de la muestra en el intervalo de temperatura requerida.

7.3 Pruebas y cálculos

Se realizaron pruebas a diversos materiales, entre ellos se encuentran metales tales como aluminio, zinc, cobre, plomo, cadmio y acero. Estos materiales fueron maquinados en un torno con la finalidad de obtener las especificaciones antes referidas. Primero se obtiene la gráfica de dilatación lineal térmica directamente de los datos almacenados en el programa y con estos se calcula en coeficiente de dilatación lineal térmico (α).

En este trabajo también se realizaron pruebas a materiales como huesos de diferentes seres vivos y cristales iónicos. Para estas pruebas se consideraron diferentes tamaños de muestra y que se explicara más adelante en el análisis que se presenta para cada uno de ellos. La misma situación se presentó para muestras de diente y cascarón de avestruz.

Como se había mencionado los datos desplegados en la pantalla de programa y los datos almacenados corresponden a variación de longitud vs variación de temperatura ambos medidos en volts. Para ello es necesario convertirlo en sus unidades correspondientes como son K y mm respectivamente. Con esa finalidad utilizamos las siguientes ecuaciones que se obtienen de la tabla 6.1 y 6.2 del capítulo anterior.

Para obtener el desplazamiento:

$$y = 0.1147x - 0.00003 \quad (\pm 0.001) \quad (\text{ec.7.1})$$

donde:

$$y = \text{mm}, x = \text{volts}$$

Para obtener la temperatura:

$$y = 235.31x + 294.43 \quad (\pm 1) \quad (\text{ec.7.2})$$

donde:

$$y = K, x = \text{volts}$$

Ambas ecuaciones se obtuvieron de la calibración tanto del sensor de temperatura de la muestra y de desplazamiento, mostrado en el capítulo 6.

Con los datos anteriores, podemos calcular ahora el coeficiente de expansión lineal térmico (α) con la siguiente expresión:

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \left(\frac{\Delta l}{\Delta T} \right) \quad (\text{ec.7.3})$$

donde:

α = coeficiente de expansión lineal térmico

l_0 = longitud inicial de la muestra

Δl = cambio instantáneo en longitud

ΔT = variación instantánea de temperatura

Con lo anterior se procedió a hacer experimentos de dilatación en diferentes materiales.

7.3.1 Resultados en Metales

Aluminio

Esta prueba se realizó de temperatura ambiente hasta una temperatura de 773 K (500°C), el punto de fusión del aluminio es de 933 K (660.4°C), la muestra tenía 25.2 mm de longitud y 3.4 mm de diámetro. Se siguieron los pasos referidos en el punto 7.2 del procedimiento. Teniendo el siguiente gráfico (figura 7.2), una vez aplicando la ecuaciones 7.1 y 7.2.

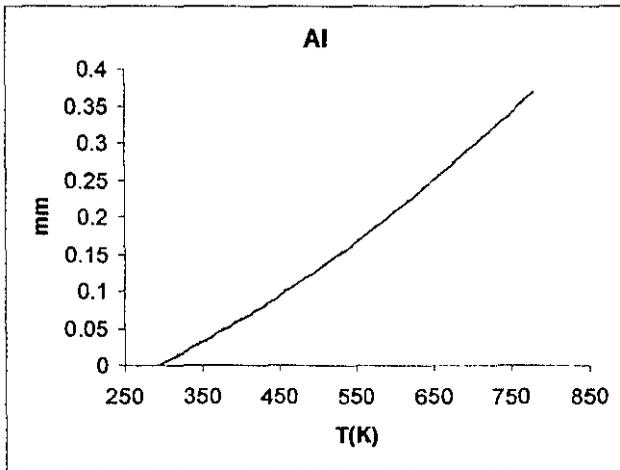


Figura 7.2 Dilatación del aluminio

Aplicando la ecuación 7.3 se obtiene la gráfica del coeficiente de expansión lineal térmico (α), que se muestra en la figura 7.3. y se compara con el valor encontrado en la literatura⁷.

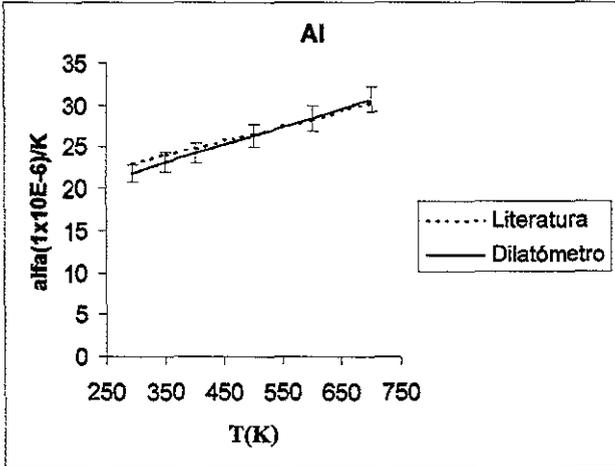


Figura 7.3 Coeficiente de expansión lineal térmico del aluminio

En la comparación de los datos obtenidos experimentalmente encontramos un coeficiente de expansión lineal térmico a temperatura ambiente de $21.87 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$ y la bibliografía reporta un valor de $23 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$. A esta temperatura en los dos valores se presenta una pequeña variación, pero en el resto del intervalo se presentan resultados muy parecidos, como podemos observar en la figura 7.3.

Cadmio

Para este material se programo un calentamiento hasta 493 K (220°C), considerando que su punto de fusión es de 594 K (321.1°C). La muestra tenia 25.22 mm de largo y un diámetro de 3.12 mm. Los pasos de punto 7.2 se siguieron, obteniéndose el gráfico 7.4.

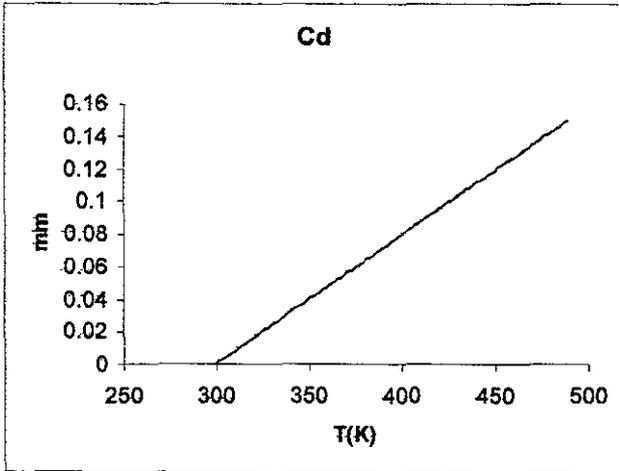


Figura 7.4 Dilatación del Cadmio

La figura 7.5 ilustra el coeficiente de expansión lineal térmico (α).

