



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES

ARAGÓN

**"DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y PRUEBA DE UN SISTEMA DE
ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO"**

T E S I S

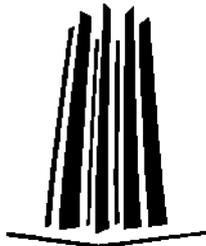
PARA OBTENER EL TITULO DE:

**INGENIERO MACANICO ELECTRICISTA-
INGENIERIA INDUSTRIAL**

P R E S E N T A :

JOSÉ GERMAÍN CASTRO ABURTO

ASESOR: DR. ELIGIO ALBERTO OROZCO MENDOZA



Nezahualcóyotl, Estado de México 2012.



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"

A la UNAM, la Máxima Casa de Estudios, y al Instituto de Física que me apoyaron y permitieron desarrollar este trabajo de tesis titulado; "DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y PRUEBA DE UN SISTEMA DE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO". Al Dr. Eligio A. Orozco Mendoza por el apoyo en espacios y equipo para el desarrollo de la investigación en los laboratorios de Metalurgia del instituto de física de la UNAM.

A Dios.

Por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado salud para lograr mis objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A mi padre José Castro Flores

Por los ejemplos de perseverancia y constancia que lo caracterizan y que me ha infundado siempre, por el valor mostrado para salir adelante y por su amor.

A mi madre Yolanda Aburto Montalvo

Por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos, sus valores, por la motivación constante que me ha permitido ser una persona de bien, pero más que nada, por su amor.

A mi hermano Gildardo Castro Aburto

Por ser el ejemplo de un hermano mayor y del cual aprendí aciertos, de momentos difíciles, por ser el pilar fundamental en todo lo que soy por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo.

A mi hermano Marlen Castro Aburto

Por estar conmigo y apoyarme siempre en mi formación profesional.

A mi novia Blanca Estela Tenorio T.

Por ser la inspiración y motivación para realizarme profesionalmente y gracias por estar a mi lado en todo este tiempo tan importante para mí.

¡Gracias a ustedes!

*Te haré entender, y te enseñaré el camino
En el que debes andar;
Sobre ti fijaré
Mis ojos*

Salmos 32:8

AGRADECIMIENTOS

Me gustaría que estas líneas sirvieran para expresar mi más profundo y sincero agradecimiento a todas aquellas personas que con su ayuda han colaborado en la realización del presente trabajo, en especial al Dr. Eligio A. Orozco Mendoza, director de esta investigación, por la orientación, el seguimiento y la supervisión continúa de la misma, pero sobre todo por la motivación y el apoyo recibido.

Agradezco al Concejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y a la Universidad Nacional Autónoma de México el apoyo brindado para la realización de la presente tesis a través de los proyectos:

- “Estudio de las Estabilidad Térmica y Transformaciones de Fase en Materiales Cerámicos y Orgánicos” No 81700 CONACYT

- “Transformaciones de Fase Inducidas por Ondas de Choque en Materiales Cerámicos” PAPIIT-IN 105810 UNAM.

-Al Sr. Ángel Osornio Basurto, por su apoyo técnico y por su amistad.

-Y de manera especial I.Q.M. Eréndira Martínez Acevedo por su apoyo en conocimientos de funcionamiento, y pruebas realizadas en el TGA Q600 y por su amistad.

-A mis compañeros de IME y amigos Erick A. Pérez Pérez, Irving E. Parra Gómez, Osvaldo Gómez García, Álvaro M. López Rodríguez.

-A los compañeros de laboratorio Leticia Trejo Delgado, Gabriela García Rosales Alberto Muciño Vélez, Víctor H. Chávez Herrera.

-Y muy especial compañero de carrera y amigo Baltazar Velázquez Aparicio ya que el abrió la brecha para llegar al Ifunam y hacer servicio social y a la vez tener la oportunidad de realizar este proyecto.

A todos ellos, muchas gracias.

INDICE

Introducción	1
Objetivos Generales y Específicos	3
CAPITULO I	
I.- Análisis Termogravimétrico de Materiales.	4
1.1 Introducción.	5
1.2 Análisis térmico [AT].	5
1.3 ¿Qué es el análisis térmico?	6
1.4 ¿Para qué sirve el análisis térmico?	8
1.4.1 Equipo utilizado en el AT	8
1.5 ¿Qué información nos da la (AT)?	11
1.6 Descomposición térmica de un compuesto.	11
1.7 Estimación paramétrica de curvas TGA.	13
1.7.1 Estudios Cinéticos.	13
1.8 Modelo cinético de tipo Arrhenius.	13
1.8.1 Calculo de parámetros de la ecuación de Arrhenius.	14
1.9 Aplicaciones del análisis térmico.	15
2.0 Referencias de capítulo.	17
CAPITULO II	
II.- Sensores de Deformación Aplicados a la Medición de Fuerzas.	19
2.1 Galgas de deformación.	20
2.1.1 ¿Qué es una galga de deformación (Strain Gage)?	20
2.1.2 Principio básico de funcionamiento.	21
2.1.3 Diseños de sensor.	21
2.1.3.1 Características de un Strain Gage.	21
2.1.4 Circuito de medición.	25
2.1.5 Mediciones con Strain Gages.	26
2.2 Sensor tipo "LVDT".	28
2.2.1 Funcionamiento.	28

2.3	Referencias del capítulo	34
-----	--------------------------	----

CAPITULO III

III.- Diseño del Dispositivo Experimental para el Análisis Termogravimétrico (AT) 35

3.1	Implementación del dispositivo.	36
3.2	Vista general del TGA.	38
3.3	Construcción del TGA.	38
3.3.1	Materiales.	38
3.3.2	Construcción del horno.	41
3.3.3	Construcción de la balanza.	43
3.3.3.1	Calibración del sensor LVDT y STRAIN GAGE.	45
3.3.4	Dispositivos auxiliares del horno.	52
3.3.4.1	Alimentación del horno.	52
3.3.4.2	Variac.	52
3.3.4.3	Sistema para mover la perilla del Variac.	52
3.3.4.4	Calibración del horno.	53
3.3.5	Sensores de deformación.	55
3.3.5.1	Fuente de alimentación de corriente continua.	56
3.3.5.2	Fuente de alimentación y amplificador (Signal Conditioning Amplifier System 2310).	57
3.3.6	Termopar.	58
3.3.7	Circuito amplificador.	60
3.4	Tarjeta adquisidora (DAQ USB-6009).	61
3.5	Software de adquisición.	62
3.5.1	Descripción y función de los elementos utilizados.	63
3.6	Referencias del capítulo	66

CAPITULO IV

IV.- Experimentos de AT en Materiales Naturales. 67

4.1	Selección de los materiales.	68
4.1.1	Bambú.	68
4.1.3	Cueramo.	69
4.1.4	Guásamo.	70
4.1.5	Moral.	71
4.2	Ajuste de los parámetros	72
4.3	Preparación de las muestras.	73

4.4	Colocación de la muestra.	74
4.5	Configuración del adquisidor.	74
4.6	Corrida del experimento.	77
4.7	Medición de residuos de las muestras.	79
4.8	Referencias.	81

CAPITULO V

V.- Interpretación de los resultados experimentales		82
5.1	Estructura y composición química de la madera.	83
5.1.1	Celulosa.	84
5.1.2	Hemicelulosa.	84
5.1.3	Lignina.	84
5.2	Resultados experimentales de la variación del peso durante el proceso de combustión de muestras de Celulosa, Hemicelulosa, Lignina y de muestras de madera de Bambú, Cueramo, Moral y Guasamo.	84
5.2.1	Celulosas, Hemicelulosa y Lignina.	84
5.2.2	Bambú.	86
5.2.3	Cueramo.	87
5.3.3	Moral.	89
52.4	Guásamo.	90
5.3	Discusión.	92
5.4	Referencias del capitulo.	94

CAPITULO VI

VI.- Conclusiones y recomendaciones.		95
---	--	-----------

INTRODUCCION

En este trabajo se describe el proceso del diseño, construcción e implementación de un sistema de análisis Termogravimétrico, desde la construcción del horno y la implementación de sensores de deformación para registrar las fuerzas asociadas a la pérdida de peso, provocadas por la combustión, así como los resultados del Análisis Termogravimétrico practicados a cinco tipos de maderas tropicales.

El diseño está basado en un TGA (Análisis Termogravimétrico), con el fin de reproducir los resultados obtenidos por un TGA modelo Q600 de tipo comercial, el cual se encuentra en el INFUNAM (Instituto de Física de la UNAM) en el área de metalurgia.

El diseño se implementó de acuerdo a los sensores de deformación Linear Variable Diferencial Transformer (LVDT) y Galgas de deformación (Strain Gage), los cuales en el diseño se adaptaron para su mejor funcionamiento como un sistema vertical de báscula. En la cual está constituida por un sistema de poleas fijadas en un soporte, cuyo soporte sostiene los sensores en una forma estratégica. El Strain Gage se encuentra fijado a un fleje de acero, el cual al ser flexionado por el peso del crisol y de la muestra, mueve el núcleo del LVDT que se encuentra unido por un alambre que se hace pasar por las poleas. Todo este sistema constituye el de báscula del TGA con la cual se registran las pérdidas de peso.

De acuerdo a la implementación de la báscula que es un sistema en forma vertical se desarrolló el horno, el horno está constituido por una estructura de aluminio que soporta las paredes del mismo, las cuales están hechas con ladrillos refractarios que aíslan el calor producido por la resistencia eléctrica colocada entre dos cilindros cerámicos que constituyen el núcleo del horno y en el cual es introducido el crisol.

En lo que corresponde a los instrumentos auxiliares que se utilizaron tanto para la alimentación de los sensores, amplificar la señal del termopar y la adquisición de datos fueron los siguientes instrumentos: para alimentar el Strain Gage se utilizó el *Signal Conditioning Amplifier System 2310* la cual es una fuente que permite alimentar y al mismo tiempo amplificar la señal del Strain Gage por medio de una configuración sistema de puente completo. También se utilizaron dos fuentes de salida (+15 y -15 Ac) una para alimentar el LVDT y la otra para alimentar el amplificador del termopar. El amplificador se realizó para amplificar el voltaje producido por el termopar el cual produce en el orden de milivolts los cuales no son registrados por la tarjeta amplificadora, estos son amplificados al orden de volts. Otros dispositivos son, el Variac que brinda la alimentación al horno y también un sistema de enrolamiento que hace girar la perilla del Variac para aumentar la temperatura lentamente.

Por último tenemos la tarjeta adquisidora DAQ-6009 la cual nos permite capturar los datos analógicos del termopar, Strain Gage y el LVDT, y convertirlos en una señal digital de forma que puedan ser reconocidos por la PC en el programa efectuado en LabView para su posterior análisis de datos, en cualquier programa como Origin Pro, Excel, etc.

Después de la construcción y puesta en marcha del TGA se procedió a hacer el análisis de cuatro maderas, las cuales fueron obtenidas de los estados de Veracruz y Michoacán. Las maderas fueron preparadas, colocadas en el crisol del TGA y se realizó la corrida de cada una de las muestras, obteniendo dos resultados por cada una de las corridas de las muestras, una del Strain Gage y otra del LVDT.

Los datos obtenidos de cada una de las muestras fueron analizados en el programa de análisis de datos Origin Pro. De estos datos obtenidos fueron seleccionados los que presentaban menor variación en cuanto en funciones de ruido de la señal y en la cual presentara mayor definición en cuanto a los cambios de pérdida de peso de las muestras.

Finalmente los datos seleccionados fueron comparados con resultados obtenidos de cada una de las muestras de madera con el dispositivo de Análisis Termogravimétrico modelo Q600 (TGA Q600) del INFUNAM del área de metalurgia, y se obtuvieron las conclusiones de que el sistema TGA prototipo hecho con sensores de deformación es viable, ya que presenta una alternativa con un bajo costo en comparación con un TGA de tipo comercial, ya que se pueden obtener resultados muy parecidos con el TGA Q600. Aunque la única diferencia es que en la cantidad de muestra se necesita 5 gramos y en el TGA Q600 solo se utilizan 10 miligramos. Esta podría ser una desventaja que presenta el TGA prototipo.

Objetivos Generales y Específicos

Objetivos Generales

El propósito principal del trabajo fue la creación de un prototipo TGA (Sistema de análisis Termogravimétrico) con la implementación de sensores de deformaciones LVDT y STRAIN GAGE que pudieran registrar las variaciones de pérdida de peso a muestras de madera, y posteriormente ser analizadas y comparadas con un sistema TGA Q600 de tipo comercial, y ver si el prototipo proporciona resultados viables para el análisis.

Objetivos Específicos

- Diseño y creación del prototipo de TGA, con la implementación de los sensores de deformación LVDT y STRAIN GAGE.
- Puesta en marcha del prototipo TGA y obtención de resultados de ciertas variedades de maderas.
- Comparación de resultados del prototipo TGA y el TGA Q600 de tipo comercial, para la validación del prototipo TGA como sistema de análisis termogravimétrico con resultados confiables.

CAPÍTULO I

ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE MATERIALES.

RESUMEN

En este trabajo se presentan el diseño y construcción de un sistema de análisis termogravimétrico, desde la construcción del horno y la implementación de sensores de deformación para registrar las fuerzas asociadas a la pérdida de peso, provocadas por la combustión, así como los resultados del Análisis Termogravimétrico practicados a cuatro tipos de maderas tropicales. En las curvas de pérdida de peso en función de la temperatura (TG), se pudieron diferenciar tres zonas fundamentales de acuerdo a investigaciones anteriores de pérdida de peso de análisis termogravimétrico: una a temperatura inferior a 200 °C, etapa en la cual se evapora la humedad y se liberan el CO (Monóxido de Carbono) y CO₂ (Dióxido de Carbono). Luego se observó una etapa de mayor pérdida de peso, entre 200 y 400°C, donde tiene lugar la descomposición de celulosa; y una tercera etapa de menor pérdida de peso, a temperatura por encima de 500 °C, donde ocurre básicamente la descomposición de la lignina (Sustancia que aparece en los tejidos leñosos de los vegetales y que mantiene unidas las fibras de celulosa que los componen: la lignina constituye el 25% de la madera).

1.1 Introducción

En los últimos años se ha puesto de manifiesto un considerable interés en la fabricación y optimización de materiales de microestructura biomórfica. En particular, la fabricación de cerámicas biomórficas es especialmente importante ya que éstas pueden ser utilizadas en aplicaciones estructurales a temperaturas elevadas. Los materiales objeto de esta investigación se fabrican mediante la pirólisis e infiltración de silicio fundido en preformas de madera. El resultado final es (SiC) con la misma microestructura que la madera precursora. La madera es un material natural compuesto que presenta una morfología porosa anisotrópica con una excelente elasticidad, resistencia y tolerancia al daño; algunas de estas propiedades se podría trasladar y amplificar al pasar a la cerámica que se elabora a partir de la misma.

La cinética de procesos de descomposición térmica en residuos sólidos, biomásicos y otros materiales, ha sido ampliamente estudiada por la técnica de análisis termogravimétrico (TGA). Las curvas termogravimétricas obtenidas permiten evaluar parámetros cinéticos como la energía de activación, el factor preexponencial y el orden de reacción, mediante métodos matemáticos que caracterizan la degradación. En la literatura se encuentran reportes de parámetros cinéticos para diversos materiales obtenidos con diferentes métodos, uno de ellos es basado en la ecuación de Arrhenius en forma linealizada. En este método se utilizan los resultados de un experimento TGA a una velocidad de calentamiento determinada, lo cual permite disminuir costos y obtener resultados igualmente confiables respecto a otros métodos como Flynn-Wall-Ozawa y Kissinger, que requieren numerosos experimentos TGA a diferentes velocidades de calentamiento. El conocimiento de estos parámetros cinéticos permite estimar el tiempo de vida útil para establecer posibles aplicaciones de un material de interés. Este estudio es de gran importancia en maderas tropicales, porque muchas de ellas son usadas por las poblaciones campesinas como material de construcción y, lamentablemente, como combustible [1].

En este trabajo se presenta la estimación de los parámetros cinéticos y tiempo de vida de los distintos tipos de maderas tropicales. Para la caracterización térmica de las muestras se empleó el equipo de Análisis Termogravimétrico TGA instalado en el laboratorio de Metalurgia del Instituto de Física de la UNAM. El ajuste de los datos obtenidos desde las curvas termogravimétricas a una ecuación de Arrhenius en su forma linealizada, permitió hallar los parámetros [2].

Pero antes que nada se debe definir qué es el análisis termogravimétrico y cuáles son los medios en los que nos apoyamos para determinarlo, ya que los medios son el principal objetivo de este trabajo de adaptar sensores de deformación aplicados a la medición de fuerzas.

1.2 ANÁLISIS TÉRMICO [AT]

El análisis térmico estudia el cambio de las propiedades físicas y químicas de los materiales en función de la temperatura y el tiempo. La ICTAC (Confederación Internacional para el análisis térmico y la Calorimetría) lo define como: "Conjunto de técnicas mediante las cuales el cambio de una propiedad físicas o químicas de un material es medida en función del tiempo controlando la temperatura" [4].

La definición generalmente aceptada de análisis térmico abarca al grupo de técnicas en las que se mide una propiedad física de un sistema (sustancia o un material) en función de la temperatura mientras se le somete a un programa de temperatura controlado. Se pueden distinguir más de una docena de métodos térmicos que difieren en las propiedades medidas y en los programas de temperatura [12].

Los efectos del calor sobre los materiales pueden ser varios y producir cambios en muchas de sus propiedades. En el análisis térmico, los cambios de peso configuran la base de la termogravimetría (TG), mientras que la medida de los cambios de energía constituye la base del análisis térmico diferencial (ATD) y de la calorimetría diferencial de barrido (DSC). Así por ejemplo, la termogravimetría nos dice cuándo una muestra pierde o gana peso y cuánto, mientras que el ATD y el DSC nos dice si una reacción o cambio físico es endotérmico o exotérmico, y a menudo es capaz de medir la variación de calor.

Estas técnicas se pueden aplicar al estudio de casi cualquier sustancia; sin embargo, existen otra serie de propiedades que también pueden ser medidas aunque las técnicas a las que dan lugar sean de aplicación más limitada. Por ejemplo, el análisis termomecánico (TMA), mide los cambios en las dimensiones de un material en función de la temperatura [4].

1.3 ¿QUÉ ES EL ANÁLISIS TÉRMICO?

El análisis térmico es, por definición, la medida de los cambios físicos o químicos que ocurren en una sustancia en función de la temperatura mientras la muestra se calienta (o se enfría) con un programa de temperaturas controlado.

Bajo la denominación de Análisis Térmico se engloban un conjunto de técnicas analíticas que estudian el comportamiento térmico de los materiales. Cuando un material se calienta o se enfría, su estructura cristalina y su composición química pueden sufrir cambios más o menos importantes:

- Fusión: paso del estado sólido al estado líquido.
- Sublimación: paso del estado sólido al estado gaseoso.
- Solidificación: paso del estado líquido al estado sólido.
- Cristalización: paso al estado sólido ordenado.
- Amorfización: paso al estado sólido desordenado.
- Transición: cambio en su estructura cristalina.
- Reacciones: de oxidación, alteración, descomposición, etc.
- Expansión y compresiones en su volumen.
- Cambios texturales: sinterización, recristalización.

La mayor parte de estos cambios se pueden estudiar midiendo la variación de distintas propiedades de la materia en función de la temperatura [4].

Así, bajo la denominación de Análisis Térmico se agrupan una serie de técnicas en las cuales se sigue una propiedad de la muestra, en una determinada atmósfera, en función del tiempo o de la temperatura cuando dicha muestra se somete a un programa de temperatura controlado. Éste puede consistir en calentar o enfriar a una determinada velocidad, o mantener la temperatura constante, o una combinación de ambas.

Entre las técnicas de Análisis Térmico más comunes destacan:

- Termogravimetría (TG).
- Análisis Térmico Diferencial (ATD).
- Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, del inglés *Diferencial Scanning Calorimetry*).
- Análisis Termomecánico (ATM).
- Análisis Dinamomecánico (ADM).

Este trabajo se centra en dos de las técnicas más utilizadas: la Termogravimetría (TG) y el Análisis Térmico Diferencial (ATD) [4].