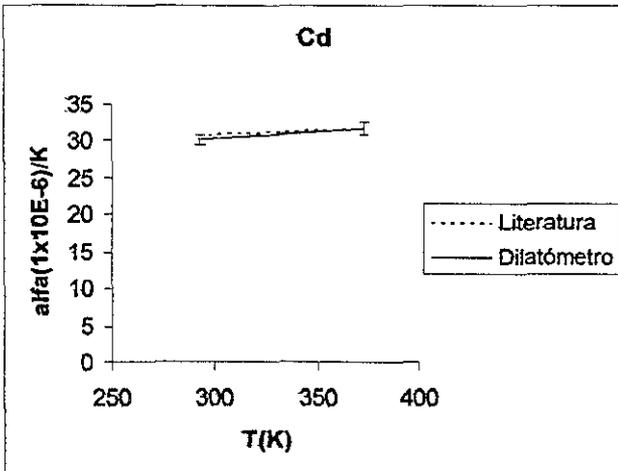


Figura 7.5 Coeficiente de expansión lineal térmico del Cadmio

En esta prueba encontramos una dilatación lineal a lo largo de todo el calentamiento. A temperatura ambiente resulta que la dilatación lineal térmica del plomo reportado en la

literatura es de $31 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$. El valor calculado con los datos obtenidos nos da de $30.23 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$. Una vez más en esta segunda prueba se presenta una pequeña variación entre los dos valores a temperatura ambiente, sin embargo para el resto del intervalo, los valores concuerdan en general.

Plomo

El punto de fusión del plomo es de 600 K (327.4°C) y por ello el calentamiento se llevo únicamente hasta 483 K (210°C). La muestra tenia las siguientes dimensiones: 25.52 mm de longitud y 3.4 mm de diámetro. se obtuvo la siguiente gráfica de la dilatación lineal térmica (figura 7.6).

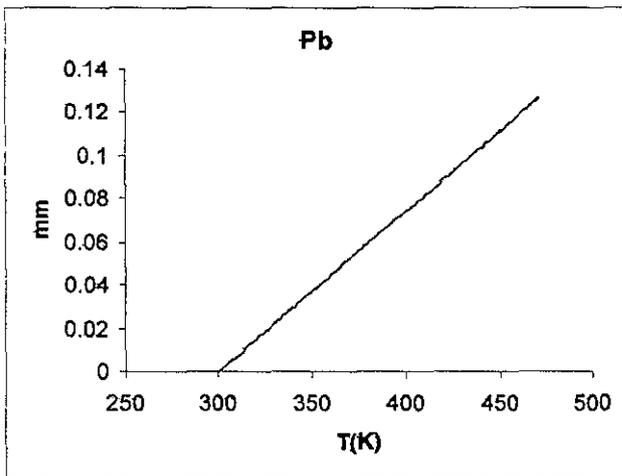


Figura 7.6 Dilatación térmica del Plomo

El coeficiente de expansión lineal térmico del plomo se muestra en la figura 7.7.

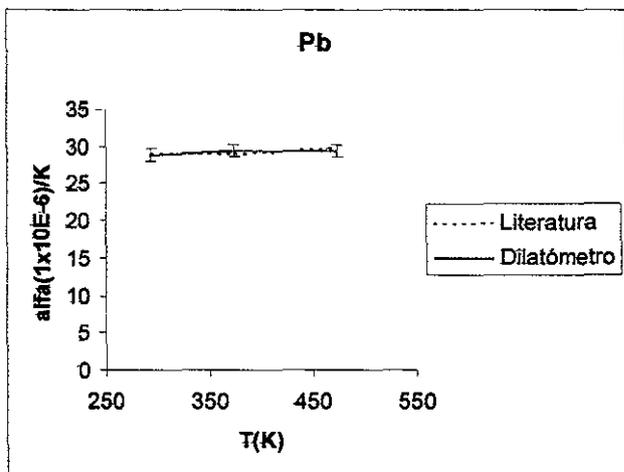


Figura 7.7 Coeficiente de expansión lineal térmico del plomo

De las pruebas realizadas el plomo muestra un comportamiento muy semejante a los valores de la literatura, a temperatura ambiente el coeficiente de expansión lineal térmico en los libros es de $28.7 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$ y el calculado es de $28.8 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$. En todo el intervalo de comparación los dos valores son casi el mismo, como se ve en la figura 7.7.

Zinc

Este material se calentó hasta una temperatura de 503 K (230°C), su punto de fusión es de 693 K (420°C). Tenía las siguientes dimensiones: una longitud de 16 mm y un ancho de 3.4 mm. Esta fue una muestra con forma rectangular y menor tamaño que las demás. La figura 7.8 ilustra la dilatación térmica de material para el intervalo de temperatura referido. El coeficiente de expansión lineal térmico (α) del zinc se muestra en la figura 7.9.

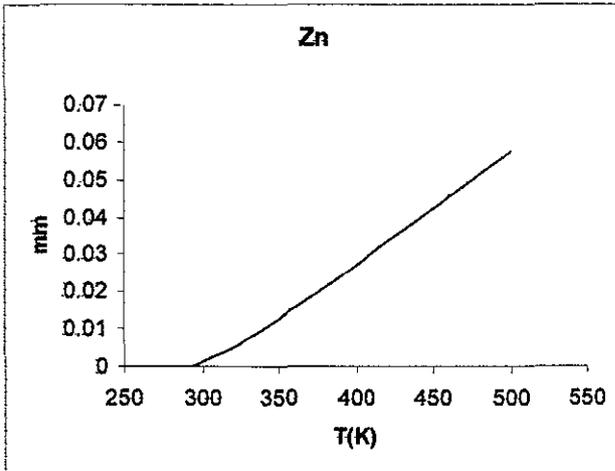


Figura 7.8 Dilatación térmica del Zinc

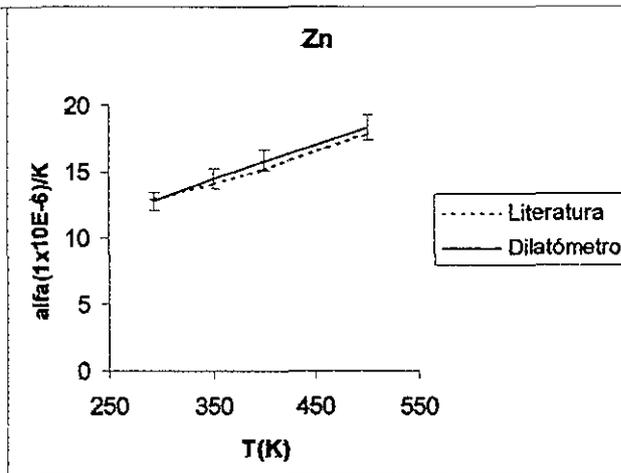


Figura 7.9 Coeficiente de expansión lineal térmico del Zinc

La comparación se presenta de temperatura ambiente hasta 500 grados en temperatura absoluta (K). Para el zinc encontramos en los libros un valor a temperatura ambiente del coeficiente de expansión lineal térmico de $13 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$ y el calculado en este

trabajo es de $12.82 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$. Este material presenta valores ligeramente superiores a los libros pero como se puede ver no se encuentran demasiado lejos uno del otro y su comportamiento es similar a lo largo del intervalo de calentamiento.

Cobre

Para este material se alcanzó una temperatura de calentamiento de 1173 K (900°C). Ya que el punto de fusión del cobre es de 1357 K (1084°C), la muestra tenía las siguientes dimensiones: una longitud de 25 mm y un diámetro de 3.16 mm. El resultado de la dilatación lineal térmica se muestra a continuación (figura 7.10).