En un análisis termogravimétrico se registra, de manera continua, la masa de una muestra colocada en una atmósfera controlada, o bien en función de la temperatura, o bien en función del tiempo. En el primer caso (experimento dinámico) la temperatura de la muestra va aumentando de manera controlada (normalmente de forma lineal con el tiempo), y en el segundo (experimento isoterma), la temperatura se mantiene constante durante todo el experimento. La representación de la masa o del porcentaje de masa en función del tiempo o de la temperatura se denomina termograma o curva de descomposición térmica. Existen otros tipos de análisis denominados de termogravimetría diferencial donde se registra o representa la variación de masa, también puede ser la derivada con respecto a la temperatura o respecto al tiempo dependiendo de que el experimento sea dinámico o isoterma respectivamente.

La Termogravimetría (TG) está basada en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando se la somete a un cambio de temperatura en una atmósfera controlada. Esta variación puede ser una pérdida o una ganancia de masa. El registro de estos cambios nos dará información sobre si la muestra se descompone o reacciona con otros componentes. La Termogravimetría puede utilizarse conjuntamente con otras técnicas, como por ejemplo ATD o DSC, ya que permiten obtener información complementaria sobre el comportamiento térmico de una muestra [5].

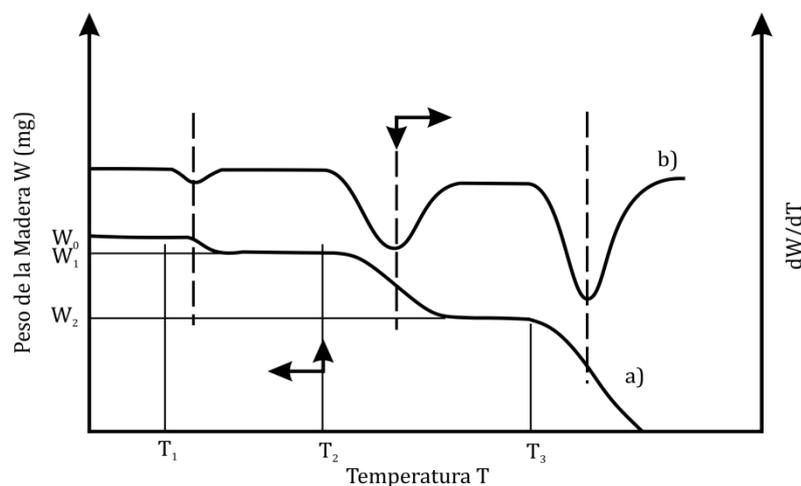


Figura 1.1 [5] Termograma.

En un *Análisis Térmico Diferencial (ATD)* se somete a una variación de temperatura tanto a la muestra como a un material de referencia, que es inerte desde el punto de vista térmico, físico y químico. El ATD mide la diferencia de temperatura entre la muestra y el material de referencia, en función del tiempo (temperatura constante) o de la temperatura alcanzada en cada momento. Estas medidas se pueden realizar en condiciones ambientales o bajo una atmósfera controlada. En principio, se trata de una técnica cualitativa que permite detectar si se dan procesos endotérmicos o exotérmicos en nuestra muestra, e indica la temperatura a la cual tienen lugar estos cambios energéticos. Con un adecuado calibrado del equipamiento es posible convertir el ATD en una técnica semicuantitativa para poder obtener información sobre la cantidad de calor involucrado en los procesos [6].

1.4 ¿PARA QUÉ SIRVE EL ANÁLISIS TÉRMICO?

El análisis termogravimétrico (TG y DTG) ha sido ampliamente utilizado para el estudio de las reacciones primarias en la descomposición de sólidos, y ha sido utilizada ampliamente para estudiar la descomposición térmica de polímeros y otros materiales. La interpretación de los datos experimentales puede proporcionar información acerca de la composición del material, orden de reacción, número de procesos distintos que tienen lugar y las correspondientes constantes cinéticas [7].

1.4.1 Equipo utilizado en el AT

- ***Análisis Térmico Diferencial (DTA) DTA1600***

Equipo para mediciones térmicas diferenciales en muestras solidas con crisoles de alúmina. El rango de temperatura es de 25 a 1300°C con velocidades de calentamiento de 1 a 10°C/min. Los gases de arrastre son Nitrógeno o gases especiales no corrosivos. Su uso es principalmente en materiales metálicos para la determinación de cambios de fase y comportamiento térmico; y materiales cerámicos [8].

- ***Calorímetro Diferencial de Barrido Modulado (MDSC) Q100***

Equipo para mediciones de calorimetría de muestras solidas o liquidas utilizando crisoles de Aluminio simples o herméticas. El rango de temperatura comprende entre -90 hasta 450°C gracias al sistema de refrigeración autónomo para el control de temperatura de la celda. Las velocidades de calentamiento permitidas van desde 0.1°C/min hasta 20°C/min. Además, cuenta con modulación de temperatura, muy útil para la investigación de

transiciones que no son perceptibles con calorimetría normal. Esto se logra al aplicar al material un cambio de temperatura cíclico y a su vez una rampa de temperatura, es decir incrementar la temperatura paulatinamente, lo que permite determinar flujos de calor reversible y no reversible. El gas de arrastre utilizado es Nitrógeno seco. Su uso principal es la caracterización de materiales poliméricos, metálicos y cerámicos [8].



Figura 1.2 (MDSC) Q100.

- **Calorímetro Diferencial de Barrido Modulado (MDSC) 2910**

Equipo para mediciones de calorimetría de muestras solidas o liquidas utilizando crisoles de Aluminio simples o herméticas y alúmina. El rango de temperatura comprende entre -140 hasta 300°C gracias al sistema de Nitrógeno Liquido para el control de temperatura de la celda. Las velocidades de calentamiento permitidas van desde 0.1 a 20°C/min. Además, cuenta con modulación de temperatura, muy útil para la investigación de transiciones que no son perceptibles con calorimetría normal. El gas de arrastre utilizado es Nitrógeno seco. Su uso principal está en la caracterización de materiales poliméricos, metálicos y cerámicos [8].



Figura 1.3 (MDSC) 2910.

- **Análisis termogravimétrico de alta resolución (TGA) 2950**

Equipo para mediciones de pérdida o ganancia de peso en materiales en función de la temperatura o el tiempo. Se trabaja con crisoles de alúmina y Platino en atmosferas de nitrógeno, aire o gases especiales no corrosivos. El rango de temperatura comprende de

25 a 1000°C con velocidades de calentamiento de 0.1 a 20°C/min. Cuenta con alta resolución para la determinación de cambios de peso que requieren una resolución y sensibilidad mayores. Se utiliza para la caracterización de materiales poliméricos (porcentaje de carga o componentes), metálicos (determinación de temperatura de Curie), cerámicos (cambios de peso en función del gas de arrastre) [8].

- **Análisis termogravimétrico-calorimetría diferencial de barrido-análisis térmico diferencial (SDT) Q600**

Equipo que conjunta el TGA, DSC y DTA en uno solo permitiendo llevar a cabo los tres análisis de manera simultánea. Esta versatilidad se refleja en conocer el comportamiento del material y correlacionar los diferentes procesos con las señales obtenidas. El rango de temperatura es de 25 a 1500°C con velocidades de calentamiento de 1 a 15°C/min, pudiendo utilizar crisoles de alúmina o Platino y gases de arrastre Nitrógeno o Aire [8].



Figura 1.4 [9] (SDT) Q600.

El Q600 ofrece una verdadera medición simultánea de cambio de peso (TGA) y el flujo de calor verdadero diferencial (DSC) en la misma muestra de temperatura ambiente a 1.500 ° C. Cuenta con una probada en el campo del diseño horizontal de doble haz con cambio automático haz de compensación de crecimiento, y la capacidad de analizar dos muestras TGA simultáneamente. DSC datos de flujo de calor es dinámicamente normalizó el uso de la muestra instantánea peso a cualquier temperatura dada.

Características

Sistema designado	Balanza horizontal y horno
Balanza designada	Doble viga
Capacidad de muestra	200mg
Sensibilidad de balanza	0.1 µg
Tipo de horno	Entrada bifilar
Rango de temperatura	Ambiente a 1500°C
Razón de ambiente – Ambiente a 1000°C	0.1 a 100°C/min
Razón de ambiente – ambiente a 1500°C	0.1 a 25°C / min
Enfriado del horno	Aire forzado (1500°C a 50°C)

Termopares	Platinum/platino – Rodium (tipo R)
Temperatura de calibración	Metal estándar
TGA sensibilidad	0.001°C

“Este tipo de TGA es el que utilizaremos para comparar los resultados del con el TGA prototipo”.

- **Análisis Dinámico Mecánico (DMA) Q800**

Equipo utilizado para medir el comportamiento mecánico y dinámico de materiales sólidos en función de un conjunto de variables como: tiempo, deformación, esfuerzo, frecuencia, amplitud, fuerza estática y dinámica, temperatura. Los arreglos geométricos actuales son: cantiléver simple y doble, flexión, tensión de películas y fibras. El rango de temperatura es de -140 a 400°C con velocidades de calentamiento de 0.1 a 15°C/min. El valor de fuerza estática máxima que puede aplicar el equipo es de 18 N. Este equipo se utiliza principalmente para caracterizar materiales metálicos y polímeros rígidos [8].

1.5 ¿QUÉ INFORMACIÓN NOS DA EL (AT)?

El Análisis Térmico engloba un conjunto de técnicas analíticas muy versátiles, aplicables a distintos campos, tales como:

- Ciencia y tecnología de polímeros
- Ciencia y tecnología de los materiales carbonosos
- Ciencia de materiales
- Catálisis
- Industria farmacéutica
- Industria metalúrgica
- Mineralogía y petrología

En concreto, se pueden citar las siguientes aplicaciones:

- Estudios de descomposición y estabilidad térmica.
- Estudios composicionales.
- Determinación de la pureza de un material.
- Determinación de contenido en humedad, materia volátil, cenizas o carbono.
- Estudios de gasificación de muestras carbonosas.
- Estudios cinéticos [10].

1.6 DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE UN COMPUESTO

Ejemplo: Caracterización de un material. Se ha realizado una TG en atmósfera de aire del selenito de manganeso $Mn_3(SeO_3)_3 \cdot H_2O$ ($P_m = 563.72$ g/mol). El intervalo de temperaturas estudiado comprende desde el ambiente hasta 800 °C, utilizando una velocidad de calentamiento de la muestra de 5 °C por minuto. Se ha obtenido el siguiente resultado:

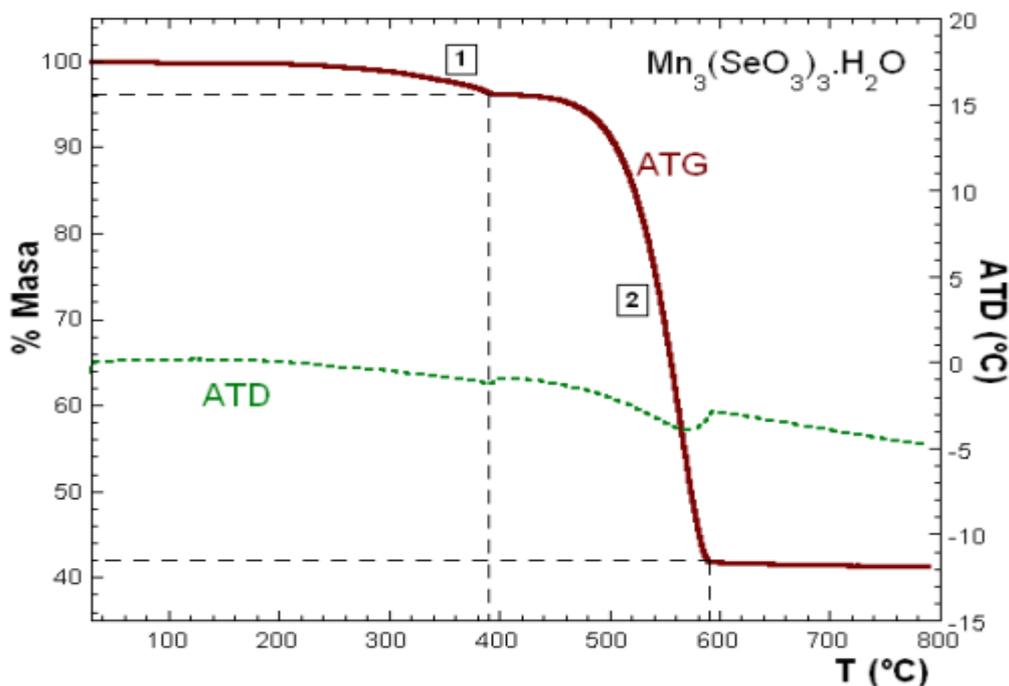


Figura 1.5 Termograma de pérdida de peso.

En la curva termogravimétrica obtenida se aprecian dos intervalos de pérdida de masa significativamente diferentes, marcados en la figura como los números {1} y {2}.

La primera pérdida de masa {1} tiene lugar en el intervalo de temperaturas comprendido entre 25 y 400°C. Corresponde a un 3.8% de pérdida de masa de la muestra.

En efecto, esta primera pérdida de masa se debe a la eliminación de la molécula de agua del compuesto.

A temperaturas superiores, por encima de 400°C, la masa se mantiene prácticamente constante hasta alcanzar aproximadamente 500 °C. A partir de esta temperatura es cuando tiene lugar la segunda pérdida de masa {2}, que concluye a unos 600°C, y correspondiente a un 54% de la masa total. Esta segunda pérdida estaría producida por la desestabilización de la estructura de la fase.

La destrucción de la estructura se daría como consecuencia de la descomposición térmica del grupo selenito (SeO_3), en forma de Se y O_2 gaseoso. Durante este proceso, el manganeso presente en la fórmula generaría el óxido correspondiente. En efecto, tras analizar el residuo que se obtiene al final del experimento mediante difracción de rayos X en muestra policristalina, se ha identificado éste como el óxido Mn_2O_3 .

En la curva ATD se aprecian dos mínimos, a 400 y 600°C. Éstos están asociados a cada uno de las dos etapas de pérdida de masa. Dado que la curva de ATD indica que en estos procesos se absorbe energía, podemos concluir que ambas pérdidas de masa presentan un carácter endotérmico [4].

1.7 ESTIMACION PARAMETRICA DE CURVAS TGA

1.7.1 Estudios Cinéticos

Estudios cinéticos de los materiales por termogravimétrica dinámica se basan en llevar a cabo reacciones de descomposición térmica a temperatura variable con el fin de analizar la velocidad a la que el material pierde peso. La pérdida de peso de la muestra puede considerarse como la suma de diferentes procesos de descomposición isotérmica.

Uno de los objetivos del estudio cinético es conocer si existen uno o varios procesos y cuales son las constantes de reacción características de estos. La utilidad industrial de estos estudios es el aprovechamiento de los productos químicos que se puedan generar, el aprovechamiento energético, o simplemente, la eliminación de determinados materiales.

Al aumentar la velocidad de calentamiento existe un desplazamiento de las curvas TGA que ha sido estudiado ampliamente. Hay diversos argumentos para explicar estos desplazamientos. Algunos autores consideran que estos desplazamientos pueden ser explicados por las expresiones matemáticas de las leyes de la cinemática. Obviamente un modelo matemático que presente un modelo de experimentos que debe ser capaz de explicar los tales desplazamientos a varias velocidades de calentamiento. Sin embargo, es posible ajustar la misma curva TGA a diferentes expresiones, dependiendo del modelo cinemático elegido, lo cual representa un serio problema [7].

En principio, los modelos suelen clasificarse en endotérmicos e isotérmicos, con una o varias velocidades de calentamiento. También cabe la clasificación en métodos derivativos o integrales, dependiendo del procedimiento que se emplee para el cálculo de los parámetros.

La utilización de la derivada de la curva TGA (DTG), en lugar de la propia curva, tiene la ventaja que un pequeño cambio en la TGA es un aumento en su derivada. Otras ventajas en la termogravimétrica dinámica, con respecto en procesos isotérmicos, son los siguientes [11]:

- Tiempos de manipulación inferiores permitiendo, con un solo experimento, determinar los parámetros cinéticos.
- Solo se utiliza una muestra, con la cual se evitan los problemas inherentes al cambio de muestras necesarios en los procesos isotérmicos.
- La cinética global aparente puede determinarse en una gran gama de temperatura en forma continua.
- En los procesos isotérmicos se requiere un precalentamiento previo, antes de alcanzar la temperatura de reacción. Durante este periodo transitorio puede obtenerse conversiones no nulas, de tal forma que se falsearía el análisis cinético.
- Es posible determinar con precisión la temperatura umbral de descomposición.

Uno de los problemas con los métodos usados para el estudio cinético es la dificultad de ajustar los datos al modelo usado, normalmente de tipo Arrhenius.

1.8 MODELO CINETICO DE TIPO ARRHENIUS

La forma clásica de estudiar la descomposición térmica de la muestra se basa en suponer que la velocidad de pérdida de peso de las reacciones de descomposición térmica depende de la masa y de la temperatura cuya expresión general sería:

$$dm/dt = -f(m)k(T)q(m,T) \quad (1.1)$$

En la expresión anterior la función $f(m)$ se toma como m_t^n , lo que comúnmente se interpreta diciendo que la pérdida de peso de la muestra obedece a una cinética de orden n, donde m_t es la masa de la muestra en el tiempo t.

Esta suposición del orden de reacción es aplicable a reacciones homogéneas y a algunas reacciones heterogéneas que se llevan a cabo en la fase condensada. Sin embargo, en algunos polímeros que se degradan siendo un mecanismo de emisión aleatoria de enlaces, no tiene un orden de reacción constante, de tal forma que sería erróneo el uso de la expresión antes mencionada, dando que los parámetros estarían sobre estimados.

En todo caso, la hipótesis fundamental de la reacción se basa en suponer que la pérdida de masa sigue la Ley de Arrhenius presentada por la ecuación siguiente:

$$K(T) = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (1.2)$$

La ecuación de Arrhenius presenta la variación de la velocidad de reacción (K) con temperatura (T), y parte de la suposición de que la velocidad de descomposición del proceso aumenta exponencialmente con la temperatura. La constante A, llamada constante preexponencial, es independiente de la temperatura: E_a es la denominada energía de activación y R es la constante de los gases y proviene del papel que juega en la ley de los gases perfectos ($pV = nRT$). El nombre se debe a que, en principio, fue propuesta por el químico sueco Svante August Arrhenius para la velocidad de reacción química en los gases.

Finalmente, el término $q(m,T)$ de la primera expresión indica la interacción entre la masa y la temperatura, y, aunque en muchos procesos se considera igual a uno, en ocasiones no puede hacerse esta suposición y su estimación puede ser complicada. Estas interacciones entre masa y temperatura pueden estar originadas por los siguientes fenómenos.

- Modificación de las propiedades físicas de la muestra durante la descomposición térmica.
- Existencia de reacciones competitivas derivadas a que la energía de activación el factor preexponencial pueden variar con la conversión.

Existe otro método alternativo a la Ley de Arrhenius, como el que se basa en suponer que la energía de activación E_a no es constante, sino que puede presentarse por una distribución de probabilidad normal [4].

1.8.1 Cálculo de parámetros de la ecuación de Arrhenius

Con el objeto de exponer los problemas que presentan en el cálculo de los parámetros cinéticos, haremos una revisión de los modelos más utilizados para este estudio.

Para la determinación de los parámetros existentes en la ecuación de Arrhenius, es necesaria una serie de transformaciones que se basan en expresar dicha ecuación en forma logarítmica:

$$\ln(k(T)) = \ln A - \left(-\frac{E_a}{R} \frac{1}{T}\right) \quad (1.3)$$

Esta ecuación permite mediante una representación de $\ln(k(T))$ frente al inverso de la temperatura absoluta ($1/T$), calcular los parámetros deseados. En la práctica, basta con calcular la recta de regresión de $\ln(K(T))$ frente al inverso de la temperatura absoluta ($1/T$) para, al menos dos experimentos (hay que determinar dos constante de la recta). La pendiente de dicha recta es la estimación del cociente (E_a/R) mientras que la ordenada en el origen es su estimación de $\ln A$.

Habitualmente se usa este método para la determinación de la energía de activación a partir de la pendiente de la recta de regresión. Este hecho tiene el fundamento teórico en que la energía de activación, que tiene unidades de energía por mol, es posible expresarla mediante la propia ecuación de Arrhenius, sin más que dividir energía de activación (E_a) y constante de los gases (R) entre el número de Avogadro (N_{AV}):

Donde $q = E_a/N_{AV}$ es de la energía de activación por unidad de escala atómica y $K = R/N_{AV}$ es la constante de Boltzmann ($13.8 \times 10^{-24} \text{ J/K}$).

A demás, la expresión permite realizar una comparación con el extremo de alta energía de la distribución de Maxwell-Boltzmann de energía moleculares de los gases [11].

La ecuación de Maxwell-Boltzmann expresa la probabilidad p de encontrar la molécula con una energía ΔE mayor que la energía característica correspondiente a una temperatura T . Este hecho es el que permite interpretar la energía de activación E_a como la barrera energética que debe ser superada mediante la activación térmica. Aunque la ecuación se desarrollo inicialmente para gases, también es aplicable a sólidos.

El efecto de compensación cinética es un buen criterio para seleccionar el modelo que mejor ajusta los parámetros cinéticos del proceso de descomposición térmica de estos combustibles y permite así seleccionar el adecuado orden de reacción.

El análisis Termogravimétricos es una herramienta eficaz para el análisis de materiales en cuanto a la caracterización de sus parámetros cinéticos para la reacción de descomposición térmica.

1.9 APLICACIONES DEL ANÁLISIS TÉRMICO.

Industriales:

- *Polímeros.* Sirven para determinar efectos térmicos característicos y datos sobre materiales: Por ejemplo; fusión/cristalización de los termoplásticos, transiciones vítreas, termoestabilidad y composición de las mezclas de goma, comportamiento de curación de los materiales de termofraguado, y el coeficiente de los valores de elasticidad de los compuestos anisotrópicos.
- *Orgánicos.* El comportamiento de fusión y de cristalización de los ingredientes activos farmacéuticos y de sustancias auxiliares; la transición vítrea de las melazas, el comportamiento de la oxidación de los lubricantes o el comportamiento de la curación de pinturas y adhesivos son efectos térmicos.
- *Materiales Cerámicos / Vidrio / Construcción.* Conocer el coeficiente de expansión térmica para la sinterización de las cerámicas técnicas, transiciones de fase y

cristal modificado por calor específico o los valores de conductividad térmica de los materiales de construcción inorgánicos son de una gran importancia práctica.

- *Metales / Aleaciones.* El Calor específico, coeficiente de expansión y las características de los efectos térmicos también bajo condiciones corrosivas podrían ser posiblemente los objetivos analíticos de sus aplicaciones.
- *Inorgánicos.* Aquí encontrará ejemplos de aplicaciones para la caracterización térmica de minerales, productos químicos inorgánicos y otros compuestos y elementos no metálicos e inorgánicos.
- *Materiales Aislantes Térmicos.* Los materiales aislantes térmicos están específicamente diseñados para reducir el flujo de calor por conducción, convección y radiación. Durante el desarrollo y control de calidad, se comprueba continuamente el cumplimiento de las especificaciones y rendimiento de los materiales. NETZSCH ofrece un amplio rango de equipos para la determinación de la conductividad térmica y otras propiedades de los materiales aislantes.
- *Materiales Termoeléctricos.* La termoelectricidad refiere al fenómeno que se produce cuando una diferencia de temperatura crea una diferencia de potencial eléctrico o una diferencia de potencial eléctrico crea una diferencia de temperatura. Distintos metales y semiconductores se utilizan habitualmente para estas aplicaciones. NETZSCH ofrece herramientas precisas para la optimización y caracterización de materiales en este campo.
- *Adhesivos y Sellantes.* Los adhesivos y sellantes más avanzados técnicamente son de central importancia en el desarrollo de nuevos e innovadores productos para muchas industrias clave hoy en día. Utilizando diversos métodos de análisis térmico, es posible investigar y analizar cinéticamente polímeros y aditivos, así como el comportamiento de curado de los adhesivos reactivos.
- *Baterías.* La demanda de baterías nuevas con un ciclo de vida más largo, una mayor capacidad de la celda, un uso más seguro, una temperatura de funcionamiento extendida y un coste más bajo conduce a la investigación sobre nuevos materiales, celdas y pilas de batería.
- *Energía Fotovoltaica.* La demanda de energía solar ha crecido alrededor del 30% anual, a lo largo de los últimos 15 años. Los retos de este mercado para satisfacer esta demanda, se centrarán disponer rápidamente de producto, y datos de prestaciones críticas, que aseguren la diferenciación con los productos de la competencia. El énfasis en investigación estará centrado en la eficiencia del sistema PV, en su ciclo de vida, y en sus costes. Esto estimulará nuevos desarrollos en el uso de materiales, diseño de dispositivos, y tecnologías de fabricación, y conducirá al desarrollo de nuevos conceptos para aumentar la eficiencia global.

Control de calidad:

- Reacciones de descomposición y oxidación, y procesos de vaporización, sublimación y desorción.
- El método proporciona información sobre procesos de descomposición de preparaciones poliméricas.

- Determinación del comportamiento térmico y de la composición de productos naturales y manufacturados.
- Alta aplicación en la industria farmacéutica para analizar pureza de las drogas.

Estas son algunas de las aplicaciones del análisis termogravimétrico en el campo de la industria.

1.10 REFERENCIAS DEL CAPITULO.

- [1] Sanchez M.E., Otero M., Gómez x. And Morán A. Thermogravimetric kinetic analysis of the combustion of biowastes, *RenewableEnergy*, 34, 1622–1627, 2009.
- [2] NA D., YU-FENG Z. AND YAN W. Thermogravimetric analysis and kinetic study onpyrolysis of representative medical wastecomposition, *Waste Management*, 28, 1572–1580, 2008.
- [3] Adams, J. Kneller, W. y Dollimore, D. Thermal analysis (TA) of lime and gypsum-base mediebal mortars. *Thermochimica Acta*, 211, 93-106. (1992).
- [4] Douglas A. Skoog, F. James Holler, Timothy A. Nieman. "Principios de análisis instrumental", 5ª edición. McGraw-Hill/Interamericana de España, 2001
- [5] D.A. Skoog et al. Principios de Análisis Instrumental. Mc Graw Hill, Madrid (2002)
- [6] RPW Scott, Análisis Térmico. Aplicaciones de análisis termogravimétrico (TGA). Análisis Térmico Diferencial. Chile (1998).
- [7] Turi, A. Thermal characterization of polimeric materials. Academic Press. New York (1997).
- [8] <http://www.iim.unam.mx/polimeros/index.php/laboratorio-de-analisis-termico.html>
- [9] TGA. Metalurgia, Instituto de Física UNAM
- [10] <http://www.uco.es/~iq2sagrl/TranspATG.pdf>: Apuntes sobre análisis térmico.
- [11] Casrrasco F y Costa J. Modelo cinetítico de la descompresión térmica. *Revista de ingeniería Química*. 3, 121-129. (1989)
- [12] Conesa J. A. Curso Básico de Análisis Térmico. Editorial Club Universitario. Madrid (2000).

CAPITULO II

SENSORES DE DEFORMACIÓN APLICADOS A LA MEDICIÓN DE FUERZAS.

STRAIN GAGE Y LVDT

En este capítulo se mostrará el funcionamiento de sensores y dispositivos económicos y que proporcionen resultados comparables a los que se obtienen con un TGA de tipo comercial.

Estos sensores y dispositivos usados, son simplemente un horno hecho con materias simples como: ladrillos refractarios, perfiles de aluminio, tubo cerámico y en especial Kanthal A1 para la realizar la resistencia. Otros dispositivos, son los sensores que permiten medir con gran sensibilidad las pérdidas de peso de las muestras en nuestro caso de madera.

De acuerdo a los sensores utilizados como el LVDT y STRAIN GAGES, se emplean en diferentes procesos pero todos ellos con un objetivo en común, la medición de deformación. Para la utilización de los sensores se llevó a cabo un proceso de calibración por medio del cual se determinaba la sensibilidad y el voltaje obtenido de acuerdo al peso. Para obtener los mejores resultados, para LVDT y el STRAIN GAGE se calibró con pesas calibradas.

A continuación se describen las características y calibración de los sensores LVDT y STRAIN GAGE:

2.1 GALGAS DE DEFORMACION

Para emplear una galga de deformación primero se debe saber como esta constituida tanto en su estructura y diseño, para después saber como funciona y que aplicaciones tiene como sensor de fuerza.

2.1.1 ¿Qué es una galga de deformación (Strain Gage)?

Un extensómetro, galga extensiométrica o “Strain Gage” (en inglés) es un dispositivo de medida universal que se utiliza para la medición electrónica de diversas magnitudes mecánicas, cuya resistencia eléctrica varía con la fuerza aplicada o deformación, por lo tanto, traduce fuerza, presión, tensión, peso, etc., en un cambio en la resistencia eléctrica que se puede medir por métodos convencionales [1]. Se entiende por Strain o esfuerzo a la cantidad de deformación de un cuerpo debida a la fuerza aplicada sobre él. Si lo ponemos en términos matemáticos, Strain (ϵ) se define como la fracción de cambio en longitud, como de demuestra la figura 2.1 a continuación:

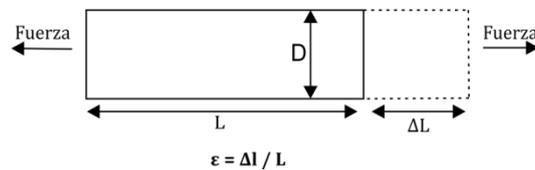


Figura 2. 1 Definición de Strain.

El parámetro Strain puede ser positivo (tensión) o negativo (compresión). Si bien es adimensional, en muchos casos se suele expresar en unidades de mm/mm. En la práctica, la magnitud de medida de Strain es muy pequeña por lo que usualmente se expresa como microstrain ($\mu\epsilon$), que es $\epsilon \times 10^{-6}$.

Cuando una barra es tensionada por una fuerza uniaxial, como en la Figura 2.1, un fenómeno conocido como esfuerzo de Poisson causa que la circunferencia de la barra se contraiga en la dirección transversal o perpendicular. La magnitud de esta contracción transversal es una propiedad del material indicado por su coeficiente de Poisson.

La relación de Poisson ν del material es definido como el radio negativo del esfuerzo en la dirección transversal (perpendicular a la fuerza) al esfuerzo en la dirección axial (paralelo a la fuerza) o $\nu = \epsilon T / \epsilon$. El radio de Poisson para el acero, por ejemplo, va de 0.25 a 0.3 [1].

Se conocen varios métodos para medir esfuerzo, pero el más utilizado es mediante un Strain Gage, dispositivo cuya resistencia eléctrica varía de forma proporcional al esfuerzo a que éste es sometido. El Strain Gage más ampliamente utilizado es el confinado en papel metálico o “bonded metallic” Strain Gage.

El Strain Gage metálico consiste en un cable muy fino o papel aluminio dispuesto en forma de rejilla. Esta rejilla, maximiza la cantidad de metal sujeto al esfuerzo en la dirección paralela. La grilla está pegada a un fino respaldo llamado “carrier”, el cual está sujeto directamente a la pieza bajo medida. Por lo tanto, el esfuerzo experimentado por la pieza es transferido directamente al Strain Gage, el cual responde con cambios lineales de resistencia eléctrica [1].

Los Strain Gages se encuentran en el mercado con valores nominales de resistencia de 30 a 3000; con 120, 350 y 1000: como los valores más comunes.

Es de suma importancia que el Strain Gage sea apropiadamente montado sobre la pieza para que el esfuerzo sea transferido adecuadamente desde la pieza a través del adhesivo y el material de respaldo hasta la misma grilla metálica.

Un parámetro fundamental de los Strain Gage es la sensibilidad al esfuerzo, expresado cuantitativamente como el factor de galga (GF). El factor de galga es definido como la relación de variación fraccional de resistencia eléctrica y la variación fraccional de longitud:

$$GF = \frac{\Delta R/R}{\Delta L/L} = \frac{\Delta R/R}{\epsilon} \quad (2.1)$$

El factor de galga típico para un Strain Gage metálico es de aproximadamente 2 [1].

2.1.2 Principio Básico de Funcionamiento

Cuando fuerzas externas son aplicadas a un objeto inmóvil, se tiene como resultado estrés y tensión en dicho objeto. El estrés se define como la resistencia total desarrollada que es igual a la carga externa e interna de las fuerzas de los objetos, y la tensión se define como el desplazamiento y la deformación que se produce.

La Strain Gage es una de las herramientas más importantes de la técnica de medición eléctrica aplicada a la medida de magnitudes mecánicas. Como su nombre lo indica, se utilizan para la medición de la deformación. Como término técnico "Strain" consiste en la deformación de tensión y compresión, que se distingue por un signo positivo o negativo. Por lo tanto, calibradores de deformación se puede utilizar para medir la tensión y contracción.

El esfuerzo de un cuerpo siempre es causado por una influencia externa o un efecto interno. El esfuerzo podría ser causado por las fuerzas, presiones, los momentos, el calor, los cambios estructurales del material y similares. Si se cumplen determinadas condiciones, la cantidad deformación o el valor de la deformación que influyen pueden deducirse del valor de la tensión eléctrica medida. En el análisis experimental de la tensión ésta característica es ampliamente utilizada.

El análisis experimental de estrés utiliza los valores medidos de deformación en la superficie de una muestra, o parte estructural, y del material y también para predecir su seguridad y la resistencia. Los transductores especiales pueden ser diseñados para la medición de fuerzas o de otras magnitudes derivadas, por ejemplo, los momentos, las presiones, aceleraciones, desplazamientos, vibraciones, y otros. El transductor generalmente contiene una membrana sensible a la presión [2].

2.1.3 Diseños de Sensor

2.1.3.1 Características de un Strain Gage

Longitud de una galga:

Es la región activa o longitud de la rejilla sensible al esfuerzo de una galga como se muestra en la figura 2.2. Los codos y almohadillas de soldadura no se consideran sensibles al esfuerzo debido a su gran sección transversal y su baja resistencia eléctrica. Para

satisfacer las amplias necesidades de análisis de esfuerzos se ofrecen longitudes de galgas que van de 0.2mm a 100mm.

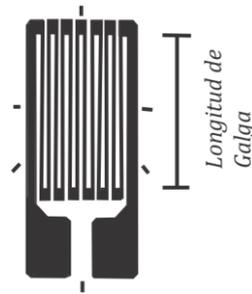


Figura 2.2 Strain Gage y su longitud de galga.

Concentración del esfuerzo:

La longitud de la galga es usualmente un factor muy importante a la hora de determinar su rendimiento bajo ciertas circunstancias. Por ejemplo, las medidas de esfuerzo son realizadas, en general, sobre las piezas o estructuras críticas de una máquina (sometidas a mayor esfuerzo). Y muy frecuentemente, las piezas más fatigadas son las que se encuentran sometidas a mayor esfuerzo, donde el gradiente de esfuerzo es más pronunciado y el área de mayor esfuerzo se circunscribe a una pequeña región. Los Strain Gage tienden a integrar, o promediar, el área cubierta por la grilla. Puesto que el promedio de la distribución de un esfuerzo no uniforme es siempre menor al máximo, un Strain Gage que es más larga que la máxima región de esfuerzo, indicará una magnitud de esfuerzo muy bajo. La figura siguiente ilustra de forma representativa la distribución de esfuerzo en la vecindad de la concentración de esfuerzo, y demuestra el error en el esfuerzo indicado para un Strain Gage demasiado largo con respecto a la zona de máximo esfuerzo.

Como una regla general, en lo posible, la longitud de la galga no debe ser mayor a la dimensión de la causa del esfuerzo para que la medición sea aceptable. Cuando la causa del esfuerzo es pequeña, digamos del orden de 13mm, la regla general conduciría a longitudes de galgas muy chicas. Puesto que el uso de galgas muy pequeñas introduce otros tipos de problemas, se tiene que llegar a una relación de compromiso.

Galgas cortas:

Los Strain Gages cuya longitud es de alrededor de 3mm tienden a exhibir su rendimiento un tanto degradado (particularmente con respecto a su máxima elongación, su estabilidad bajo esfuerzo estático y su durabilidad cuando está sometida a esfuerzo cíclico alternativo). Cuando cualquiera de estas características empobrece la precisión de la medición en mayor medida que el promedio del esfuerzo se justifica la utilización de una galga de mayor longitud.

Galgas largas:

Cuando se justifica su empleo, las galgas largas ofrecen ciertas ventajas que valen la pena mencionar. Son, casi siempre, más fáciles de manipular en todos los aspectos de la instalación y cableado que las galgas miniatura (13mm). Más aún, las galgas largas proveen una mejor disipación de calor porque debido a su resistencia nominal tienen menor potencia por unidad de área de grilla. Estas consideraciones pueden ser muy importantes a la hora de trabajar sobre materiales plásticos u otros materiales con pobre disipación de calor. Una inadecuada disipación de calor trae aparejada una sobre elevación de

temperatura en la grilla, material de respaldo, adhesivo y superficie de prueba, y puede afectar notablemente el rendimiento y la precisión.

Tipos de aleaciones para Strain Gages

El componente principal que determina las características de operación de un Strain Gage es la aleación sensible al esfuerzo que compone la grilla de papel metálico. Sin embargo, la aleación no es en todos los casos un parámetro de selección independiente. Esto es porque cada serie de Strain Gage de Micro- Medidas (identificada por las primeras dos o tres letras de un código alfanumérico) se diseña como un sistema completo, compuesto por la combinación de un respaldo y un papel metalizado particular que generalmente incorpora otras características específicas (como encapsulamiento, pistas, etc.) a las series.

Micro-Medidas ofrece la siguiente variedad de aleaciones de Strain Gages:

- ✚ Aleación A: Constantán, una aleación de cobre y níquel, autocompensado por temperatura.
- ✚ Aleación P: Constantán templado,
- ✚ Aleación D: Aleación isoelástica de cromo y níquel
- ✚ Aleación K: Aleación de cromo y níquel; Karma autocompensado por temperatura.

Aleación Constantán

De todas las aleaciones modernas de Strain Gage, la de Constantán es la más antigua, y aun así la más usada. Esta situación refleja que el Constantán provee la mejor combinación global de propiedades necesarias para la mayoría de las aplicaciones de los Strain Gages. Esta aleación tiene por ejemplo, una alta sensibilidad al esfuerzo, o factor de galga, y es relativamente insensible a la temperatura. Su resistividad es lo suficientemente alta como para lograr valores adecuados de resistencia aún para pequeñas grillas y su coeficiente de temperatura para resistencias no es excesivo.

Además, el Constantán es caracterizado por una muy buena vida útil y una relativamente buena capacidad de elongación. Se debe notar, sin embargo, que el Constantán tiende a exhibir un desvío o “drift” continuo a temperaturas superiores de 65 °C, esta característica se debe tener en cuenta cuando la estabilidad en cero del Strain Gage es crítica sobre períodos prolongados.

Aleaciones A:

Se debe señalar que el Constantán o aleación A, se puede procesar con el fin de autocompensar la temperatura para cumplir con un amplio rango de coeficientes de expansión de materiales. Las aleaciones A son proporcionadas con autocompensación de temperatura (STC, self temperature-compensation) números 00, 03, 05, 06, 09,13, 15, 18, 30, 40 y 50, para uso en materiales de prueba con el correspondiente coeficiente de expansión térmico (expresado en ppm/ °F)

Aleación P:

Para la medición de esfuerzos muy grandes, 5% (50000 microstrain) o más, el Constantán templado (aleaciones P) es seleccionado normalmente como el material de la grilla. El Constantán es muy dúctil, y, en Strain Gages con longitudes de 3mm o más, pueden ser tensadas más de un 20%. Se debe tener en cuenta, sin embargo, que bajo grandes

esfuerzos cíclicos, la aleación P exhibirá cambios permanentes en la resistencia eléctrica provocando un cambio en la graduación del cero en la galga. A causa de estas características, y la tendencia de una falla prematura de la grilla por fatiga, la aleación P no es muy comúnmente recomendada para esfuerzos cíclicos. Las aleaciones P se pueden encontrar con temperatura autocompensadas (STC) con números 08 y 40 para metal y plástico, respectivamente.

Aleaciones isoelástica:

Cuando las medidas de esfuerzo son puramente dinámicas – esto es, cuando no es necesario mantener estable una referencia cero – la aleación isoelástica (aleación D) ofrece ciertas ventajas. Dentro de las principales, se puede citar una larga vida útil soportando la fatiga comparada con las aleaciones A, y un alto factor de galga (aproximadamente 3.2) que mejora la relación señal a ruido en pruebas dinámicas.