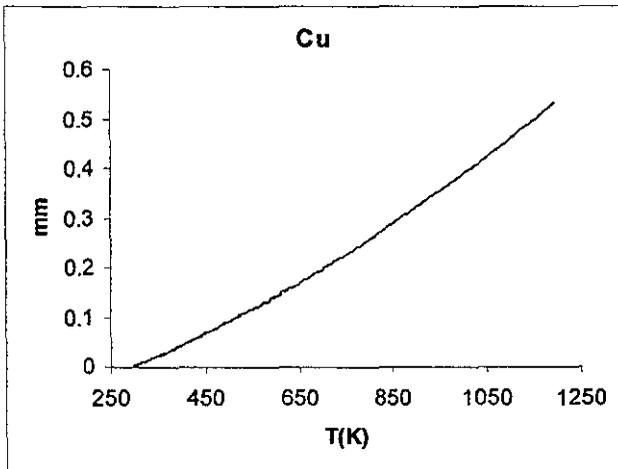


Figura 7.10 Dilatación térmica del cobre

La figura 7.11 ilustra el coeficiente de dilatación lineal térmico del cobre.

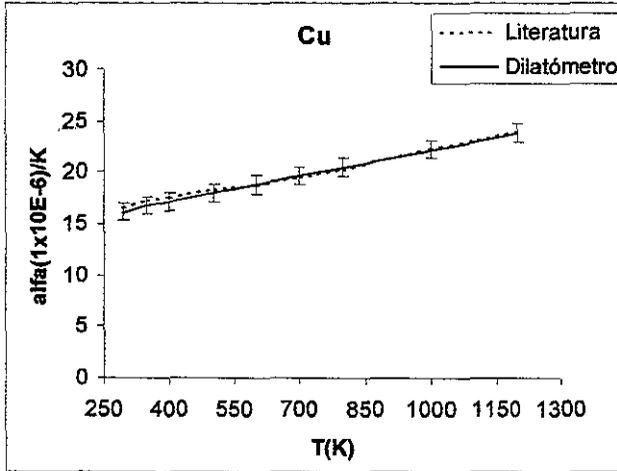


Figura 7.11 Coeficiente de expansión lineal térmico del cobre

En este material se presenta un valor calculado en el coeficiente de expansión lineal térmico de $16.14 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$ y el valor encontrado en los libros es de $16.7 \times 10^{-6} \text{ mm/mm K}$, lo cual resulta muy parecido, para el resto del intervalo es muy parecido el valor de los libros con nuestros resultados, como se observa en la figura 7.11.

Acero

Este material es un acero de bajo carbono 0.1%. El estudio se realizó de temperatura ambiente hasta 1173 K (900°C), con las siguientes dimensiones: longitud de 25.84 mm y diámetro de 3.34 mm. La figura 7.12 ilustra la dilatación térmica que se obtuvo, mientras la figura 7.13 corresponde al coeficiente de expansión lineal térmico (α) de este acero.

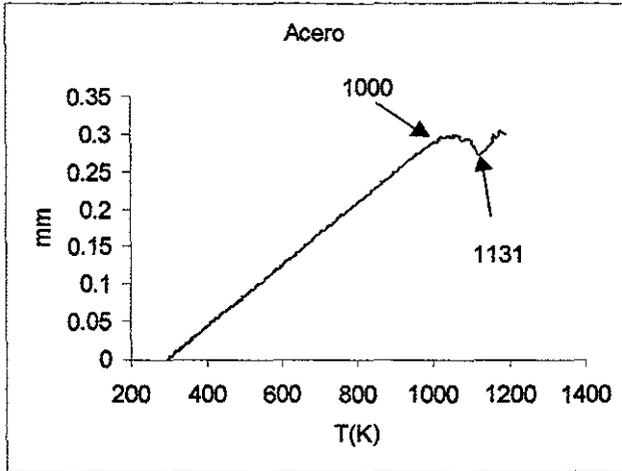


Figura 7.12 Dilatación térmica del acero

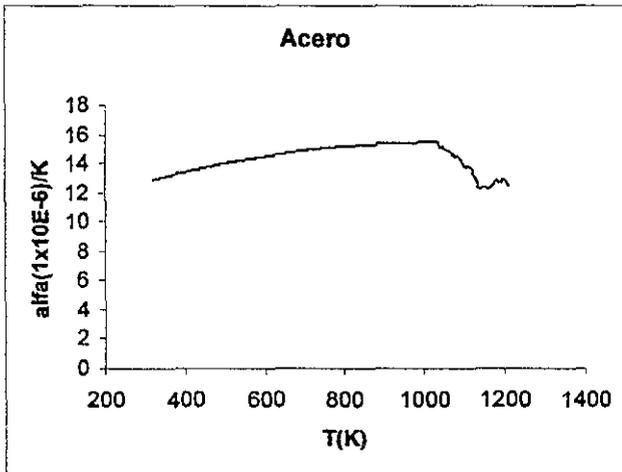


Figura 7.13 Coeficiente de expansión lineal térmico del acero

Hasta este momento las pruebas analizadas en este capítulo presentan una dilatación que se comporta lineal durante todo el intervalo de temperatura seleccionado. Pero esta prueba

es muy representativa ya que este material es una aleación de Fe con C y es posible observar dos cambios de fase uno cerca de los 1000 K y el otro por los 1130 K, como se observa en la figura 7.12, los cambios de fase se presentan como un variación en el comportamiento de la dilatación a dichas temperaturas.