Las aleaciones D no están sujetas a la autocompensación de temperatura, es más, la salida térmica es tan grande (aproximadamente 145 microstrain/°C) que esta aleación no es normalmente usada para medidas de esfuerzo estáticas. Existen ocasiones, sin embargo, en que las aleaciones D se aplican a transductores de propósito especial cuando se necesita una salida elevada y se puede utilizar un arreglo tipo puente para lograr una compensación razonable de temperatura mediante circuitería.

Otras propiedades de las aleaciones D se pueden considerar a partir del material de la grilla, por ejemplo, éste es magnetoresistivo, y su respuesta es en cierto grado no lineal, siendo significativa para esfuerzos más allá de ± 5000 microstrain.

Aleaciones Karma:

La aleación Karma, o Karma modificada, con su amplia área de aplicación, representa a un miembro importante en la familia de aleaciones de Strain Gages. Esta aleación se caracteriza por una buena vida útil y excelente estabilidad; y es la selección preferida para mediciones estáticas de esfuerzo de alta precisión durante largos períodos de tiempo (meses o años) a temperatura ambiente. Se recomienda para medidas estáticas extendidas de esfuerzo sobre los rangos de temperatura que van de -269 a +260 °C. Para períodos cortos, los Strain Gages encapsuladas de tipo K pueden ser expuestas a temperaturas tan altas como +400°C. Una atmósfera inerte mejorará la estabilidad y extiende la vida útil de la galga a altas temperaturas.

Entre sus otras ventajas, las aleaciones K poseen una salida térmica más plana que las aleaciones A, de esta manera, permite una corrección mucho más precisa del error debido a la salida térmica a temperaturas extremas. Como el Constantán, las aleaciones K pueden ser autocompensadas por temperatura para su uso sobre materiales con diferentes coeficientes de expansión. Los números disponibles de STC para aleaciones K son limitados: 00, 03, 05, 06, 09, 13 y 15. La aleación K es la elección adecuada cuando se requiere de una galga auto compensada por temperatura que se adapte a las condiciones ambientales y su performance no sea atendible por una galga tipo A.

La galga difundida se limita a aplicaciones moderadas de temperatura y requiere de compensación de temperatura. Los semiconductores a menudo se usan como elementos sensores de transductores de presión. Son pequeños, baratos, precisos y repetibles, proporcionan una amplia gama de presiones, y generan una señal de salida fuerte. Sus limitaciones incluyen la sensibilidad a las variaciones de temperatura ambiente, lo cual puede ser compensado en el diseño de transmisor inteligente.

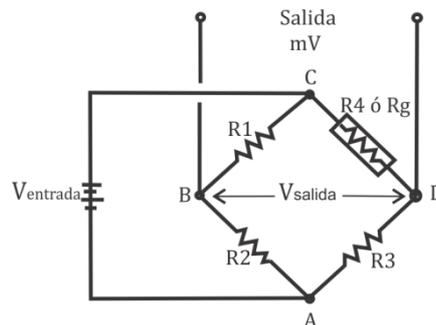
En resumen, el Strain Gage ideal es pequeño en tamaño y masa, de bajo costo, fácil conexión, y muy sensible a la tensión, pero insensible a las variaciones de temperatura ambiente o proceso. Las tres principales consideraciones en la selección del medidor son: *la temperatura de funcionamiento, la naturaleza de la Strain de ser detectado, y los requisitos de estabilidad.* Además, la selección del desplazamiento del material, aleación de la rejilla, el adhesivo protector y esfuerzo garantizarán el éxito de la aplicación [3].

2.1.4 Circuito de Medición

Con el fin de medir la tensión con un medidor de resistencia a la deformación en condiciones de operación, debe estar conectado a un circuito eléctrico que es capaz de medir los cambios de tiempo en la resistencia correspondiente a la tensión. Los Transductores del calibrador de tensión suelen emplear cuatro elementos Strain Gage conectados eléctricamente para formar un circuito puente de Wheatstone [5].

El **puente Wheatstone** es un circuito inicialmente descrito en 1833 por Samuel Hunter Christie (1784-1865). No obstante, fue el Sr. Charles **Wheatstone** quien le dio muchos usos cuando lo descubrió en 1843. Como resultado este circuito lleva su nombre. Es el circuito más sensitivo que existe para medir una resistencia.

El **puente Wheatstone** es un circuito muy interesante y se utiliza para medir el valor de componentes pasivos como las resistencias. Figura 2.3 [4]:



$$V_{SALIDA} = V_{ENTRADA} \left[\frac{R3}{R3 + Rg} = \frac{R2}{R1 + R2} \right]$$

Figura 2.3 Puente Wheatstone.

Un puente de Wheatstone es un circuito de puente utilizado para la medición de la resistencia eléctrica estática o dinámica. La tensión de salida del puente de Wheatstone se expresa en milivoltios de salida por voltios de entrada. El circuito de Wheatstone también es muy adecuado para la compensación de temperatura.

En la figura, si R1, R2, R3 y R4 ó Rg son iguales, y un voltaje, VIN, se aplica entre los puntos A y C, entonces la salida entre los puntos B y D no muestran diferencia de potencial. Sin embargo, si R4 ó Rg es cambiado a un valor que no es igual a R1, R2 y R3, el puente va a perder el equilibrio y una tensión que existe en los terminales de salida. En una configuración llamado G- puente, el sensor de presión variable Rg resistencia, mientras que los brazos son fijos el valor de la resistencia.

El sensor, sin embargo, puede ocupar uno, dos o cuatro brazos del puente, dependiendo de

la aplicación. La tensión total o la salida del circuito (Voltaje de salida) es equivalente a la diferencia entre la caída de tensión en R1 y R4.

$$V_{SALIDA} = V_{R1} - V_{R4} \quad (2.2)$$

El puente se considera equilibrado cuando $R1/R2 = R4/R3$ y, por tanto, Voltaje de salida es igual a cero.

Cualquier pequeño cambio en la resistencia de la red de detección lanzará el puente fuera de balance, lo que es adecuado para la detección del esfuerzo. Cuando el puente está configurado de modo que la R4 es el medidor del esfuerzo activo, un pequeño cambio en R4 dará lugar a una tensión de salida desde el puente. Si el factor de galga es GF, la medición de la tensión se relaciona con el cambio en la R4 queda de la siguiente manera:

$$Strain = (\Delta R_4 / R_4) / GF \quad (2.3)$$

El número de bandas extensométricas activo que debe ser conectado al puente depende de la aplicación. Por ejemplo, puede ser útil para conectar medidores que están en lados opuestos de una viga, una en la compresión y el otro en la tensión. En este arreglo, uno puede duplicar la salida del puente del mismo esfuerzo. En las instalaciones donde todos los brazos están conectados a un Strain Gages, la compensación de temperatura es automática, como el cambio de resistencia debido a las variaciones de temperatura será la misma para todos los brazos del puente.

En un puente de Wheatstone de cuatro elementos, generalmente de dos esfuerzos se conectan en la compresión y dos en la tensión. Por ejemplo, si R1 y R3 están en tensión (positiva) y R2 y R4 están en la compresión (negativo), entonces la salida será proporcional a la suma de todas las tensiones medidas por separado. Para medidores ubicados en las piernas al lado, el puente se desequilibra en proporción a la diferencia de tensión. Para los medidores en las piernas de frente, el puente de los saldos en proporción a la suma de los esfuerzos. Si la tensión de flexión, deformación axial, deformación de corte, o la tensión de torsión que se está midiendo, el arreglo de Strain Gage determinará la relación entre la salida y el tipo de esfuerzo que se está midiendo. Si una tensión de tracción positiva se produce en R2 y R3, y una tensión negativa es experimentada por los medidores R1 y R4, la producción total de voltaje de salida, sería cuatro veces la resistencia de un medidor individual [4].

2.1.5 Mediciones con Strain Gages.

En la práctica, las mediciones con Strain Gages raramente involucran cantidades mayores que unos pocos milistrain (mε). Por lo tanto, para medir esfuerzo se requiere de máxima precisión sobre pequeños cambios de resistencia. El factor de galga es, como se dijo, la sensibilidad al esfuerzo de un Strain Gage. Supongamos que una pieza de prueba sufre deformación de 500με. Un Strain Gage con un factor de galga de 2 mostrará un cambio en su resistencia eléctrica de $2 \times (500 \times 10^{-6}) = 0.1\%$. Para una galga de 120; es un cambio sólo de 0.12: Para medir cambios tan pequeños de resistencia y compensar la sensibilidad

térmica, los Strain Gages son casi siempre utilizados en configuración puente con excitación externa.

El circuito general de puente de Wheatstone figura 1.19, consiste en cuatro brazos resistivos con una excitación de voltaje, V_{EX} , que se aplica a través del puente. El voltaje de salida del puente, V_O , es igual a:

$$V_O = \left[\frac{R_3}{R_3 + R_4} - \frac{R_2}{R_1 + R_2} \right] * V_{EX} \quad (2.4)$$

De la ecuación anterior, cuando se da que $R_1 / R_2 = R_4 / R_3$, el voltaje de salida V_O es nulo. Bajo estas condiciones, se dice que el puente se encuentra balanceado. Cualquier cambio de resistencia sobre cualquier brazo del puente, resultará en una salida del voltaje no nula. Por lo que si reemplazamos R_4 con un Strain Gage activo, cualquier cambio en la resistencia del Strain Gage causará el desbalance del puente y producirá una salida no nula proporcional al esfuerzo [5].

Minimización de los efectos de la temperatura con sensores en medio puente y puente completo

Si utilizamos dos o cuatro galgas sobre un puente de Wheatstone, podemos minimizar los efectos de la temperatura. Estas configuraciones son conocidas como medio puente y puente completo. Con todos los Strain Gages sobre el puente a la misma temperatura y montados sobre el mismo material, cualquier cambio en la temperatura afectará a todas las galgas de la misma manera. Puesto que los cambios de la temperatura son idénticos en todas las galgas, la relación de sus resistencias no varía, y el voltaje de salida de cada galga tampoco [4].

2.2 SENSOR TIPO “LVDT”

El sensor LVDT es un tipo de transductor del tipo electromecánico que convierte el movimiento rectilíneo de un objeto y lo transforma en una señal eléctrica. El acrónimo “LVDT” significa “Linear Variable Diferencial Transformer”. Los LVDT son fácilmente disponibles y pueden medir movimientos tan pequeños como unas millonésimas de pulgada hasta varias pulgadas, pero son también capaces de medir posiciones hasta ± 20 pulgadas (± 0.5 metros) [6].

En uso normal, no hay contacto mecánico entre el núcleo del LVDT y el bobinado, no hay roce, arrastre u otra fuente de fricción. Esta característica es particularmente usada en prueba de materiales, medición de desplazamiento por vibración y sistemas graduador dimensional de alta resolución.

Puesto que los LVDTs operan sobre principios de acoplamiento electromagnético en una estructura libre de fricción, miden cambios infinitamente pequeños en la posición del núcleo. Esta capacidad de resolución infinita es limitada solamente por el acondicionador de señal LVDT y por el display de salida.

Este factor es especialmente importante en aplicaciones de alta confiabilidad, tales como aeroplanos, satélites, vehículos espaciales e instalaciones nucleares. Así también es altamente deseable en varios controles de proceso industrial y sistemas de automatización de fábrica.

El agujero interno de la mayoría de los LVDT está abierto a ambos lados. En los casos de sobre excursión no prevista, el núcleo puede pasar a través de la zona de los bobinados sin causar daños. Esta invulnerabilidad a sobrecargas en la posición de entrada, hacen de un LVDT el sensor ideal para aplicaciones como extensómetros que son adicionados a las probetas de muestras en aparatos de pruebas de resistencias de materiales.

El LVDT responde al movimiento del núcleo a lo largo del eje del bobinado, pero es generalmente insensible al movimiento en el eje transversal del núcleo o a su posición radial. Por ello, un LVDT generalmente puede funcionar sin efectos adversos en aplicaciones que implican movimientos no alineados o flotantes, y en casos donde el núcleo no se mueve exactamente en línea recta.

2.2.1 Funcionamiento.

Núcleo y bobinados separados

Cuando se trata de medir fuerzas, y como el LVDT solo acusa desplazamiento, hace falta la concurrencia de un elemento elástico para completar el sistema transductor. Existen diversos dispositivos a base de resortes, flejes, anillos dinamométricos, etc. para los diferentes casos de medidas. En nuestro caso usamos un fleje.

Las técnicas de construcción y materiales usadas en el armado de un LVDT, hacen de él un sensor durable y resistente en una gran variedad de condiciones ambientales. La unión de los arrollamientos es seguida por un encapsulado epoxi en el casco, resultando más resistente a la humedad, así como también la capacidad para absorber choques, cargas considerables y altos niveles de vibración en todos los ejes.

La alta permeabilidad interna del escudo magnético minimiza los efectos de campos externos de CA (Ruido).

El casco y el núcleo están hechos de metales resistentes a la corrosión, el casco también actúa como un escudo magnético suplementario. Y para las aplicaciones donde el sensor debe resistir la exposición a vapores y líquidos combustibles o corrosivos, u operando en fluidos comprimidos, el casco y el bloque ensamblado de las bobinas pueden sellarse herméticamente usando una gran variedad de procesos de soldaduras existentes para dicho fin. Los LVDTs ordinarios puede operar sobre una gama de temperatura muy amplia, pero, si se requiere, podrán ser producidos para operar bajo temperaturas criogénicas, o, usando materiales especiales, operando a niveles elevados de radiación y temperaturas encontradas en muchos reactores nucleares [6].

Estabilidad del Punto Nulo

La ubicación del punto nulo en los LVDTs es sumamente estable y constante, sobre una amplia gama de temperatura de funcionamiento. Esto hace que un LVDT se desempeñe bien como un sensor de posición nula en sistemas de control de lazo cerrado y en instrumentos servo balanceados de alto rendimiento.

Rápida Respuesta Dinámica

La ausencia de fricción durante la operación normal permite que un LVDT responda muy rápido a los cambios de posición del núcleo. La respuesta dinámica de un sensor LVDT está auto limitada solamente por los efectos inerciales de la masa delgada de núcleo. Más frecuentemente, la respuesta de un sistema de sensado LVDT es determinada por las características del acondicionador de señal.

Salida Absoluta

Un LVDT es un dispositivo de salida absoluta, a diferencia de un dispositivo de salida incremental. Esto significa que en caso de pérdida de alimentación, los datos de posición que son enviados desde el LVDT no se perderán. Cuando el sistema de medición es reiniciado, el valor de salida del LVDT será el mismo que tuvo antes del fallo de la alimentación [7].

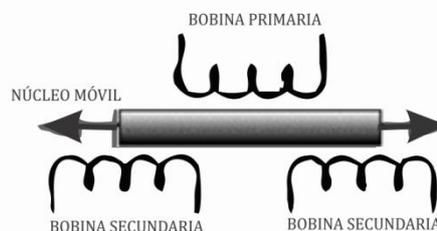


Figura 2.4 LVDT: Núcleo y bobinados separados.

La estructura interna del transformador consiste en un devanado primario centrado entre un par de devanados, colocados simétricamente con respecto al primario, Un LVDT es muy parecido a cualquier otro transformador, el cual consta de un bobinado primario, bobinado secundario, y un núcleo magnético.

Las bobinas son partidas en un agujero de vidrio térmicamente estable reforzado con polímero, encapsulado contra la humedad, envuelto en un protector de alta permeabilidad magnética, y luego asegurado en una cápsula cilíndrica de acero inoxidable. Este conjunto de la bobina suele ser el elemento estacionario del sensor de posición. . Una corriente alterna, conocida como la señal portadora, se aplica en el bobinado primario. Dicha corriente alterna en el bobinado primario produce un campo magnético variable alrededor del núcleo. Este campo magnético induce un voltaje alterno (CA) en el bobinado secundario que está en la proximidad del núcleo. Como en cualquier transformador, el voltaje de la señal inducida en el bobinado secundario es una relación lineal del número de espiras. La relación básica del transformador es:

$$\frac{V_{salida}}{V_{entrada}} = \frac{N_{salida}}{N_{entrada}} \quad (2.5)$$

Donde:

V_{salida}: Tensión de salida.

V_{entrada}: Tensión de entrada.

N_{salida}: Numero de espiras del bobinado secundario.

N_{entrada}: Numero de espiras del bobinado primario.

El elemento movable de un LVDT es una armadura tubular separada de material magnéticamente permeable llamada “núcleo”, el cual es libre de moverse axialmente dentro del alojamiento hueco de las bobinas, es mecánicamente unido al objeto cuya posición se está midiendo. Este agujero es suficientemente ancho para proporcionar una separación entre el núcleo y la bobina, para que no entren en contacto físico.

En operación, el devanado primario del LDVT es energizado con corriente alterna de una apropiada amplitud y frecuencia, conocida como excitación primaria. La salida eléctrica del LDVT es la diferencia de voltaje entre los dos devanados secundarios, el cuál varían con la posición axial del núcleo dentro de la bobina LVDT.



Figura 2.5 Estructura del LVDT.

El LVDT indica la dirección de desplazamiento debido a que las salidas de los dos bobinados secundarios se encuentran balanceadas mutuamente. Los bobinados

secundarios en un LVDT se conectan en sentido opuesto. Así cuando el mismo campo magnético variable se aplica a ambos bobinados secundarios, sus voltajes de salida tienen igual amplitud pero diferente signo. Las salidas de los dos bobinados secundarios se suman, simplemente conectando los bobinados secundarios a un punto común de centro. A una posición de equilibrio (generalmente cero desplazamiento) se produce una señal de salida igual a cero. La señal inducida de CA es entonces modulada para producir un voltaje de CC que sea sensible a la amplitud y a la fase de la señal de CA producida.

A continuación se muestra un diagrama de la relación entre la señal de entrada del bobinado primario, el núcleo magnético y la señal de salida.

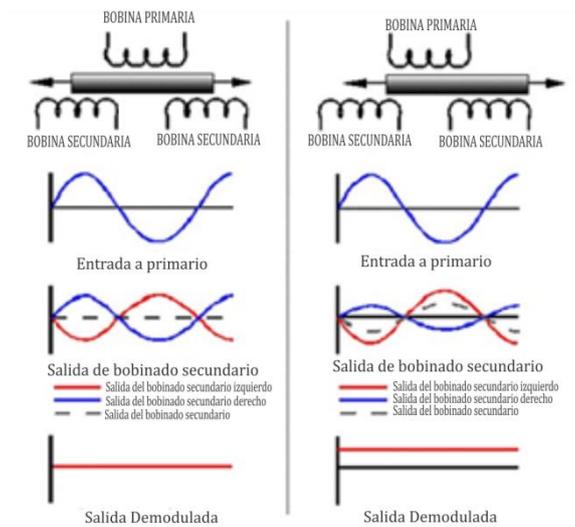


Figura 2.6 Diagrama de la relación de la señal.

El LVDT provee una relación lineal entre el desplazamiento y el voltaje, mientras el núcleo se expone a todas las espiras del bobinado primario.

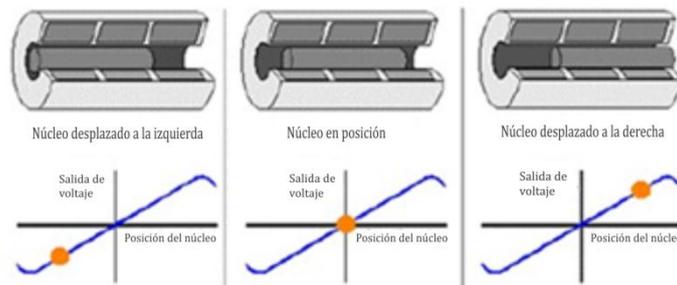


Figura 2.7 Relación lineal que provee un LVDT.

En la práctica los LVDT son usados con etapas demoduladoras de portadora que proveen la señal portadora (la señal alterna hacia el bobinado primario) y convierten (o demodulan) la señal AC inducida en una señal DC. El demodulador sensible a la fase es un

convertidor AC/DC que produce una tensión DC (típicamente entre 0 y 10 Volts) proporcional a la magnitud de salida del LVDT y sensible a la fase de la señal de salida relativa a la señal (portadora) de entrada. Cuando el núcleo es desplazado hacia un lado del primario, la salida del LVDT está en fase con la entrada y el demodulador produce una señal positiva. Cuando el núcleo es desplazado hacia el otro lado, la salida del LVDT estará desfasada 180 grados respecto a la señal del primario. La salida del demodulador es entonces una tensión negativa proporcional al desplazamiento [7].