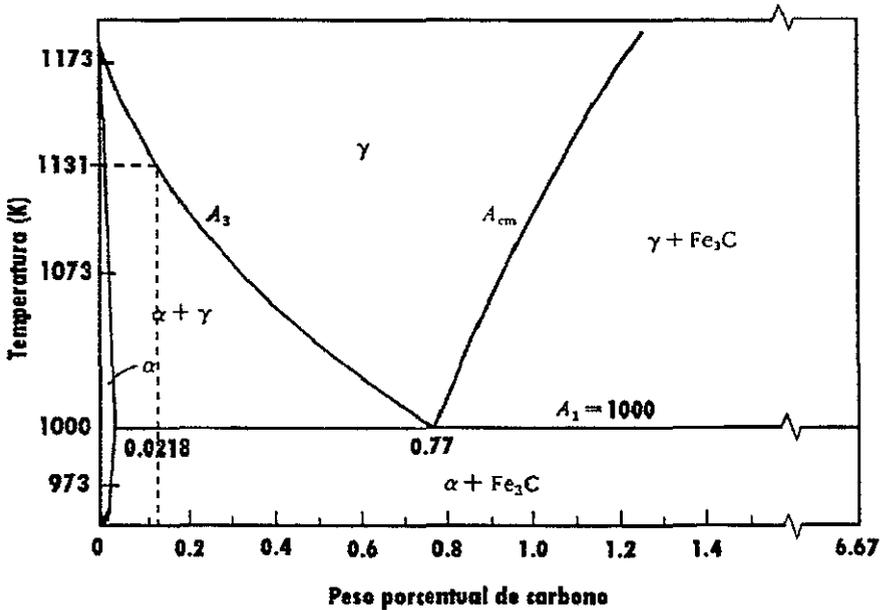


Figura 7.14 Diagrama de fases del acero

Si observamos el diagrama de fases del acero de la figura 7.14, para una composición de 0.12% de carbono. De temperatura ambiente hasta 973 K, el material no presenta cambios de fase, es por ello que el análisis se limita a temperaturas superiores. Hasta cerca de 1000 K (temperatura eutectoide) la estructura del material presenta una forma de $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ (ferrita + cementita), pasando esta temperatura el acero cambia de fase al pasar de $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ a una estructura $\alpha + \gamma$ y esto en la gráfica de dilatación (figura 7.12) se presenta en un cambio de pendiente en la recta, que es una contracción. Al llegar a 1131 K, el acero con composición de 0.12% C cambia nuevamente a otra estructura, de (alfa + gama) $\alpha + \gamma$ pasa a γ únicamente, como lo podemos observar en la figura 7.14, mientras que en la gráfica de dilatación (figura 7.12) este cambio de fase se observa en una

variación de la dirección y la pendiente, presentándose una dilatación nuevamente. Como se puede observar, mediante una prueba de dilatación lineal térmica es posible determinar en forma aproximada el % de carbono en el acero.

7.3.2 Resultados en cristales

Como ejemplo de las posibles aplicaciones del dilatómetro, se hicieron experimentos de expansión térmica en una serie de cristales de Yoduro de Potasio (KI). Se sabe que la introducción de impurezas catiónicas bivalentes D^{+2} en este tipo de cristales, da lugar a su vez a la formación de vacancias catiónicas negativas que compensan el exceso de carga de la impureza.

Esto es rigurosamente cierto cuando los cristales se enfrían lentamente desde temperaturas elevadas, dando lugar a la formación de precipitados de impurezas y vacancias altamente coherente con la red del cristal lo cual altera la densidad del material.

En nuestro caso, hicimos calentamientos para un cristal sin impurezas y para cristales impurificados, partiendo de dos diferentes estados de agregación inicial de la impureza.

Yoduro de Potasio (Puro)

Este material se calentó de temperatura ambiente hasta 773 K (500°C), también se observó el enfriamiento. La muestra tenía las siguientes dimensiones : 9.036 mm de largo y un ancho de 2.397 mm. Su dilatación y contracción se muestran en la figura 7.15.

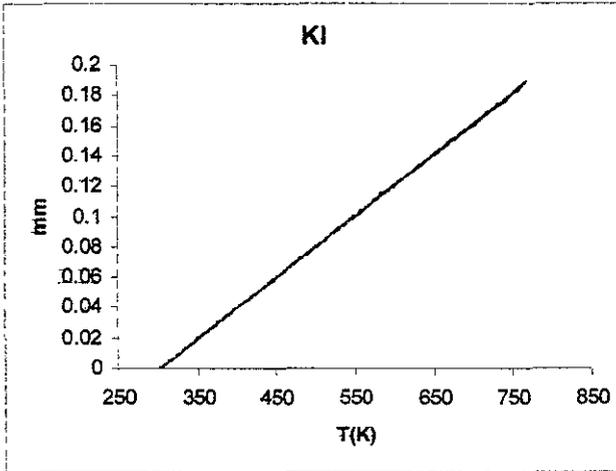


Figura 7.15 Comportamiento del Yoduro de Potasio (puro)

En cuanto a los resultados en cristales, en donde se observan tanto el calentamiento como el enfriamiento, encontramos que la prueba realizada en Yoduro de Potasio la dilatación es lineal en todo el intervalo y los valores tanto de dilatación (calentamiento) como de contracción (enfriamiento) son prácticamente los mismo. Es decir el material se dilata cerca de 0.153 mm y al contraerse regresa a sus dimensiones originales. Esto se observa en la figura 7.15 pero físicamente fue comprobado mediante una medición con el tornillo micrométrico, después de la prueba.

Para esta prueba se calculo el coeficiente de expansión lineal térmico y se comparo con los valores encontrados en la literatura⁷ (figura 7.16).

Y como se podrá observar los valores coinciden en el intervalo de temperatura investigado.

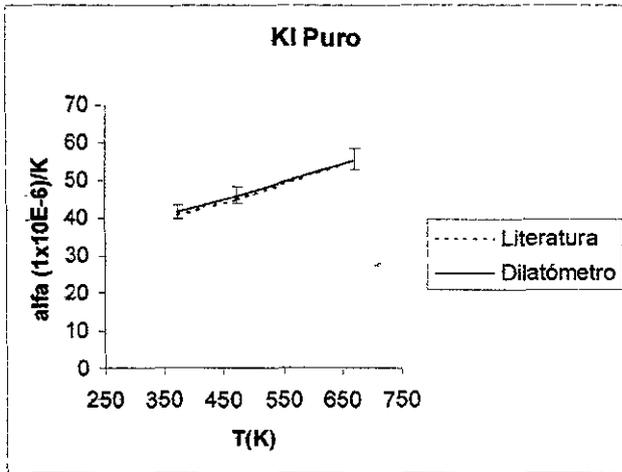


Figura 7.16 Coeficiente de expansión lineal térmico de KI

Yoduro de Potasio con Europio (KI:Eu⁺², 0.5%) templado a 493 K(220°C) por 2 h
 Antes de realizar la prueba se templo la muestra con la finalidad de observar el comportamiento con la impureza en solución sólida en el dilatómetro. La muestra permaneció en el horno por espacio de 2 hrs a 493K (220°C). De manera adicional se le práctico una prueba de luminiscencia (no mostrada en este trabajo) antes de la dilatación para verificar el estado de agregación del Europio.

En esta prueba podemos observar que la dilatación es lineal en todo el intervalo de temperatura, pero a diferencia de el cristal puro, en esta prueba se observa una diferencia en el desplazamiento entre el intervalo de calentamiento y el enfriamiento. La dilatación y contracción se muestran en la figura 7.17.

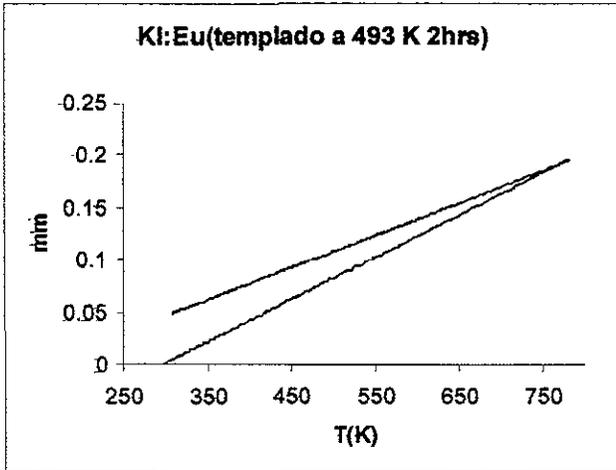


Figura 7.17 Comportamiento de KI:Eu⁺², previamente templado a 493 K(220°C) por 2 hrs

Para esta prueba se presenta su coeficiente de expansión lineal térmico y en comparación con el KI Puro (figura 7.18).