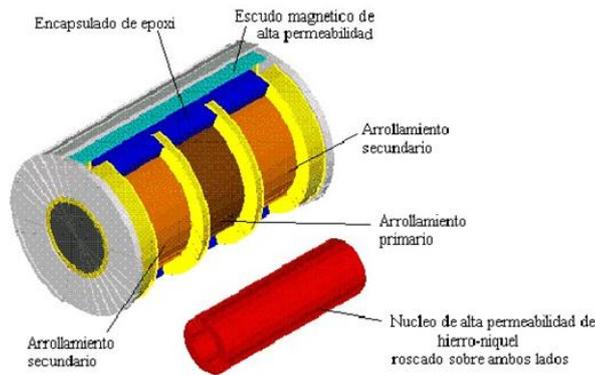


Figura 2.8 Estructura interna del transformador.

La estructura interna del Transformador consiste en un arrollamiento primario centrado entre un par de canaletas destinadas para la ubicación de los bobinados secundarios, simétricamente espaciados respecto del primario. Los bobinados están devanados sobre una pieza de forma hueca, térmicamente estable por su construcción de polímero reforzado de cristales, y encapsulado contra la humedad; son envuelto en un escudo magnético de elevada permeabilidad, y luego alojados por seguridad en un cilindro de acero inoxidable. Este ensamble del bobinado es comúnmente el elemento fijo del sensor de posición.

El elemento móvil del LVDT es una armadura tubular de un material magnéticamente permeable llamado núcleo, el cual está libre para moverse axialmente dentro del hueco de los bobinados, y está mecánicamente acoplado al objeto cuya posición se está midiendo. Este diámetro interior es lo suficientemente grande como para proveer un espaciado radial entre ambos, sin la necesidad de contacto físico

La figura 2.9 ilustra que sucede cuando el núcleo de los LVDT está en una posición axial diferente.

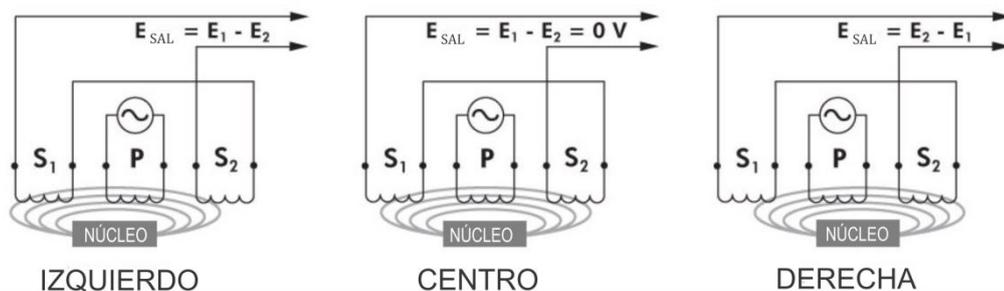


Figura 2.9 Posiciones axiales del núcleo.

El arrollamiento primario P, es energizado por una fuente de corriente alterna de amplitud constante. El flujo magnético desarrollado es acoplado por el núcleo hacia el arrollamiento secundario adyacente, S1 y S2. Si el núcleo está localizado equidistante de S1 y S2, igual flujo es acoplado hacia cada secundario así los voltajes E1 y E2, inducido en cada arrollamiento son iguales.

En esta posición equidistante del núcleo, referida como punto nulo, la salida de tensión diferencial (E1- E2) es efectivamente 0.

Si el núcleo es desplazado más cerca de S1 que de S2, más flujo es acoplado hacia S1, así el voltaje inducido E1 es incrementado mientras E2 decrece, resultando en la tensión diferencial E1 - E2.

Recíprocamente, si el núcleo es desplazado más cerca de S2, más flujo es acoplado hacia S2 y por lo tanto se incrementa E2, resultando en la tensión diferencial E2- E1 [8].

2.3 REFERENCIAS

[1] AN INTRODUCTION TO MEASUREMENTS USING STRAIN GAGES.

Karl Hoffmann

[2] The Pressure, Strain, and Force Handbook, Omega Press LLC, 1996.

[3] Beer, F. y Johnston, E. Mecánica de materiales. Santafé de Bogotá, Colombia: McGraw-Hill Interamericana, S.A (1993).

[4] Instrumentación industrial/ puente de wheanstone. 305pg. Antonio CREUS SOLE, Séptima edición, Editorial Marcombo, 2005

[5] Process/Industrial Instruments and Controls Handbook, 4th Edition, Douglas M. Considine, McGraw-Hill, 1993.

[6] Linear Variable Differential Transformer Operating Principles. A-Tech Instruments Ltd. A-Tech Instruments Ltd

[7] http://www.macrosensors.com/lvdt_tutorial.html

[8] <http://www.rdpe.com/displacement/lvdt/lvdt-principles.htm>

CAPITULO III

DISEÑO DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL PARA EL ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (AT)

En este capítulo se presenta el diseño el diseño de un prototipo de TGA basado en el empleo de sensores de deformación aplicados a la medición de fuerzas, que en este caso registran, las pérdidas de peso.

Los elementos del dispositivo son los siguientes:

- 1) Un horno eléctrico, constituido por una cilindro de cerámico que es la parte interna del horno y una resistencia que recubre a este, brindando así la energía. Esto a su vez, esta colocado en una estructura de que aísla el calor producido por la resistencia.
- 2) Dos sensores de deformación acoplados a un fleje; un LVDT y un puente formado por cuatro Strain Gages. Estos sensores son los que registran las variaciones de las perdidas de peso.

A continuación presento el modelo teórico y las partes que lo conforman. Así como la construcción paso a paso de cada una de las partes, y también los tipos de materiales utilizados.

3.1 IMPLEMENTACION DEL DISPOSITIVO

La implementación del dispositivo es lo más importante a continuación se detallan cómo interactúan cada uno de los dispositivos y la forma en la que están dispuestos, para lograr que este funcione correctamente.

Diagrama de conexiones de todos los dispositivos del TGA.

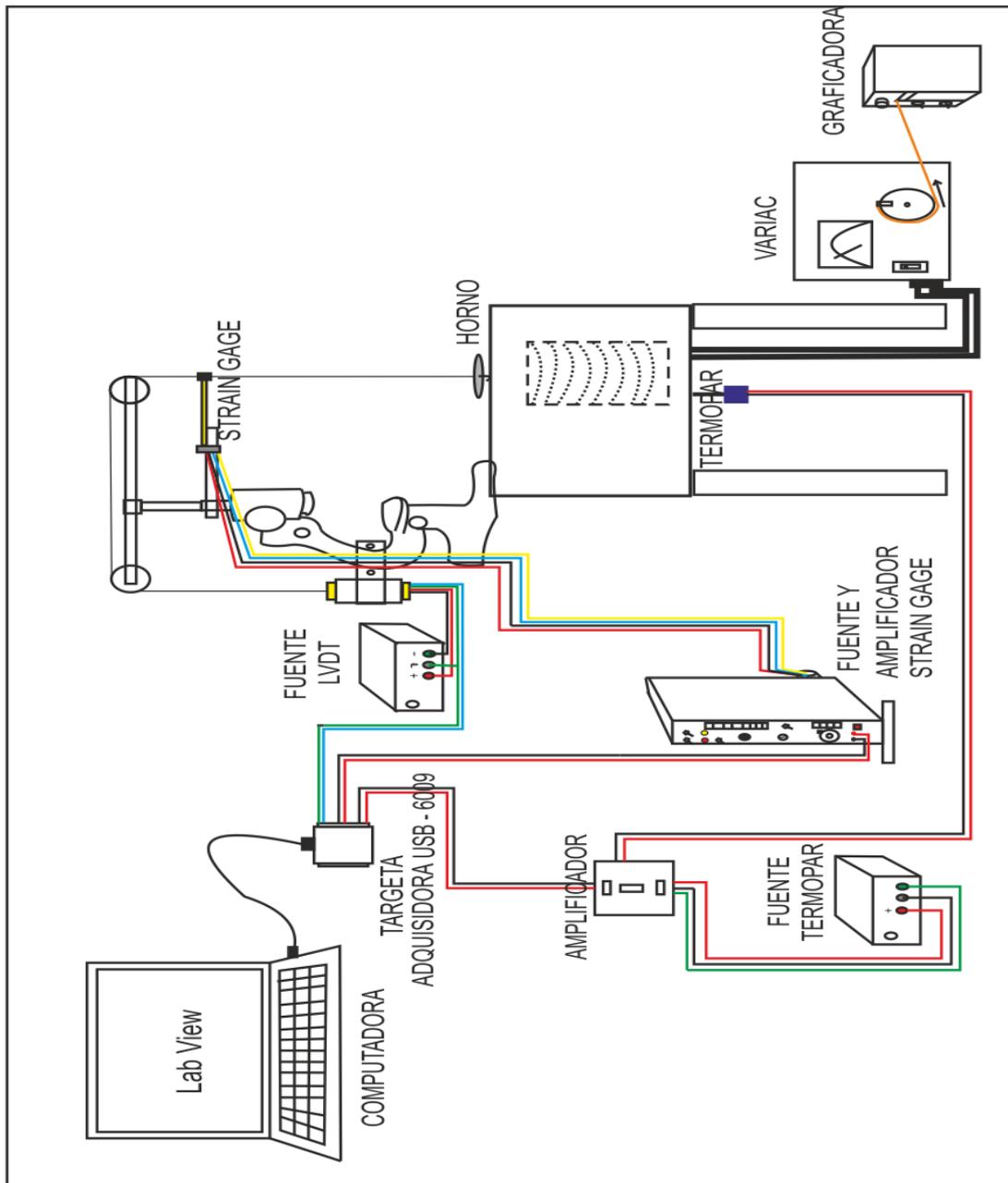


Figura 3.1 Diagrama de conexiones del TGA prototipo.

El diagrama de conexiones muestra a grandes rasgos como están conectados entre sí, y la forma en la que está dispuesto cada uno de los instrumentos que hacen que funcione el TA.

1. Como punto central se tiene al horno, el cual está conectado a una fuente de alimentación que es el variac, y este a su vez tiene que ser activado por la graficadora que está conectada por medio de una cinta de papel, que al enrollarse en la graficadora hace girar la perilla del variac lentamente hasta que alcanza tres amperes.
2. En el horno se encuentra el termopar. El termopar se ubica en la parte central de horno donde se tiene la mayor concentración de temperatura, y el termopar está conectado a un amplificador de voltaje.
3. El amplificador de voltaje está conectado a una fuente de alimentación de corriente directa que produce 15v, aquí la señal producida por el termopar es amplificada de 1 a 100 y posteriormente es dirigida a la tarjeta DAQ 6009.
4. Otra parte importante y que corresponde al punto central es el fleje del TGA, ésta sección contiene los sensores de deformación, uno es el Strain Gage el cual está conectado al *Signal Conditioning Amplifier System 2310*, que es una fuente de alimentación y al mismo tiempo amplifica la señal producida por el sensor. Esto se logra por un arreglo en la conexión llamado puente completo. La señal producida por el *SCAS 2310* ya amplificada es dirigida a la tarjeta DAQ 6009.
5. El otro sensor el LVDT, es alimentado por una fuente de corriente directa y la señal producida por él es dirigida a la tarjeta DAQ 6009.
6. Una vez dirigidas todas las señales a la tarjeta DAQ, son transformadas de señales analógicas a señales digitales para que puedan ser leídas por la computadora y posteriormente representadas en la pantalla de esta en forma grafica y con la posibilidad de ser exportadas a Origin Pro, Excel u otro programa de análisis de datos.

Finalmente, como parte fundamental, se emplea el software desarrollado bajo el esquema LabView, esto permite la adquisición de datos para su análisis.

3.2 VISTA GENERAL DEL TGA

En la figura 3.2 se muestra, los componentes del TGA.

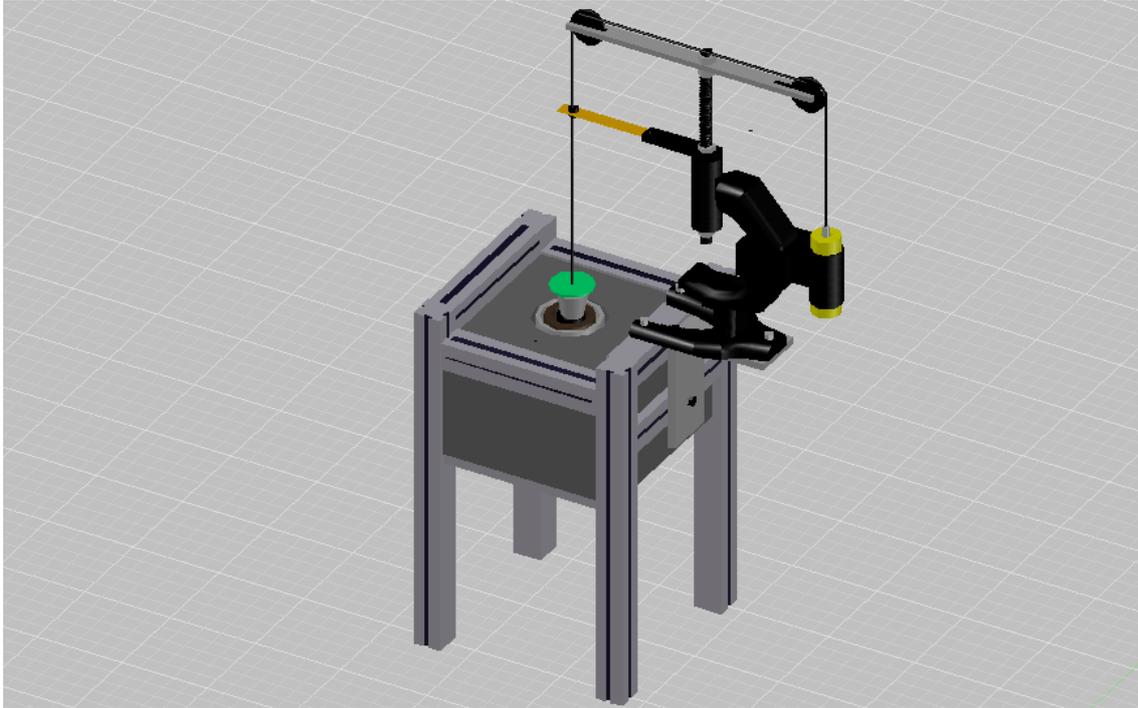


Figura 3.2 TGA prototipo.

En la parte inferior se ve la caja que contiene el horno que esta compuesto de una resistencia eléctrica, ladrillos refractarios, cilindros cerámicos soportados por perfiles de aluminio.

La parte superior se encuentra el dispositivo que contiene los sensores de deformación los cuales están acoplados entre si, por un sistema de poleas que hace que funcionen simultáneamente.

El horno que esta situado en la parte inferior del dispositivo alcanzando altas temperaturas aproximadamente 1000°C, con las cuales calienta las muestras a estudiar.

A continuación se hace una descripción más detallada describiendo los materiales empleados y de sus características utilizados en la construcción del TGA.

3.3 CONSTRUCCION DEL TGA.

3.3.1 Materiales.

En su construcción se utilizaron materiales comerciales que fueron muy fáciles de obtener y con un costo relativamente bajo.

- *Perfil de aluminio 40 X 40(P-4040)*

Perfil de aluminio extruido para uso industrial, realizado en aleación de muy alta resistencia bajo estrictas normas de calidad [1].

Medida: 40 x 40 mm.

Espesor: 3 mm.

Largo: 6 mt.

Material: aluminio extruido.

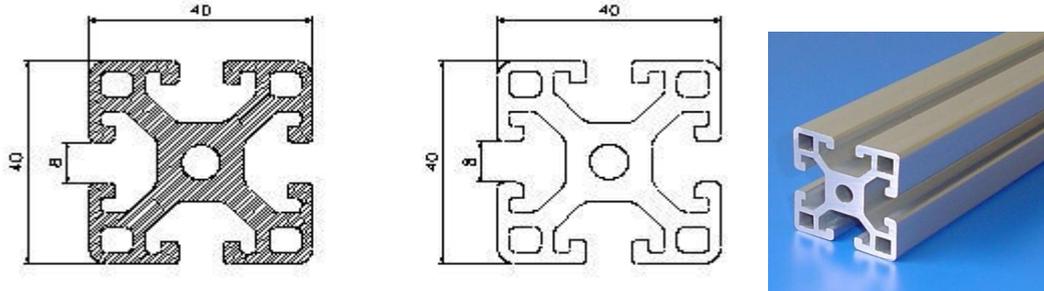


Figura 3.3 *Perfil de aluminio (P-4040)*.

- *Ladrillo refractario.*

El ladrillo refractario es un tipo de material cerámico que posee una serie de características especiales, lo que permite hacer un gran uso de este dentro de instalaciones industriales o en trabajos de estufas. Las caras de estos ladrillos son lisas, esta peculiar característica disminuye la adherencia con el mortero, logrando la resistencia a altas temperaturas y la abrasión [2].

Características

- El color que adoptan estos ladrillos se debe al proceso de fabricación, pueden ser amarronados ó pardo blancuzcos.
- Piezas de alta densidad.
- Poseen textura lisa y homogénea.
- Baja conductividad térmica.
- Alto punto de fusión.



Figura 3.4 *Ladrillo refractario.*

- *Cemento refractario # 36 Refractory Cement*

El concreto refractario es un tipo de concreto (u hormigón, que es lo mismo, o sea el cemento después de su endurecimiento o "fraguado") con propiedades refractarias, es decir un material que retiene su dureza al someterse a altas temperaturas [2].

Características

Mortero refractario para 3.200 °F. (1.760 °C.). Este mortero o cemento sirve para pegar ladrillos sobre todo de alta alúmina y para cubrir superficies refractarias protegiéndolas del ataque del fuego y del ataque químico de los combustibles. Viene en latas de 55 lbs.(25 Kg.) Consistencia húmeda. Tiene 67% Alúmina.



Figura 3.5
Cemento refractario.

- Kanthal A1

Kanthal es la marca comercial para una familia de hierro-cromo-aluminio (FeCrAl) aleaciones utilizadas en una amplia gama de aplicaciones de resistencia y de alta temperatura. Kanthal aleaciones de FeCrAl consisten principalmente de hierro, cromo (20-30%) y aluminio (4-7,5%). Las aleaciones son conocidas por su capacidad para resistir altas temperaturas y que tiene una resistencia eléctrica intermedia

Este hilo es especial para resistencias de hornos eléctricos por su elevada temperatura de uso. Con las características de alta resistencia, bajo coeficiente de temperatura de resistencia eléctrica, temperatura de funcionamiento, una buena resistencia a la corrosión a alta temperatura, es ampliamente utilizado en horno eléctrico industrial [3].

Características:

- Diámetro 0.81mm.
- Resistencia por metro 2.82 ohmios.
- Temperatura máxima 1345 grados centígrados.
- Composición FeCrAl 875.



Figura 3.6 **Kanthal A1.**

- *Tubo cerámico.*

El tubo de cerámica de la alúmina es un material ideal de la usar-resistencia para resistir altas temperaturas y una increíble resistencia al desgaste por abrasión. Tubos de cerámica de la alúmina con alta resistencia de flexión, resistencia que usa del colmo y buena resistencia a la corrosión [4].

Características:

- Conductividad excelente
- Alta fuerza de la maquinaria
- Resistencia a alta temperatura
- Diámetro: $D_1= 8.5\text{cm}$, $D_2= 5\text{cm}$.
- Longitud: 14 cm



Figura 3.7 **Tubo cerámico.**

- *Fibra cerámica ecológica en rollo*

La lana mineral es un elemento constructivo compuesto por fibras minerales blancas, largas y extra finas, aglomeradas con resinas, con las cuales se forman colchonetas, rollos, bloques y estructuras pre-moldeadas. Se utilizan principalmente como aislante térmico [2].

Características

- *Baja conductividad térmica, lo que le confiere excelentes características aislantes.*
- *No pierde sus características con el paso del tiempo.*
- *Resiste fuertes vibraciones sin perder su cohesión interna, aun con altas temperaturas.*
- *Tampoco sufre variaciones en sus dimensiones.*
- *Excelente aislamiento térmico.*



Figura 3.8 *Fibra cerámica.*

3.3.2 Construcción del horno.

La estructura queda de la siguiente manera con los respectivos soportes.