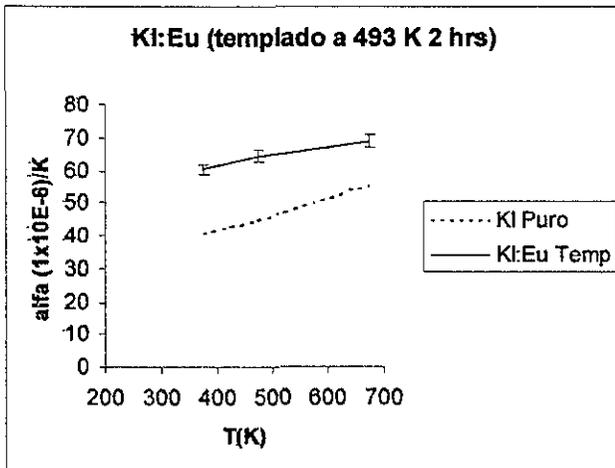
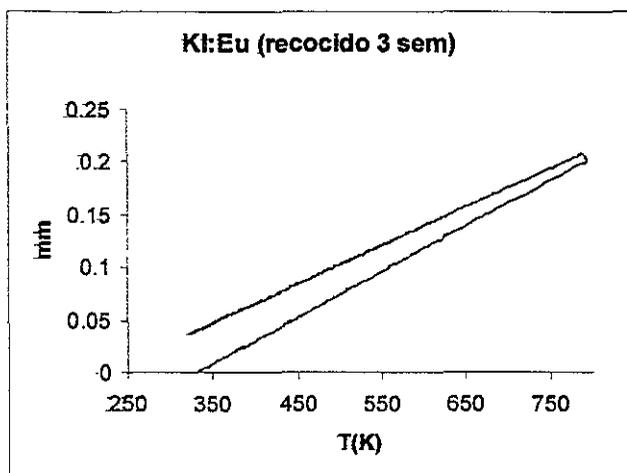


Figura 7. 18 Coeficiente de expansión lineal térmico de KI:Eu⁺² templado a 493 K por 2 hrs

Yoduro de Potasio con Europio (KI:Eu⁺², 0.5 %) templado desde 773 K (500°C) y recocido a 473 K (200°C) por 3 semanas

Esta muestra se templó de la misma forma que la anterior para disolver la impureza, después se dejó a 473 K (200°C) por tres semanas para inducir la formación de precipitados de Eu⁺². Esto último se verificó mediante el espectro de luminiscencia. La gráfica de dilatación y contracción se muestra en la figura 7.19.



7.19 Comportamiento de KI: Eu⁺², previamente templado a 773 K (500°C) y recocido a 493 K (200°C) por 3 sem.

En esta muestra se observa un comportamiento similar al descrito en el punto anterior. La dilatación se presenta lineal pero el recorrido en el enfriamiento la recta cambia de pendiente provocando un aumento en el alargamiento de material como se observa en su gráfica (figura 7.19). Para esta prueba se presenta también el coeficiente de expansión lineal térmico en comparación con el KI Puro reportado en la literatura (figura 7.20).

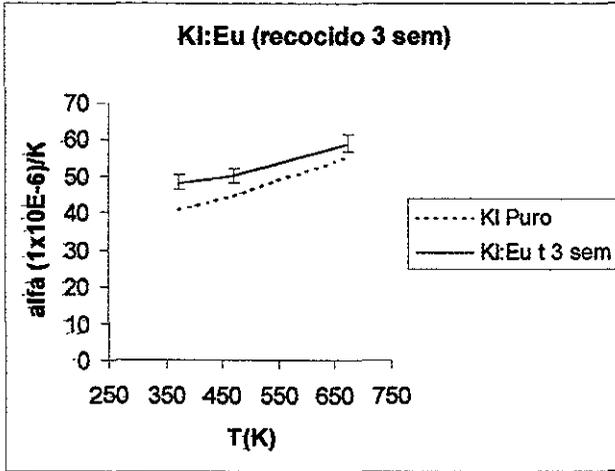


Figura 7.20 Coeficiente de expansión lineal térmico del KI:Eu⁺² templado por 3 sem.

Como podemos observar el coeficiente de expansión lineal térmico del cristal con impurezas y tratado térmicamente presenta un valor mayor en relación con el KI puro. Mientras que el valor de KI se encuentra cerca de $40 \times 10^{-6} \text{mm/mm K}$, en el cristal con impurezas y templado por 2 hrs se encuentra por arriba de $55 \times 10^{-6} \text{mm/mm K}$. Y el cristal con impurezas recocido por 3 semanas presenta un valor cercano a $45 \times 10^{-6} \text{mm/mm K}$.

Para esta clase de material no se presenta una discusión de los resultados con mucha profundidad sólo hemos mostrado una de las tantas aplicaciones posibles que presenta el dilatómetro.

3.3 Resultados en huesos

Los huesos al igual que el cascarón de avestruz y el esmalte dental son analizados con diferentes tipos de técnicas para conocer las propiedades térmicas, mecánicas, eléctricas, etc., que son muy importantes para la ciencia de los biomateriales. Los resultados obtenidos con los huesos forman parte de un estudio más profundo utilizando además,

diversas técnicas de análisis térmico aparte de la de dilatación, como lo son Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC) y Análisis Termogravimétrico (TGA). En esta clase de estudios, se cuantifica la transferencia de energía entre la muestra y un material de referencia (DSC), así como la pérdida en peso (TGA).

Fémur humano

Esta prueba se realizó desde temperatura ambiente hasta 1173 K (900°C) y con una muestra de las siguientes dimensiones: de longitud 6.22 mm y 2.5 mm de ancho. En éste caso, se obtuvo la siguiente gráfica (figura 7.21).

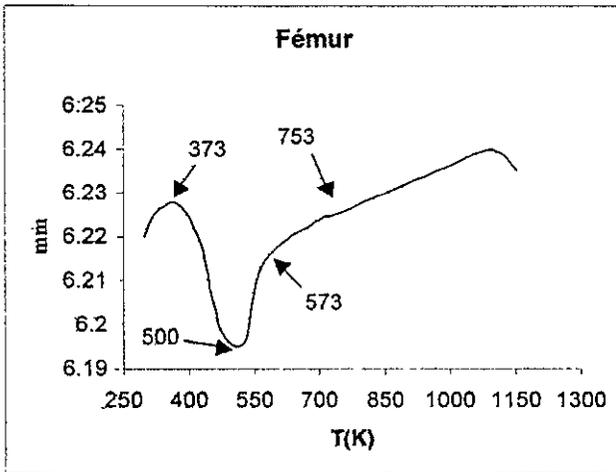


Figura 7.21 Comportamiento térmico de un hueso de fémur

Los huesos están constituidos de dos elementos principales que son la hidroxiapatita y la colágena (proteína). En todos los huesos estudiados en este trabajo en términos generales (hueso de pollo, fémur y cráneo de humano con colágena) se presenta el mismo comportamiento, en términos generales, con variaciones mínimas que están relacionadas también con la antigüedad de la muestra y el porcentaje de material orgánico presente.