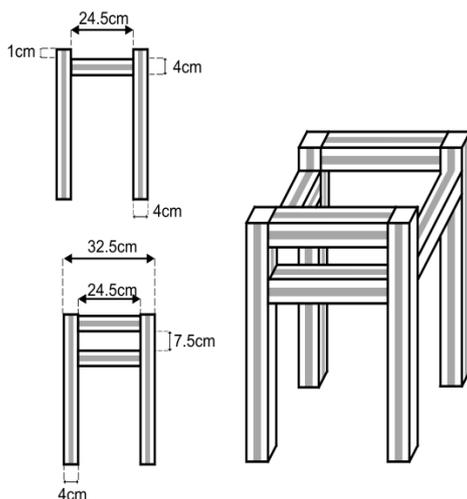


Figura 3.9 **Estructura del Horno.**

En la figura se muestra la estructura de aluminio del horno, en la cual se puede observar las medidas y posición de los elementos de la estructura que la conforman. Los elementos que la conforman fueron atornillados de tal manera que cumplieran su función estructural.

El siguiente paso es la construcción de las paredes del horno, las cuales fueron hechas con ladrillos refractarios y pegados con cemento refractario.



Figura 3.10 Paredes del horno.

Otra parte que se construyó con gran detalle es a la elaboración de la resistencia eléctrica la cual proporciona la temperatura del horno. El hilo de kanthal se cortó con una longitud de 12 metros proporcionando una resistencia de 33.84 Ohm, posteriormente se rizo y se estiro a una longitud de 2.5 m. con la cual se enrolló en el cilindro de cerámico de 5 cm de diámetro, que fue cortado a una longitud de 14 cm. Una vez fijada la resistencia alrededor del cilindro se procedió a encamisar el cilindro de menor diámetro con el otro cilindro que tiene el diámetro 8.5 cm. Y los espacios entre los cilindros se rellenaron con fibra cerámica.

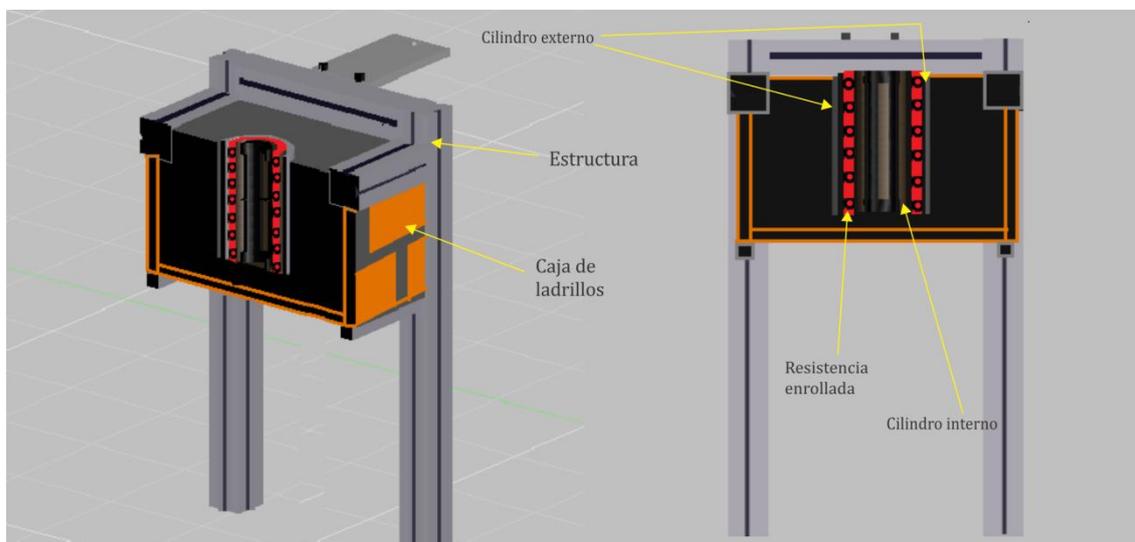


Figura 3.11 Estructura interna del horno.

De esta manera queda terminado la parte de calentamiento (Horno) del TGA.

Una vez construido la fuente de calor del horno se coloca en el centro de las paredes de la estructura antes realizada, y los espacios entre las paredes y la fuente de calor

(Resistencia) se rellenan con la fibra cerámica sin dejar un solo espacio con aire. Para finalizar se le colocan unas tapas de placas de asbesto dejando un agujero en la parte superior como se muestra en la figura.

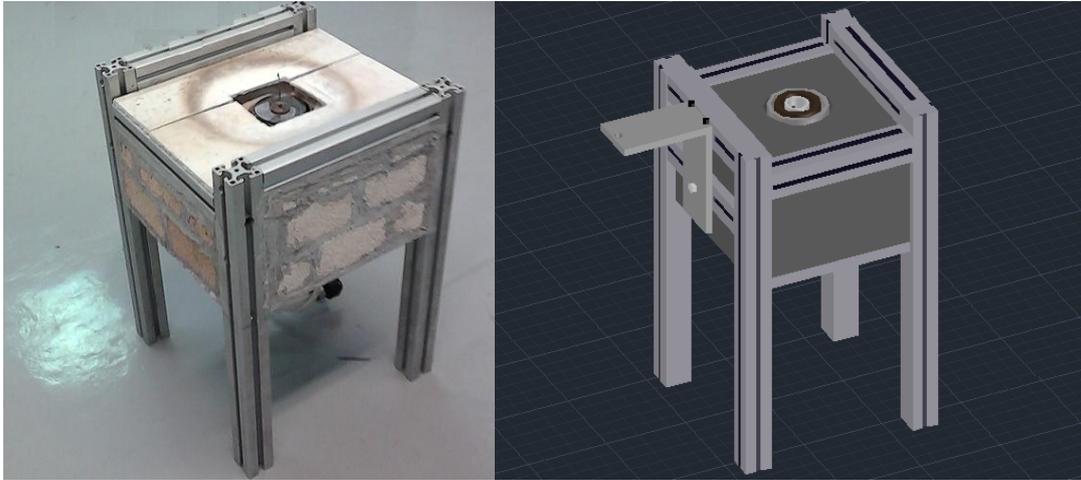


Figura 3.12 Horno.

3.3.3 Construcción de la balanza

La balanza en realidad es un fleje que se flexiona con las pequeñas variaciones de peso de las muestras. Esta parte esta compuesta por el soporte que contiene las poleas y los sensores de deformación.

Apoyados en la base de un microscopio las poleas se colocaron de tal manera, que los sensores de deformación Strain Gage y LVDT registrarán simultáneamente las variaciones en el peso de las muestras.

En la figura 3. 13 se describen las medidas de la base del microscopio y de los soportes.

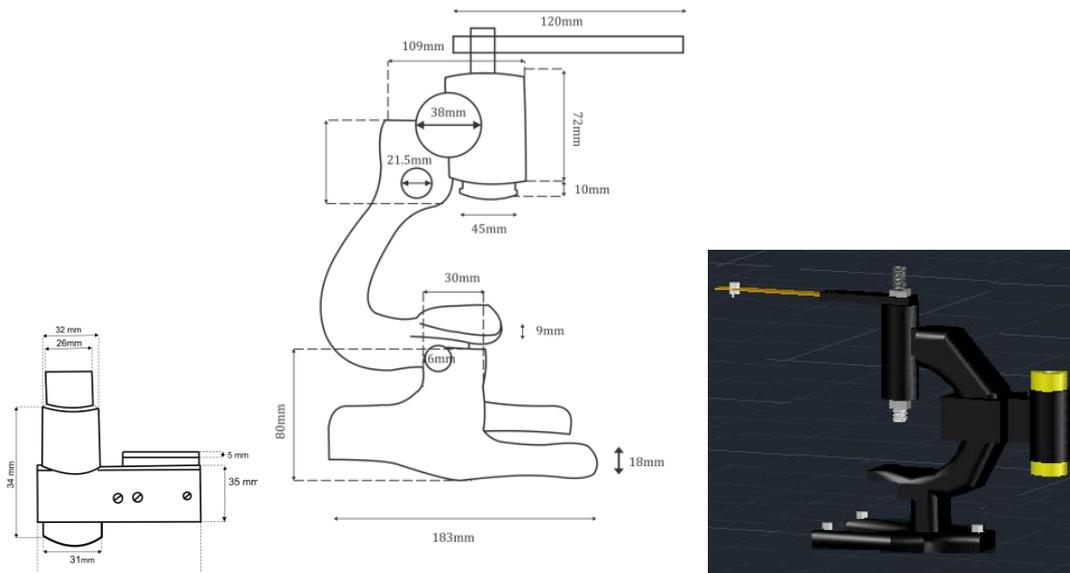


Figura 3.13 Estructura de la balanza.

En lo que concierne al sistema de poleas están fijadas a una barra de aluminio que consta de dos muescas en las cuales se le colocaron las poleas, la forma del diseño y las medidas se muestran en la figura 3.14.

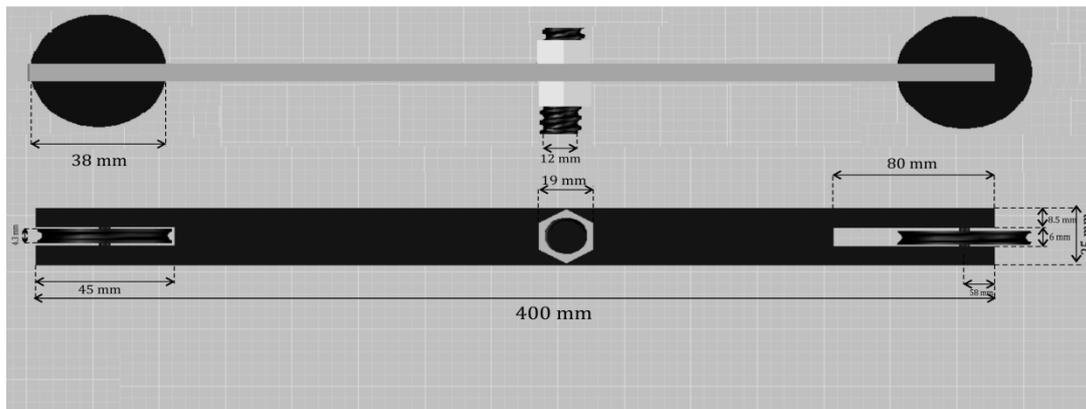


Figura 3.14 Diseño de las poleas.

Los materiales con los que se fabricó este soporte y las poleas, la barra es de aluminio tipo comercial y las poleas son de Nylon.

Así que, en conjunto la unión de la base del microscopio y el soporte de las poleas forman la balanza que contiene los sensores de deformación, el fleje del cual se suspende un crisol de platino que contiene la muestra y aun aislante de calor con un alambre de Cromel ver en la figura 3.15

Este sistema registra todas las variaciones de peso por medio de los sensores que a su vez conforma la balanza del TGA. A continuación se muestra la estructura en la figura 3.15.

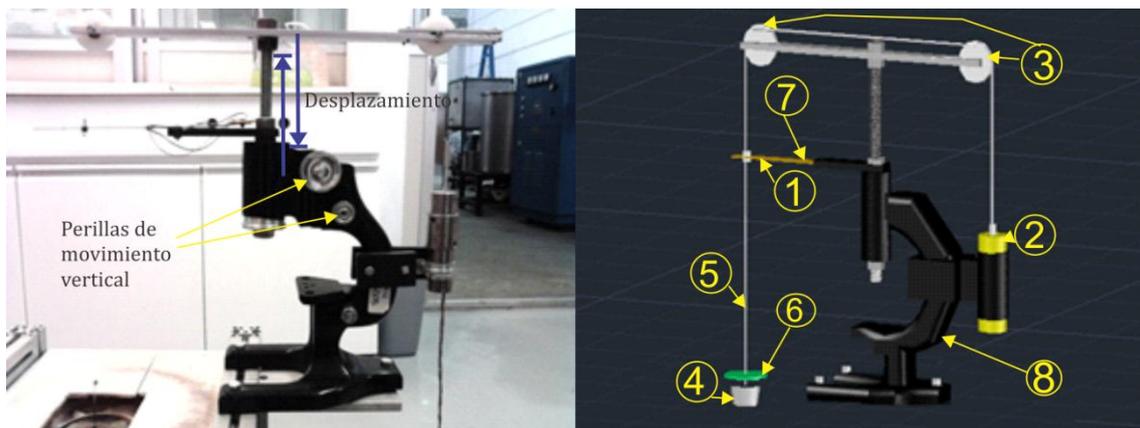


Figura 3.15 Componentes de la balanza.

Elementos y dispositivos que conforman la balanza.

- 1- Fleje, el cual tiene adherido cuatro sensores Strain Gages.
- 2- Sensor de tipo LVDT.
- 3- Poleas de Nylon.
- 4- Crisol de platino.

- 5- Alambre de Cromel.
- 6- Aislante térmico.
- 7- Strain Gage.
- 8- Base de microscopio.

En la figura 3.15 se muestra la base del microscopio y las perillas que tiene para ajustar en forma vertical, y los soportes que sujetan los sensores y las poleas.

3.3.3.1 Calibración del sensor LVDT y STRAIN GAGE.

Equipo utilizado

- A. 4 Strain Gage montadas en un Fleje de acero.

Strain Gage:

- 5 Vcd, 12 Vcd max OP: -65 a 200f
- OUPUT: 2 mv/v +/- 20% comp range: 20 a 120 f
- Wire Code:
 RED (+) EXITATION
 BLACK (-) EXITATION
 GREEN (-) OUTPUT
 WHITE (+) OUTPUT

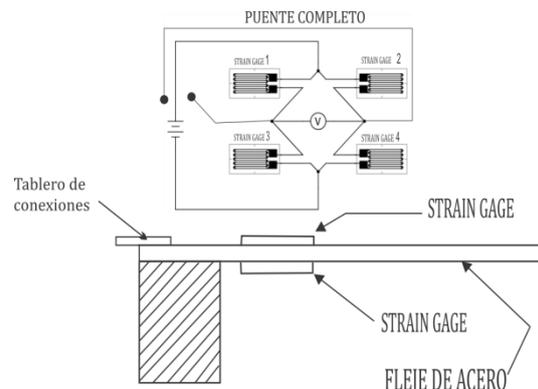


Figura 3. 16 Montaje de Strain Gages.

- B. Sensor Tipo LVDT
 SCHAEVITZ ENG.
 PENNSAUKEN,N.J.
 TYPE 200 DC-D
 S/N 4940



Figura 3.17 LVDT Tipo 200 DC-D.

- C. Fuente de alimentación variable de corriente directa.

- De 0 a 20 Vcd.
- Variable



Figura 3.18 Fuente de alimentación Variable.

D. Fuente de Alimentación de +15 y -15 Vcd.



Figura 3.19 Fuente de A. ± 15 v.

E. Soporte de acero con prisionero para el LVDT



Figura 3.20 Sopрте del LVDT.

F. 2 Multímetros

DIGITAL AMPROBE 35XP-A

- Capacidad de muestra de temperatura 1000 °C/1832°F
- 750V AC/ 1000V DC - Alto voltaje
- 0.1 μ A resolución para prueba de sensor
- Frecuencia a 1 MHz
- Resistencia a 40 M Ω
- Retención de datos en pantalla



Figura 3.21 Multímetro 35XP-A.

G. Pesas de diferentes gramos.



Figura 3.22 Pesas.

H. Caimanes.



Figura 3.23 Caimanes.

I. Soporte con sistema de poleas.

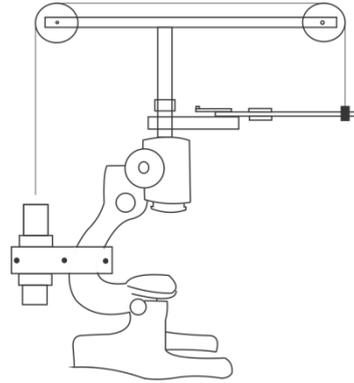


Figura 3.24 Balanza.

Preparación para el Strain Gage

1. Se monta el fleje con los 4 Strain Gage, en el soporte tratando de que este quede lo más firme posible y totalmente aislado. Como se muestra en la figura.
2. La fuente variable se ajusta para alimentar al puente de Strain Gage exactamente a 5 volts, y se apaga.
3. Se conecta la fuente mediante caimanos a la alimentación de Strain Gage.
 - El positivo de la fuente a la entrada positiva del puente Strain Gage.
 - El negativo de la fuente a la entrada negativa del puente Strain Gage.
4. Se conecta el multímetro a la señal de salida del Strain Gage.
 - La salida positiva del puente Strain Gage al positivo del multímetro.
 - La salida negativo del puente Strain Gage al negativo del multímetro.
5. Se enciende el multímetro y se coloca en modo volts de CD, y se ajusta el rango para milivolts.
6. Se enciende la fuente que anteriormente fue ajustada a 5 volts.
7. Una vez realizado este diagnostico se procede a colocar los pesos en forma ascendente hasta llegar a la carga que es de 200grs.

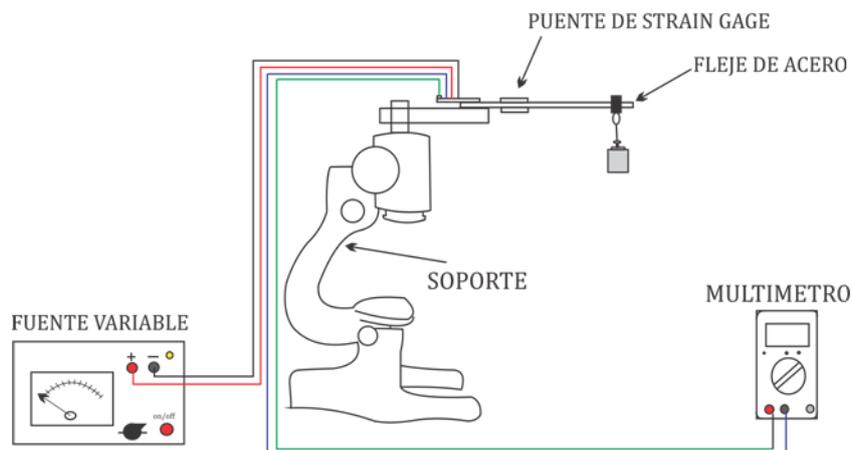


Figura 3.25 Diagrama de conexión del Strain Gage.

Tabla 3.1 TOMA DE LECTURAS STRAIN GAGE

Toma de lecturas del Puente Strain Gage		
Peso (grs)	Voltaje de alimentación a 5V (mv)	Voltaje de alimentación a 10V (mv)
5.26	1 ±0.2	2 ±0.4
6.74	1 ±0.2	2 ±0.4
8.39	1 ±0.2	2 ±0.4
9.93	1 ±0.2	2 ±0.4
11.47	1.5 ±0.3	3 ±0.6
12.97	2 ±0.4	3 ±0.6
13.98	2 ±0.4	3 ±0.6
15.52	2 ±0.4	4 ±0.8
19.38	2 ±0.4	5 ±1
23.27	3 ±0.6	5 ±1
27.17	3 ±0.6	6 ±1

Tabla 3.2 Utilizando el amplificador a varias escalas X10, X100 y X1000.

Toma de lecturas del Puente Strain Gage, Utilizando el amplificador a varias escalas X10, X100 y X1000.				
Peso (grs)	Voltaje de alimentación a 5V sin la fuente de amplificación (mv)	Voltaje de alimentación a 5V con la fuente de amplificación X10 (mv)	Voltaje de alimentación a 5V con la fuente de amplificación X100 (mv)	Voltaje de alimentación a 5V con la fuente de amplificación X1000 (volts)
110	14±2.8	140±28	1400±280	14±2.8
120	15±3	150±30	1500±300	15±3
130	16±3.2	160±32	1600±320	16±3.2
140	17±3.4	170±34	1700±340	17±3.4
150	18±3.6	180±36	1800±360	18±3.6
160	19±3.8	190±38	1900±380	19±3.8
170	20±4	200±40	2000±400	20±4
180	21±4.2	210±42	2100±420	21±4.2
200	21±4.4	210±44	2100±440	21±4.4

NOTA: De acuerdo a las especificaciones del fabricante las Strain Gage tienen un error de 2% de salida de voltaje.

CALCULOS

Utilizaremos el método de interpolación grafica para determinar, y demostrar a cuanto equivale un gramo en volts.