Las gráficas de DSC (figura 7.22) y TGA (figura 7.23) del estudio en el hueso de fémur se muestran para ilustrar el análisis que en general se hace en esta clase de materiales.

Con estas pruebas es posible encontrar la temperatura a la que la proteína (colágena) se desintegra y como este fenómeno se refleja en cada uno de las gráficas. De esta forma, se pretende dar una conclusión global y de manera preliminar podemos mencionar para la prueba del fémur, que el comportamiento mostrado durante la prueba en el dilatómetro presenta una dilatación inicial de temperatura ambiente hasta cerca de los 373 K (100 °C), en este mismo intervalo de temperatura el DSC muestra una ganancia de energía y pérdida de peso en TGA, esto es debido a la pérdida de agua. En el intervalo de 373 a 500 K (100 a 227°C) se presenta una contracción y en el mismo intervalo el DSC muestra un cambio en la curva que se refleja en la ganancia de energía respecto al intervalo anterior y en TGA presenta una pequeña caída en la forma de la curva en pérdida de peso. En el intervalo de 500 a 613 K (227 a 340°C) la muestra vuelve a dilatarse cambiando la pendiente en 573 K (300 °C) y en DSC se observa una ganancia considerable de energía y el pico máximo de la curva (613 K), en TGA la pérdida se presenta con una pendiente bien definida en este intervalo. En la muestra se presenta en el intervalo de 613 a 753 K (340 a 480°C) una dilatación con una pequeña pendiente, esto es posible observarlo en el DSC como una caída considerable y posterior ganancia pequeña de energía, en el TGA la forma de la pendiente cambia con respecto al intervalo anterior como se puede observar en la gráfica. (200 a 600°C) la combustión de la colágena. El estudio en DSC alcanza el intervalo hasta 873 K, pero en el dilatómetro es posible observar en el intervalo 873 a 1073 K (600 a 800°C) aproximadamente, la dilatación del material con una pendiente muy pequeña y en TGA, en este mismo intervalo, se presenta un comportamiento similar donde su porcentaje de pérdida de peso es mínima. En términos generales el comportamiento de el hueso es el siguiente. de temperatura ambiente a 473 K (200 °C) se

presenta una deshidratación, de 473 a 873 K (200 a 600°C) se presenta la combustión de colágena y de 873 a 1073 (600 a 800°C) salen los carbonatos CO_2 .

Por encima de 1073 K (900°C) la muestra presenta únicamente carburos de hidroxiapatita y en el dilatómetro podemos observar, en este intervalo, la caída en su longitud lo que refleja desintegración del material⁸.

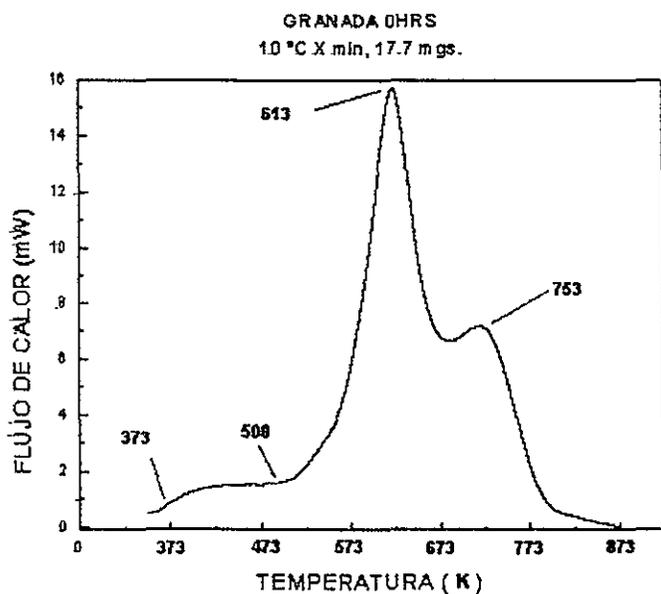


Figura 7.22 Técnica de Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC) en hueso de fémur

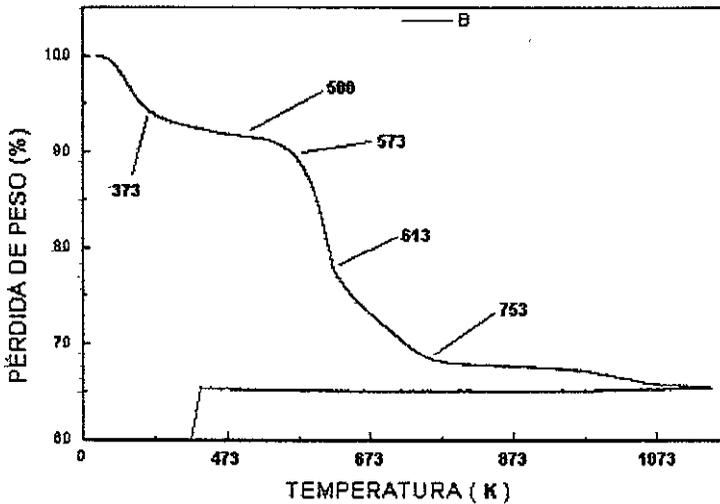


Figura 7.23 Técnica de Análisis Termogravimétrico (TGA) en hueso de fémur

Hueso de ave (Pollo)

Para esta prueba se programó un calentamiento de temperatura ambiente hasta 1123 K (850°C) y por la dificultad de obtener una muestra suficientemente grande, se considero como valida una longitud de 9.12 mm de largo y un ancho de 3 mm. La figura 7.24 ilustra el comportamiento del hueso a lo largo del intervalo de temperatura antes referido. El comportamiento es parecido al del fémur.

Cráneo humano

Al igual que las anteriores, la temperatura alcanzada para la prueba fue de ambiente a 1173 K (900°C). La muestra tiene las siguientes dimensiones: de longitud 9.886 mm y un ancho de 2.415 mm .Su gráfica de comportamiento se muestra en la figura 7.25. En este caso, el comportamiento es parecido a los dos casos anteriores.