Para un gramo:

$$\frac{X - 15}{14 - 15} = \frac{120 - 111}{120 - 110}$$

$$X = \left(\frac{120 - 111}{120 - 110} \right) (14 - 15) + 15$$

X= 14.1 Esto quiere decir que un gramo equivale a 0.1 milivolts.

Para 5 gramos:

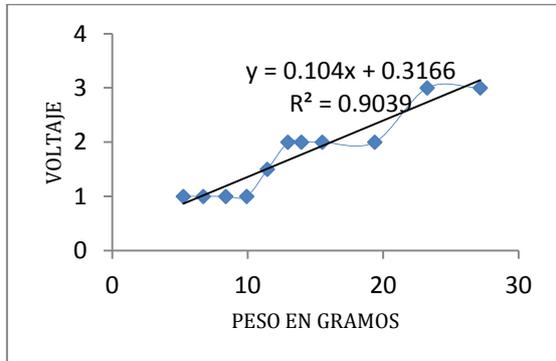
$$\frac{X - 15}{14 - 15} = \frac{120 - 115}{120 - 110}$$

$$X = \left(\frac{120 - 115}{120 - 110} \right) (14 - 15) + 15$$

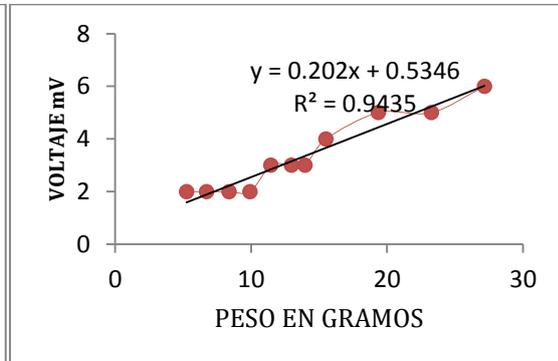
X= 14.5 Esto quiere decir que 5 gramo equivale a 0.5 milivolts.

- De acuerdo a las interpolaciones y a los datos obtenidos, tenemos que por cada gramo de peso se obtiene 0.1 milivolts

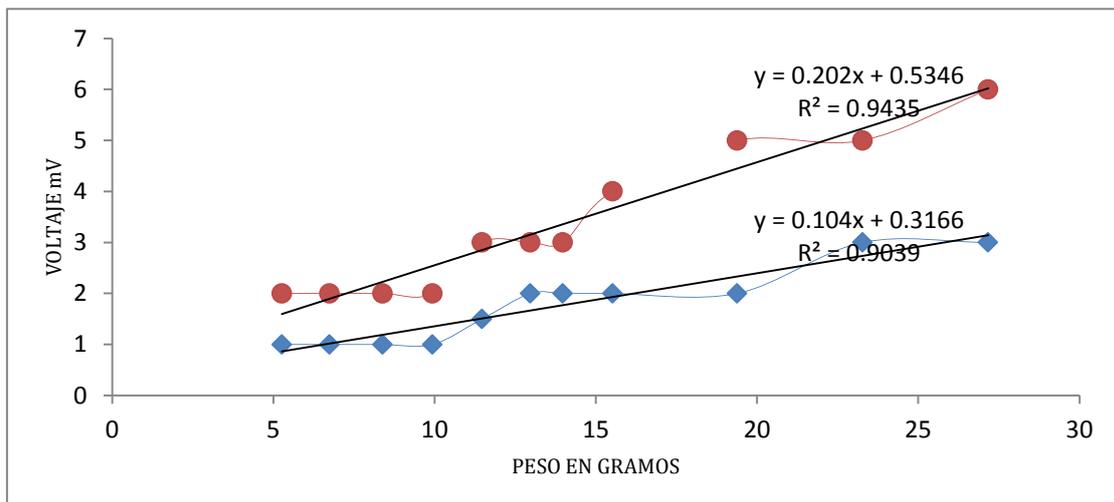
GRAFICAS



Grafica 3.1 Alimentación a 5 volts.



Grafica 3.2 Alimentación a 10 volts



Grafica 3.3 Comparacion de graficos a 5 y 10 volts.

Preparación para el sensor LVDT

- 1.- Se coloca el LVDT en el anillo de sujeción que se encuentra en el soporte con las poleas y se sujeta con el prisionero.
- 2.- Se sujeta el núcleo del LVDT al alambre que paso por las poleas y esta sujeto al fleje.
- 3.- Se conecta la fuente mediante caimanes a la alimentación del LVDT.
 - El cable rojo al positivo de la fuente.
 - El cable negro al negativo de la fuente.
 - El cable azul al GND (Común).
- 5.- Se conecta el multímetro a la señal de salida del LVDT.
 - El cable azul al positivo del multímetro y al GND (común) dela fuente.

- El cable verde al negativo del multímetro.

6.- Se enciende el multímetro y se coloca en modo volts de corriente directa, y se ajusta el rango.

7.- Se enciende la fuente de +15 y -15Vcd.

8.- Se coloca el voltaje en ceros, esto se logra girando las perillas del soporte para mover las poleas en forma vertical hacia arriba y a bajo.

9.- una vez ajustado en cero, se empieza a colocarle las pesas y se anotaron los valores de voltaje.

4.- Estos pasos se repiten con diferentes pesos al mismo momento tanto para el Strain Gage y el LVDT.

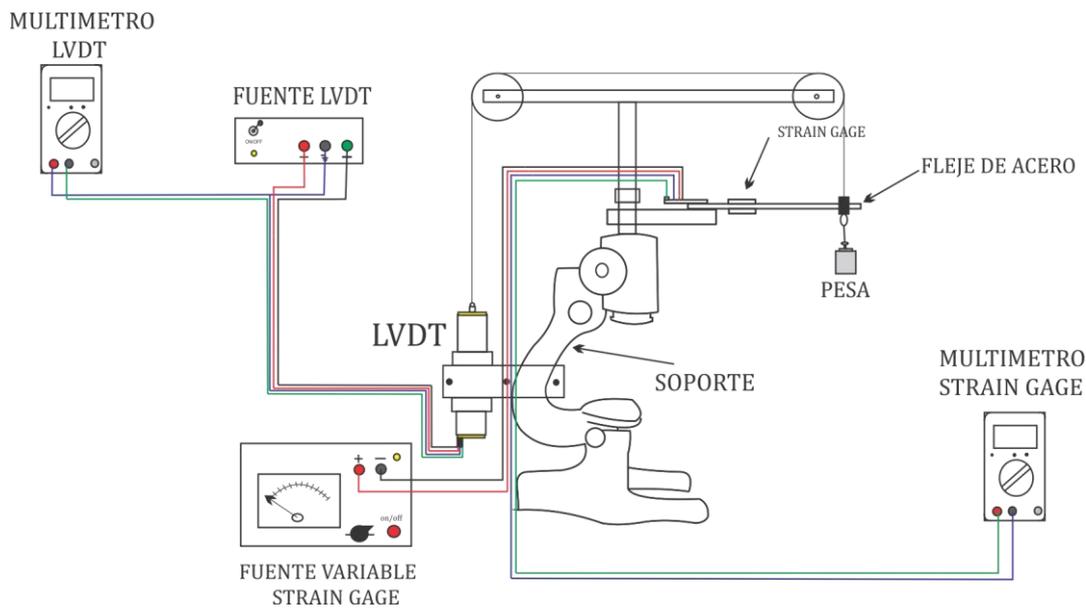


Figura 3.26 Diagrama de conexiones del Strain G. y LVDT.

Resultados

Tabla 3.3 Toma de lecturas del sensor tipo LVDT

Toma de lecturas del sensor tipo LVDT con voltajes exacto	
Peso (grs)	Voltaje de salida LVDT (mv)
5.26	3
6.74	3
8.39	3
9.93	3
11.47	4
12.97	4
13.98	4
15.52	5
19.38	6
23.27	6
27.17	7

Tabla 3.4 Toma de lecturas del sensor tipo LVDT peso exacto

Toma de lecturas del sensor tipo LVDT peso exacto	
Peso (grs)	Voltaje de salida del LVDT (volts)
110	10.41
120	10.5
130	10.63
140	10.71
150	10.82
160	10.91
170	20.01
180	20.16
200	20.19

Cálculos

Nuevamente utilizaremos el método de interpolación grafica para determinar, y demostrar a cuanto equivale un gramo en volts.

$$\frac{X - 1.5}{10.41 - 10.5} = \frac{120 - 111}{120 - 110}$$

$$X = \left(\frac{120 - 111}{120 - 110} \right) (10.41 - 10.5) + 10.5$$

X= 10.419 Esto quiere decir que un gramo equivale a 0.009volts.

Para 5 gramos:

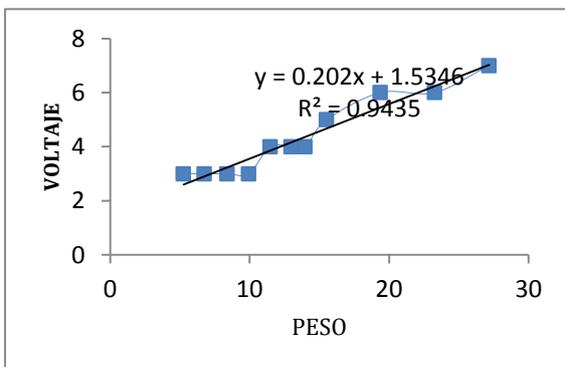
$$\frac{X - 10.5}{10.41 - 10.5} = \frac{120 - 115}{120 - 110}$$

$$X = \left(\frac{120 - 115}{120 - 110} \right) (10.41 - 10.5) + 10.5$$

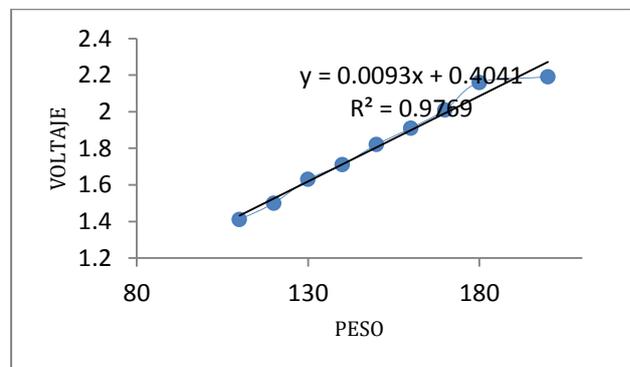
X= 10.455 Esto quiere decir que 5 gramo equivale a 0.055volts.

- De acuerdo alas interpolaciones y a los datos obtenidos, tenemos que por cada gramo de peso se obtiene 0.009 volts.

Graficas



Grafica 3.4 Voltaje exacto.



Grafica 3.5 Peso exacto.

Y así es como se obtuvo la calibración de los sensores tanto del tipo LVDT y el Strain Gage, estos fueron calibrados al mismo tiempo para que funcionaran en paralelo y que los resultados que estos produjeran fueran casi similares.

De esta manera los pesos a los que se sometieron brindaron muy parecidos resultados, la única diferencia es que el Strain Gage los produce en milivolts y el LVDT los produce en volts.

3.3.4 Dispositivos auxiliares del horno.

3.3.4.1 Alimentación del horno.

En lo que corresponde al calentamiento del horno (Resistencia) usé dos dispositivos un VARIAC y un sistema para mover la perilla del Variac velocidad constante, para que la temperatura aumentara linealmente.

3.3.4.2 Variac.

El Variac es un auto transformador variable que aumenta con varios devanados reductores conectados a un conmutador rotativo, con el fin de reducir el voltaje AC desde el devanado primario, esa cualidad lo convierte en una fuente variable de AC la cual es ideal para hacer reparaciones en fuentes conmutadas.



Figura 3.27 Variac.

Este Variac consta de un medidor analógico de aguja y caratula, en el cual se puede ver que cantidad de amperaje de alimentación, también consta de una perilla con la cual se ajusta la cantidad de Amperes que se requiera alimentar, y un switch de on/off.

3.3.4.3 Sistema para mover la perilla del Variac.

En lo que corresponde al sistema de movimiento de forma controlada, utilicé una graficadora en la cual se le puede graduar la velocidad de giro del rodillo con esto es posible fijar la velocidad de la perilla del VARIAC, si se acopla adecuadamente. Ver figura 3.29.

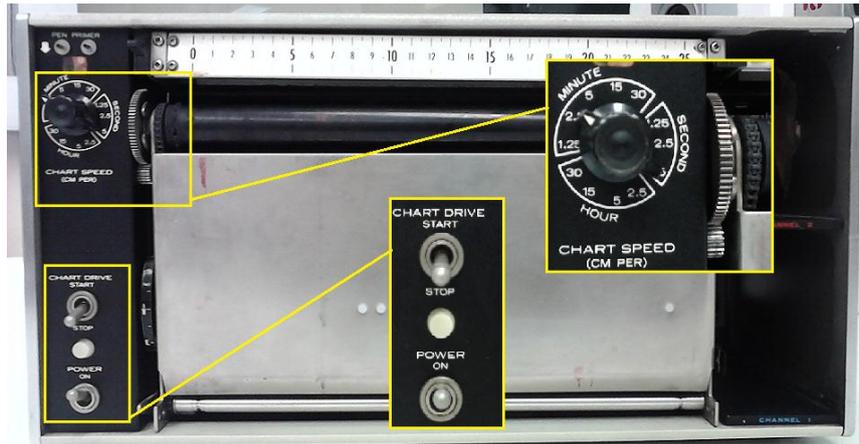


Figura 3.28 Graficadora y sus componentes.

En esta imágenes se muestra la graficadora con sus componentes como la perilla de que determina la velocidad de acuerdo a al posición, también los switches de encendido/ apagado y el de arranque de rodillo. Al lado derecho de la imagen se muestra el engrane en el que enrolla el papel que utilizo para hachar a andar el Variac. Esto se logra enrollando una tira de papel en la perilla del Variac y a su vez en el rodillo de engranaje de la graficadora. (Ver figura 3.29)

La cantidad de Amperaje aplicada por el Variac es determinada por la temperatura que se requiera alcanzar en este caso se necesitan tres amperes para alcanzar la temperatura deseada.



Figura 3.29 Acoplamiento de la graficadora y el variac.

3.3.4.4 Calibración del horno.

El proceso de calibración del horno se llevo a cabo de la siguiente manera, y utilizando como material auxiliar un amperímetro de gancho, y un multímetro convencional.

Amprobe AC40C Mini Clamp Amperímetro de Gancho de 400a [5].

- Mini-abrazadera DMM
- Un rango 400
- Resolución 10mA
- Rango de 600 V CA y DC
- Número de pantalla 4000
- Escala automática
- Retención de datos
- Auto-off
- CAT III 600 V nominal
- NCV función (detección de voltaje por contacto)



Figura 3.30 Amperímetro de gancho.

Digital Multimeter 15XP-B [5].

- El 15XP-B es la mejor opción para los ingenieros electrónicos, técnicos y servicio de campo
- Escala automática Display para mediciones rápidas
- Prueba de lógica TTL para cámaras digitales circuitos Integrados soporte inclinado para fácil uso
- Prueba de diodo para la solución de problemas a nivel de componente
- Retención de datos congela la pantalla para "mantener" lectura de la medición
- 750 V CA / 1000 V CC de más alto valor de tensión en este tamaño
- Rango de medición especial 2000MW



Figura 3.31 Multímetro digital.

Procedimiento

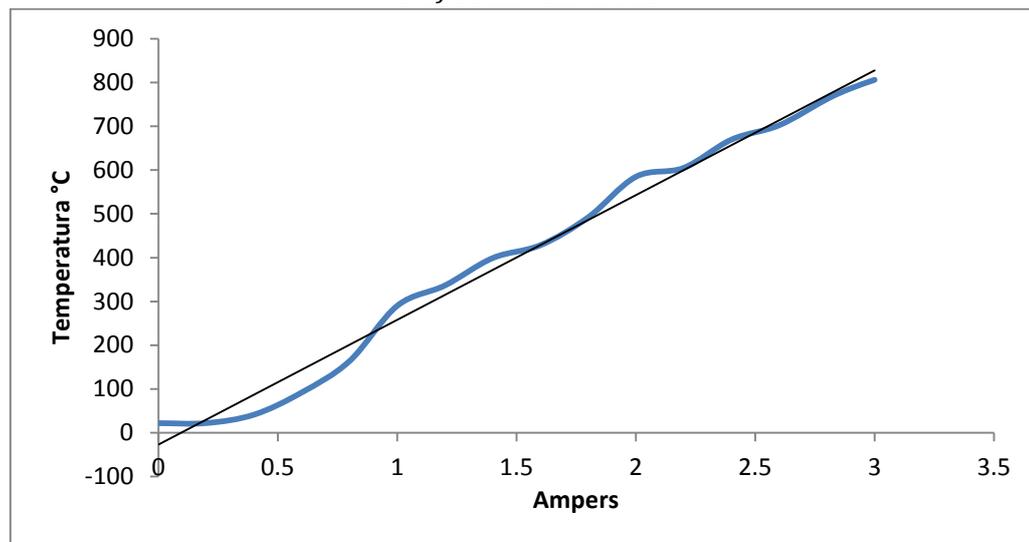
- Se conecto el horno al variac como fuente de alimentación.
- El horno fue conectado a una alimentación de 127v con la perilla en cero.
- Al multímetro digital 15XP-B fue conectado al termopar que se encuentra en el centro del horno, para medir la temperatura producida por el horno.
- El amperímetro AC40C Mini Clamp de gancho fue colocado en el cable de alimentación del horno, para medir el amperaje suministrado.
- Una vez realizadas las conexiones se procedió a capturar las muestras cada 10 minutos, con el fin de que se estabilizara la temperatura en el horno.
- Encender el variac y girar la perilla en intervalos de 0.20 amperes

Resultados

Tabla 3.4 Tabla de amperes y temperatura.

AMPERES	TEMPERATURA °C
0.0	22.1
0.20	22.3
0.40	41.6
0.60	92.3
0.80	163.8
1.00	290.1
1.20	336.6
1.40	399.1
1.60	428.5
1.80	492.0
2.00	584.7
2.20	604.9
2.40	669.4
2.60	702.2
2.80	761.9
2.90	786.4
3.00	805.9

Grafico de Resultados



Grafica 3.6 Ampers y temperatura.

3.3.5 Sensores de Deformación.

Los sensores de deformación el LVDT y el Strain Gage son los que registran las variaciones de peso de la muestra. Estos sensores requieren de una fuente de alimentación y un dispositivo para extraer la señal en milivolts asociada a esa pérdida de peso. La energía es proporcionada por dos fuente de corriente continua, y para la captura de los datos se usa una tarjeta adquisidora y que esta a su vez proporciona los datos a un programa ejecutado en la PC donde los despliega como graficas en nuestro caso volts vs tiempo. Estos datos pueden ser manipulados por otros programas de análisis de gráficos como Origin Pro.

A continuación se describen los dispositivos para la alimentación de energía y la adquisición de datos.

3.3.5.1 Fuente de alimentación de corriente continúa.

Una fuente de alimentación es un dispositivo que convierte, la tensión alterna de la red de suministro, en una o varias tensiones, prácticamente continuas, que alimentan los distintos circuitos del aparato electrónico al que se conecta.

Consiste en un bloque blindado a fin de reducir las radiaciones parásitas. En la entrada se encuentra un cable conectado a la red eléctrica; en la salida se encuentran dos cables que se conectan con un transformador reductor. La alimentación provee, a la salida, las tensiones y las intensidades necesarias para garantizar el funcionamiento adecuado. Estas tensiones son estabilizadas y reguladas por el transformador. Esto significa que la red de entrada puede variar en varias decenas de voltios sin afectar a las tensiones de salida, las que permanecen estables. La sección de diodos provee al sistema de un filtro que únicamente deja pasar una semionda positiva de la señal senoidal (onda senoidal reducida del transformador de 127volts a 15volts). Los capacitores evitan que las ondas caigan a cero generando paulatinamente una señal de rizo también conocida como señal de corriente continua.

La fuente de alimentación ocupada nos proporciona corriente continua, tiene una entrada de voltaje de 127 v. de corriente alterna y proporciona una salida de voltaje 15 v de corriente continua.

Proporciona tres salidas voltaje positivo, negativo y una mas que es la tierra. En la siguiente figura se muestran las salidas de voltaje y el diseño de esta.



Figura 3.32 Fuente de alimentación CD. $\pm 15v$.