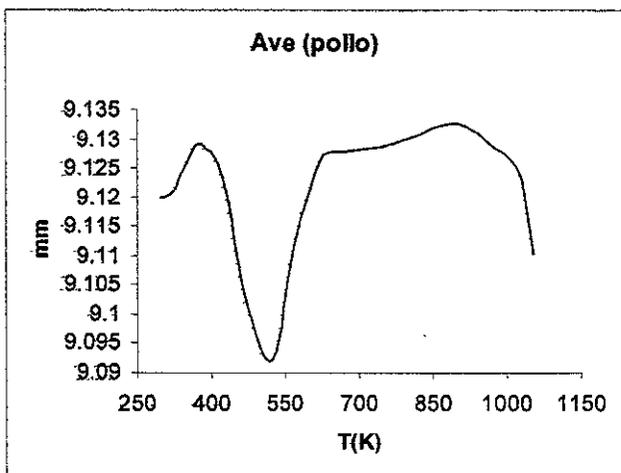


Figura 7.24 Comportamiento térmico del hueso de pollo

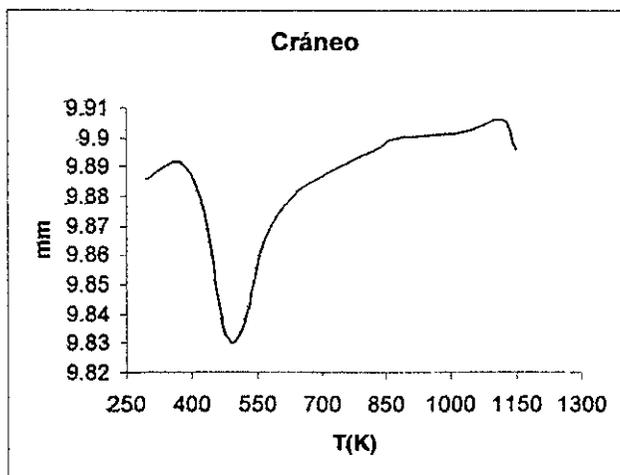


Figura 7.25 Comportamiento térmico de un hueso de cráneo humano

7.3.4 Resultados en materiales inorgánicos de origen orgánico

Cascarón de Avestruz

Adicionalmente se realizó una prueba con cascarón de avestruz, el cual está hecho exclusivamente de calcita. En una muestra de dimensiones 10.362 mm de longitud y 2.5 mm de ancho. La temperatura programada fue de ambiente hasta 1030 K (757°C) y su comportamiento a lo largo de este intervalo de temperatura se muestra en la figura 7.26.

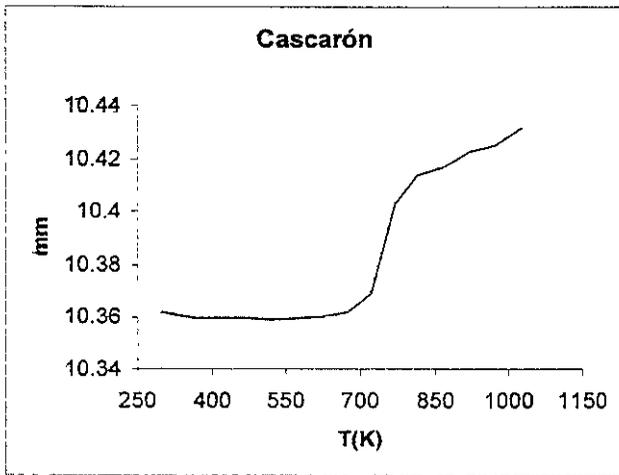


Figura 7.26 Comportamiento térmico del cascarón de avestruz

Al realizar el estudio del cascarón de avestruz se pretendía observar durante todo el intervalo (de temperatura ambiente hasta 900°C) su comportamiento y los cambios en su estructura. Al igual que los huesos, su estudio considero otras técnicas (DSC y TGA) que no se presentan en este trabajo.

En este material es posible observar que en un amplio intervalo de temperatura, que va de ambiente a 673 K, no presenta cambio alguno. Las dimensiones permanecen inalterables hasta una temperatura mayor a 673 K, en donde el material sufre una dilatación con una

pendiente muy pronunciada que cambia a 773 K. Por el intervalo seleccionado no detectamos a que temperatura el material se desintegra.

Esmalte Dental

Una prueba más realizada fue a un diente de ser humano, esta prueba alcanzo un rango de temperatura de ambiente hasta 1173 K (900°C), la muestra tenía las siguientes dimensiones: 3 mm de largo por 2 mm de ancho. El resultado se ilustra en la figura 7.27.

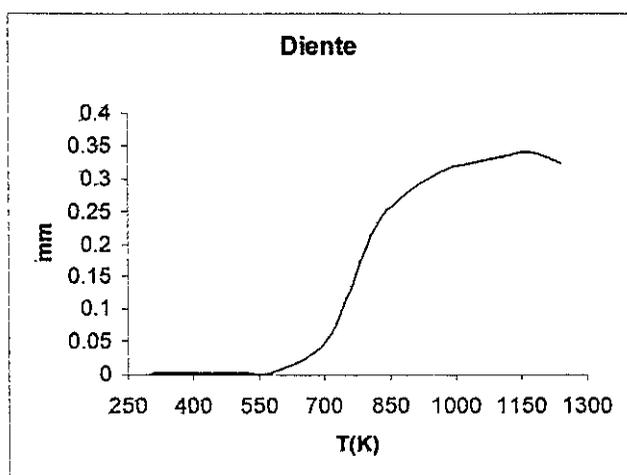


Figura 7.27 Comportamiento térmico del esmalte dental

Se realizó una prueba adicional, la muestra presentaba las siguientes dimensiones: 3 mm de ancho por 4 mm de largo y 1 mm de espesor. Esta muestra presentaba una dirección de corte perpendicular en referencia a la muestra anterior, esto se hizo para detectar posibles anisotropías ante la expansión térmica. El resultado se presenta en la figura 7.28.

El esmalte dental humano es la zona más mineralizada del cuerpo humano; está compuesta de 97% material inorgánico, 2% de agua y menos de 1% de material orgánico,

del cual 58% son proteínas. Al investigar el esmalte dental mineral en realidad se hace referencia a la hidroxiapatita, la cual pertenece a la familia de los fosfatos de calcio. En ciencias de materiales la hidroxiapatita es un importante fosfato de calcio ya que es el principal constituyente de dientes y huesos. Determinar y estudiar su estructura cristalográfica, permitirá desarrollar un material sintético con mayor grado de biocompatibilidad. Por ejemplo, las propiedades térmicas del esmalte son de gran importancia en operaciones dentales, donde el calor generado por instrumentos de corte no debe afectar la pulpa de los tejidos y en la conservación dental, donde la contracción diferencial térmica entre el recubrimiento y el tejido circundante debe ser minimizado. Es por ello de la importancia en determinar el comportamiento térmico de este material con la finalidad de diseñar equipo y técnicas en tratamientos dentales.

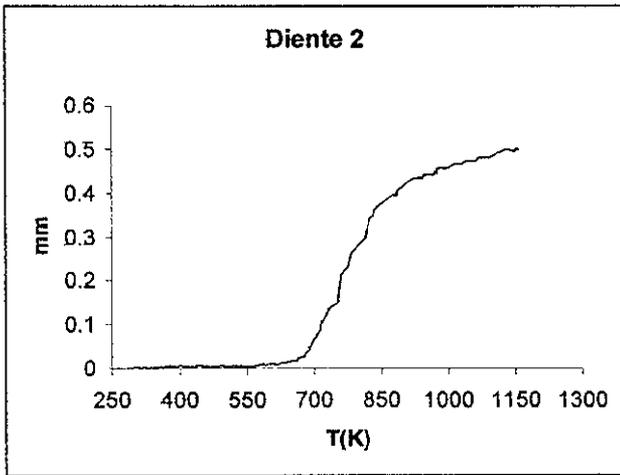


Figura 7.28 Comportamiento del esmalte dental, prueba 2.

En la prueba realizada en el dilatómetro observamos que el material no presenta cambio en longitud, hasta 623 K, en donde la muestra se dilata. A esta misma temperatura en un estudios anteriores en este tipo de material se reporta una transición

dieléctrico-conductora⁹. Es decir después de 623 K el material conduce la electricidad. Por lo tanto, la caracterización estructural y químico de éste es esencial para la interpretación del fenómeno. Esta transición se ha observado en experimentos de calentamiento in- situ en el microscopio electrónico de transmisión y se determina por la técnica de espectroscopía de impedancias y se caracteriza en función de la frecuencia del voltaje aplicado y la temperatura, estructural y química. En general el esmalte, ha sido analizado mediante técnicas de microscopía electrónica y difracción de rayos X y electrones⁹. La gráfica de dilatación da un elemento adicional para la interpretación del fenómeno de conducción.

CAPÍTULO 8.

CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS

8. 1 Conclusiones

1.- Se diseño y construyó un prototipo de Dilatómetro partiendo de una serie de aditamentos de otros instrumentos (base de un espectrofotómetro y brazo de un microscopio).

2.- Para el diseño, se siguieron las especificaciones de la norma ASTM E 228-95, que recomienda la configuración vertical.

3.- El diseño permite medir la dilatación de muestras de tamaño inferior a lo que recomienda la norma, con lo que el Dilatómetro se vuelve un instrumento versátil.

4.- La realización de pruebas en materiales convencionales con coeficiente de expansión lineal térmico conocido, permitió observar el desempeño del dilatómetro.

5.- Los resultados obtenidos en los cálculos del coeficiente de expansión lineal térmico caen dentro de los rangos encontrados en la literatura para el intervalo de temperatura investigado.

6.- En materiales no convencionales, es posible detectar transformaciones de fase y estudiar la estabilidad térmica de los mismos, sobre todo si se usan simultáneamente otras técnicas (DSC, TGA, etc.). En el caso de los cristales se observó que las impurezas de Eu^{+2} elevan el valor del coeficiente de expansión lineal térmico.

8.2 Sugerencias

Una vez realizado pruebas y formulado conclusiones es posible considerar mejoras al presente diseño.

1.- Encontramos que es deseable utilizar un controlador de temperatura que presente inyección de potencia más regulada al iniciar la prueba.

2.- La cámara de refrigeración fue diseñada desde un principio para soportar una bomba de vacío y suministrar algún gas inerte en donde se encuentra la muestra, con la finalidad de hacer pruebas en atmósfera controlada. Se sugiere completar el sistema.

3.- Para el punto anterior, es necesario construir una tapa en la parte frontal de la cámara de refrigeración. Esta sección debe abarcar hasta donde principia el LVDT, cubriendo tanto el tubo de cuarzo como la varilla también de cuarzo con un disipador de calor para que no se afecte la medición del sensor de desplazamiento.

4.- Se recomienda también utilizar diferentes tipos de sensores de desplazamiento (LVDT), con rangos de desplazamiento adecuados al tipo de muestra utilizada.

5.- Instalar la tarjeta de adquisición y el software del dilatómetro en una computadora de mayor capacidad con mejores especificaciones, tales como Windows 95 (o más), mayor capacidad de memoria RAM. Y un monitor de mayor resolución. Esto es importante ya que con una computadora con mayor memoria es posible almacenar pantallas con diferente rango de operación, lo que haría más versátil en cuanto al estudio de muestras de diferentes dimensiones y naturaleza.

6.- Los datos y resultados podrían desplegarse en un programa más especializado como lo es Microcal Origin. Esto es con la finalidad de presentar las gráficas $\Delta\ell$ vs ΔT con mayor claridad, además de poder hacer cálculos más sofisticados.

7.- Se debe buscar tener una mayor precisión en las mediciones, ya que al calcular el coeficiente de expansión lineal térmico que es del orden de 10^{-6} , pequeños errores dan como resultado valores poco precisos. Se deben calibrar constantemente los sensores y eliminar mediante dispositivos electrónicos el ruido electrónico que afecta a la tarjeta adquisidora de datos.

8.- La técnica de dilatometría es parte del análisis Termomecánico (TMA), en principio, en este mismo aparato es posible realizar pruebas como la de tensión y penetración, que forman parte del TMA, solo es cuestión de diseñar y construir el sujetador correspondiente de la muestra. Por ejemplo en nuestro caso utilizamos una varilla de cuarzo plana, para medir la dilatación y contracción; para la tensión la varilla debe de ser capaz de soportar una carga que actúe sobre la muestra y en la penetración sería necesario colocar en la punta un elemento tipo aguja que choque con la muestra.

BIBLIOGRAFÍA

1. ASTM, "Norma de Prueba de expansión lineal térmica de materiales sólidos con un dilatómetro de vidrio de silicio E 228-95"
2. BENTLEY, John "Sistemas de medición -Principios y aplicaciones-"
Ed. Compañía Editorial Continental 1993
3. MEISEL, T. "Modern Methods of Thermal Analysis"
Crit. Rev. Anal. Chem.
4. WENDLANDT, W. "Thermal Methods of Analysis"
John Wiley
5. CHARSELEY, E.L. "Thermal Analysis -Techniques and applications-"
Ed. Royal Society of Chemistry 1992
6. CAHN, R. W. "Material Science and Technology - A comprehensive treatment-"
Volume Editor E. Lifshin
7. BESANSON, Robert M. "The Encyclopedia of Physics"
Ed. Van Nostrand Reinhold Compañy
8. LOZANO, Luis "Caracterización de materiales orgánicos por técnicas de análisis térmico"
IFUNAM
9. GARCÍA, Ramiro "Estudio del esmalte dental mediante difracción de rayos X"
IFUNAM

10. "Thermal Expansion of pure metals"

Physical Review, vol 60

11. "American Institute of Physica Handbook"

Third Edition

Ed. Mc Graw Hill

12. HERCEG, Edward E. "Handbook of Measurement and control"

Schaevitz engineering

13. CASTAÑO, Fernando "Química del Estado Sólido"

Ed. Alhambra 1971

14. GILCHRIST, J.D. "Hornos"

Ed. Alhambra

15. BAKER, H. Dean "Temperature Measurement in Engineering"

Volumen I - Deals whit thermocouple techniques for measuring temperatures

Ed Omega Press

16. ASKELAND, Donal R. "La ciencia e ingeniería de los Materiales"

Ed. Iberoamericana

17. MAURICE, J. Webb "Mechanical Technician's Handbook"

Mc Gran Hill

18. BONE, T.F. "Encyclopedia Physics in Medicine and Biology"

19. GUY, A. G. "Fundamentos de Ciencia de Materiales"

Ed. Mc Graw Hill

20. RESNICK, Robert "Física"

Cuarta Edición

Ed. C.E.C.S.A.

1997

21. BAIRD, D.C. "Experimentación Una introducción a la teoría de mediciones y al diseño de experimentos"

Segunda Edición

Ed. Prentice Hall

22. SPENCER, Henry "Dibujo Técnico Básico"

Décima Edición

Ed. C.E.C.S.A 1981

23. FLINN, Richard A. "Materiales de Ingeniería y sus aplicaciones"

Ed. Mc Graw Hill