De este tipo de fuente se utilizaran dos, una para la excitación del LVDT y la otra para alimentar un circuito que amplifica la señal del termopar, esto utilizó se detallara mas adelante.

3.3.5.2 Fuente de alimentación y amplificador (Signal Conditioning Amplifier System 2310).

Esta fuente se uso para alimentar el Strain Gage y al mismo tiempo amplificar la señal obtenida de este. Esto se logra por medio de un arreglo de conexión que mas adelante se presentara.



Figura 3.33 Signal Conditioning Amplifier System 2310.

La fuente acondiciona la señal analógica para que la pueda registrar la tarjeta adquisidora, además la fuente realiza el proceso de filtrado de la señal y los datos que se obtienen no presentan ruido.

Especificaciones

Entrada

- Alimentación: 127v.
- Strain Gages: Resistencia (120 Ω o 1000 Ω y 350 Ω), puente medio o completo (50 a 1000 Ω) Resistencias ficticias.
- Transductores: Papel o piezoresistivos tipos de bandas extensométricas.
- Potenciometro: transductor de desplazamiento DCDT.

Excitación

- 12 ajustes: 0,5, 0,7, 1, 1,4, 2, 2,7, 3,5, 5, 7, 10, 12 y 15 Vdc + 1%, max.
- Corriente: 0-100 mA, limitada a 175 mA, máx.
- Reglamento (0-100 mA, el cambio de línea + 10%): + 0,5 mV + 0,04%, máximo medido en el punto de detección remota. (Local sentido: -5 MV, típico, a 100 mA, medido en el enchufe)
- Error Remoto significativo: 0,0005% / Ω de resistencia de los cables (350 Ω de carga).
- El ruido y ondulación: 0,05% pp, max (dc a 10 kHz).
- Estabilidad: 0,02% / ° C.
- Nivel: Normalmente simétrica alrededor de suelo; cada lado puede estar conectado a tierra con ningún efecto sobre el rendimiento.

Puente de Balance:

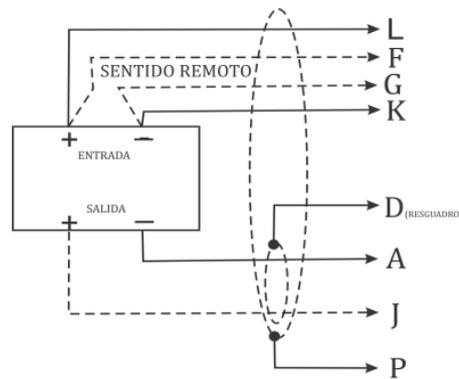
- Método: Counter-fem inyección de preamplificador; automático electrónico, rango dual, se puede desactivar en el panel frontal.
- Rangos (rango automático): + 5000 microStrain (1% puente desequilibrio o 2,5 mV / V), resolución 2,5 microdeformación (0,0012 mV / V). + 25 000 microdeformación (5% puente desequilibrio o 12,5 mV / V), resolución 12,5 microdeformación (0,006 mV / V).
- Saldo Tiempo: 2 segundos, típico.
- Manual de Balanza Vernier: + 50 microstrain (+ 0.025 mV / V).

- Interacción: esencialmente independiente de la excitación y la ganancia del amplificador.
- Almacenamiento: Digital; hasta 2 años sin alimentación eléctrica.

Amplificador:

- Ganancia: de 1 a 11 000 continuamente variable. De lectura directa.
+ Max 1% de la lectura, máx + 0,5% del ajuste completo vernier escala.
- Diez giros el mando conteo (X1 a X11), además de cada multiplicador (X1 a X1000).
- Respuesta de frecuencia (> 5 todas las ganancias, la producción completa):
DC acoplado: dc a 25 kHz, -0,5 dB max. dc a 65 kHz, -3 dB (típico a 40% de salida).

Para el arreglo a la conexión del Strain Gage se utilizó un conector AMPHENOL 9749. El conector permite alimentar el Strain y al mismo tiempo capturar la señal y amplificarla al rango de voltaje que se necesite. Para este caso se realiza una conexión de tipo puente completo, el cual permite que este funcione tanto alimentando como amplificando la señal. La figura 3.34 muestra las conexiones que son dirigidas al Strain Gage [6].



PUENTE COMPLETO

Figura 3. 34 Diagrama de conexión para puente completo.

3.3.6 Termopar.

Un termopar es un dispositivo para la medición de la temperatura, basados en efectos termo eléctricos. Es un circuito formado por dos conductores de metal diferente o aleaciones de metales diferentes, unidos en sus extremos y entre cuyas uniones existe una diferencia de temperatura, que origina una fuerza electromotriz efecto Seebeck.

Un termopar es un sensor de temperatura que funciona en base al efecto Seebeck, que es función de la diferencia de temperatura y consiste en dos conductores metálicos diferentes unidos en un extremo, denominado junta caliente suministrando una señal de tensión eléctrica que depende directamente de la temperatura; este sensor puede ser conectado a un instrumento de medición de Fem (fuerza electro motriz) o sea un voltmetro[7].

Principio de funcionamiento: Efecto Seebek-Peltier

Efecto Seebeck: Cuando las uniones de los conductores se unen por sus extremos para formar un circuito, y se coloca un gradiente de temperatura, se manifiesta un flujo de calor y un flujo de electrones conocido como corriente Seebeck. La fuerza electromotriz (FEM) que genera la corriente se conoce como fuerza electromotriz de termopar o tensión Seebeck.

Efecto Peltier; Consiste en el calentamiento o enfriamiento de una unión entre dos metales distintos y "Si una corriente circula a través del termopar, la temperatura de la unión se

incrementa y la temperatura en otras secciones se decreta, el calor se transfiere desde una unió a otra, la cantidad de calor que se transfiere es directamente proporcional a la corriente y la direcció de transferencia se invierte si la corriente cambia de direcció". Un termopar no mide temperaturas absolutas, sino la diferencia de temperatura entre el extremo caliente y el extremo frío. Este efecto termoeléctrico hace posible la medició de las temperaturas, como los termopares.

Las mediciones de temperatura que oscilan entre -200 y más de 1450°C se logran normalmente con termopares. Los termopares son los únicos detectores que se pueden utilizar a temperaturas muy altas y bajas, sobre todo en aplicaciones con una precisió adecuada.

El termopar que se utilizó es el tipo "K" (Aleació Cromel - Alumel) que es adecuado en atmosferas oxidantes. Estos termopares se pueden utilizar para medir temperaturas hasta de 1317°C (2400 ° F), pero su funcionamiento es más satisfactorio a temperaturas hasta de 1150°C (2100 ° F.) para servicios continuos.

Características

- Ampliamente usados como sensores de temperatura.
 - Son económicos.
 - Intercambiables.
 - Tienen conectores estándar
 - Capaces de medir un amplio rango de temperaturas.
 - Limitaci3n en la exactitud (errores del sistema inferiores a un grado centígrado son difíciles de obtener).
- Bajo costo y en una variedad de sondas.
- Calibraci3n sin recubrimiento hasta 1100°C.
- Con recubrimiento hasta 1260°C.
- Termoelemento positivo: Ni90%, Cr10%
- Termoelemento negativo: Ni95%, Mn2%, Si1%, Al 2%
- F.E.M. producida: -6,458 mV/°C a 48,838 mV/°C

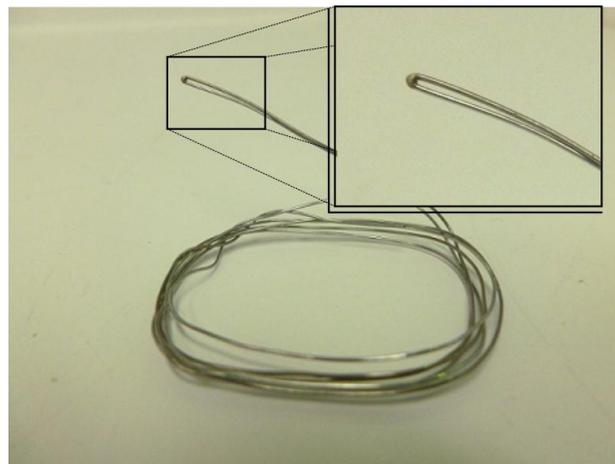


Figura 3.35 Termopar: punto de unió en caliente.

En esta figura se muestra el termopar de tipo "K" el cual fue hecho a medida soldando los alambres de Cromel y Alumel para ser colocado en el centro del horno el cual mide la temperatura con gran exactitud, la seál obtenida es dirigida a un circuito amplificador el cual se convierte el voltaje producido de milivolts a volts. A continuaci3n se describe el circuito y sus componentes.

3.3.7 Circuito amplificador.

Para la señal producida por el termopar se construyo un circuito amplificador que transforma de milivolts a volts, los cuales son necesarios para que sean registrados por la tarjeta adquiridora cuya descripción daremos más adelante.

En este caso queremos amplificar la señal del termopar el cual esta dada en milivolts. Para esto utilizaremos el amplificador de instrumentación que es uno de los circuitos más útiles, precisos y versátiles disponibles en la actualidad. En cada unidad de adquisición de datos se encuentra al menos uno de ellos. Esta hecho de 3 amplificadores operacionales y 7 resistencias como se observa en la Figura3.36, si se observa a detalle, se puede ver que este amplificador esta basado en un amplificador aislador y un amplificador diferencial básico [8].

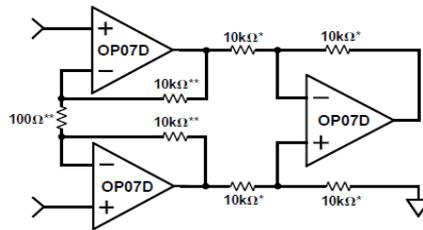


Figura 3.36 [8] Circuito amplificador.

Al implementar un amplificador de instrumentación con componentes discretos, es muy difícil encontrar componentes que sean “del mismo valor” como es el caso de las resistencias, o bien que el voltaje de offset sea muy cercano a cero en el caso de los amplificadores operacionales.

El amplificador de instrumentación de circuito integrado es un circuito que esta construido internamente de manera muy similar al circuito de la figura, sin embargo en la fabricación de este circuito los componentes fueron diseñados para tener solo pequeñas variaciones, las cuales hacen que el circuito funcione de manera adecuada en amplios rangos de ganancia y voltajes de operación.

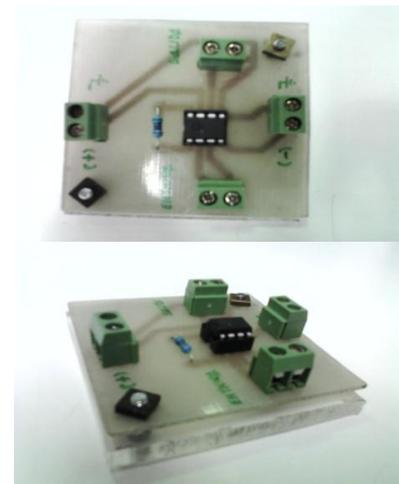
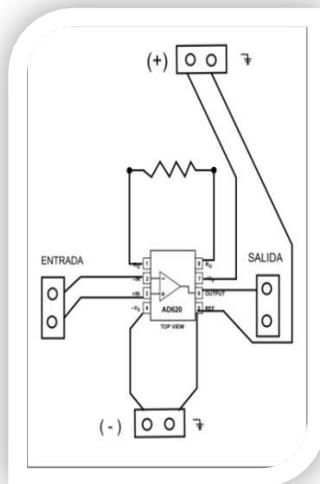
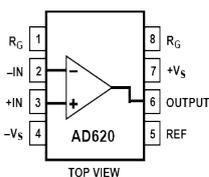


Figura 3.37 Circuito integrado AD620, diagrama de conexión y circuito amplificador.

En este circuito se muestra la conexión con el amplificador AD620 y el apoyo de una resistencia para evitar sobrecargas y evitar que se queme este. Los materiales que se utilizaron fueron 4 borneras, 1 resistencia de 100k Ω y una placa para circuitos.

Características [8]:

- La ganancia de voltaje es de 1 a 100.
- La ganancia se coloca utilizando una sola resistencia..
- Disponible en empaquetado de 8 pines.
- Consumo de 1.3 mA.
- El desempeño en DC es excelente ya que solo tiene un máximo de 50 μ V de offset
- Desvío máximo de 0.6 μ V/ $^{\circ}$ C
- En AC tiene un ancho de banda de 120 Khz. con una ganancia de 100.

Este circuito logra amplificar del rango de milivolts a volts la señal del Termopar tipo "K", lo que es necesario para que la tarjeta adquisidora registre.

3.4 TARJETA ADQUISIDORA (DAQ USB-6009)

Las señales producidas por el LVDT, Strain Gage y el Termopar son registradas por la tarjeta adquisidora DAQ USB-6009 de National Instruments. Esta es un dispositivo que permite la adquisición de datos de una señal analógica y convertirla en una señal digital que entienda la computadora.



Figura 3.38 DAQ USB-6009

Este dispositivo de adquisición de datos o DAQ USB-6009 es ideal para crear mediciones de entradas análogas y con funcionalidad para generar niveles de voltaje de salida, un contador y dos puertos con 8 líneas de entradas y salidas digitales. Esta funcionalidad se puede realizar simultáneamente para solucionar aplicaciones que van desde registradores de datos, adquisición analógica con alarmas, conteo de eventos, hasta control de lazo cerrado.

Para este caso antes de que un sistema de medición basado en computador pueda medir una señal física, como una temperatura, un sensor o transductor debe convertir la señal física en una eléctrica, como un voltaje o corriente. Un dispositivo DAQ insertable puede considerarse como un sistema de medición completo, aunque es sólo un componente del mismo. No siempre puede conectarse señales directamente a un dispositivo DAQ. En estos casos se debe utilizar accesorios acondicionadores de señal como un amplificador como el que usamos para convertir los milivolts producidos por el termopar, y posteriormente dirigidos para que el dispositivo DAQ las convierta en información digital. Definida la señal, debemos escoger un sistema de medida. Sabemos que una señal analógica debe ser convertida en una señal que entienda la computadora. Para ello, es preciso definir un sistema de Conversión Analógica-Digital (A/D) [9]. La tarjeta se muestra en la siguiente figura 3.38 y sus terminales en la figura 3.39.

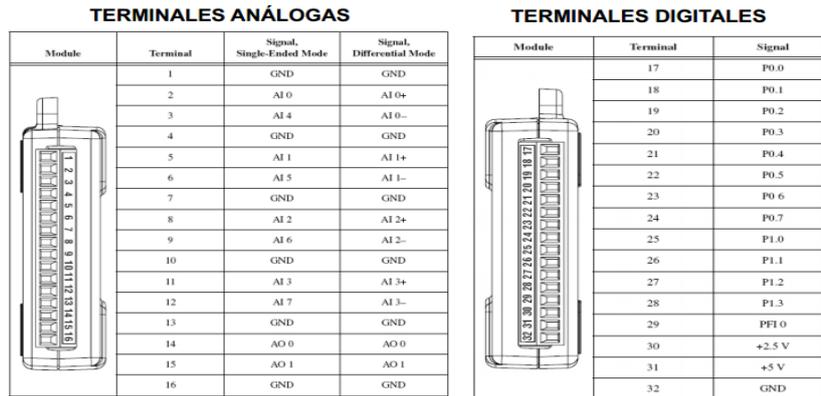


Figura 3.39 Terminales del DAQ USB-6009.

3.5 SOFTWARE DE ADQUISICIÓN

Para la adquisición de datos utilizamos una plataforma que nos permite programar con un lenguaje de programación visual grafico llamada LabVIEW.

LabVIEW (Laboratorio Virtual de Instrumentación de Entorno de trabajo) es una plataforma y entorno de desarrollo para diseñar sistemas, con un lenguaje de programación visual gráfico. Recomendado para sistemas hardware y software de pruebas, control y diseño, simulado. El lenguaje que usa se llama lenguaje G, donde la G simboliza que es lenguaje Gráfico [10].

Esta plataforma te permite simular sistemas por medio de configuraciones y algoritmos para la adquisición y representación de datos en la pantalla de la computadora o bien para extraerlos y analizarlos en otros programa de análisis de datos.

Para la adquisición de la señal del LVDT, Strain Gage y el Termopar se realizo software el cual consta de un algoritmo que permite convertir los datos del termopar, que después de salir de la tarjeta adquisidora son volts, y convertirlos nuevamente en milivolts para ser representados en grados centígrados. Y al mismo tiempo registrar la señal del LVDT y Strain Gage y representarlos gráficamente.

A continuación se muestra la configuración grafica para el software adquisidor de datos, detallando cada uno de los elementos y configuración utilizada.

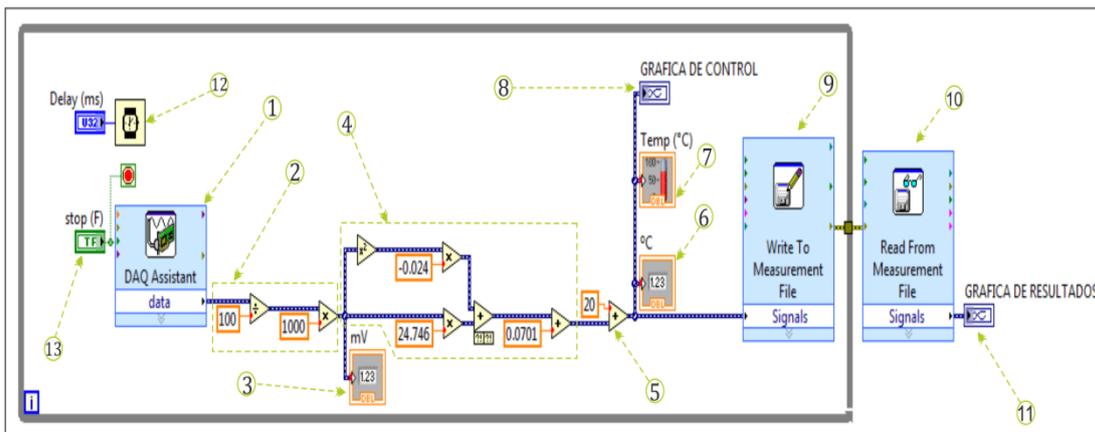


Figura 3.40 Configuración grafica del software adquisidor.

3.5.1 Descripción y función de los elementos utilizados.

1. Asistente DAQ. Funciona como el controlador de la tarjeta y permite la lectura de los datos brindada por la tarjeta adquisidora.
2. Función (/100) y (X100). La función (/100) se utiliza para dividir el voltaje que entra amplificado, para posteriormente ser representado en el Display de los milivolts. La función (X1000) se encarga de convertir nuevamente los milivolts en volts para que pueda ser leídos y representados en las graficas.
3. Display. Esta función representa el Display que se encuentra en el panel frontal representando los milivolts que entran por el Termopar.
4. Las funciones (- 0.024 X²), (24.746X), (+ 0.0701). Estas funciones representan la ecuación $-0.024 X^2 + 24.746X + 0.0701$ que fue obtenida de las tablas de voltaje en relación con la temperatura en °C del termopar tipo "K". Esto se logro por medio de un análisis de los voltajes dados de las tablas, para obtener una curva de calentamiento estable posible.
5. Función (+20). Esta función tiene el objetivo de compensar la temperatura ambiente, agregando 20°C sobre la temperatura registrada del termopar.
6. Display. En esta función se representan los grados °C obtenidos por el Termopar, estos pueden ser visualizados en el panel frontal.
7. Termómetro. Permite visualizar la temperatura en tiempo real, que el horno esta alcanzado, la cual es registrada por el termopar.
8. Grafica de control. Esta grafica permite visualizar la adquisición de datos en tiempo real y la velocidad en la que se obtienen estos.
9. Write to Measurement. Esta función tiene el objetivo de llevar a cabo la escritura de la señal de los datos para posteriormente ser leídos por Read From Measurent.
10. Read from Measurement. Permite leer los archivos de la medición al final de esta y al mismo tiempo exportarlos a Excel.
11. Grafica de resultados. Muestra los datos obtenidos al final de la prueba y los representa gráficamente.
12. Delay. Permite la programación de la velocidad en milisegundos de muestras vistas en la grafica de control del panel frontal.
13. Botón de paro. Lleva acabo la detención la adquisición de datos con solo oprimir el botón en el panel frontal.

Por medio de esta configuración y algoritmos se logra la adquisición de datos y la representación grafica de cada uno de ellos en el panel frontal. Que se muestra a continuación.

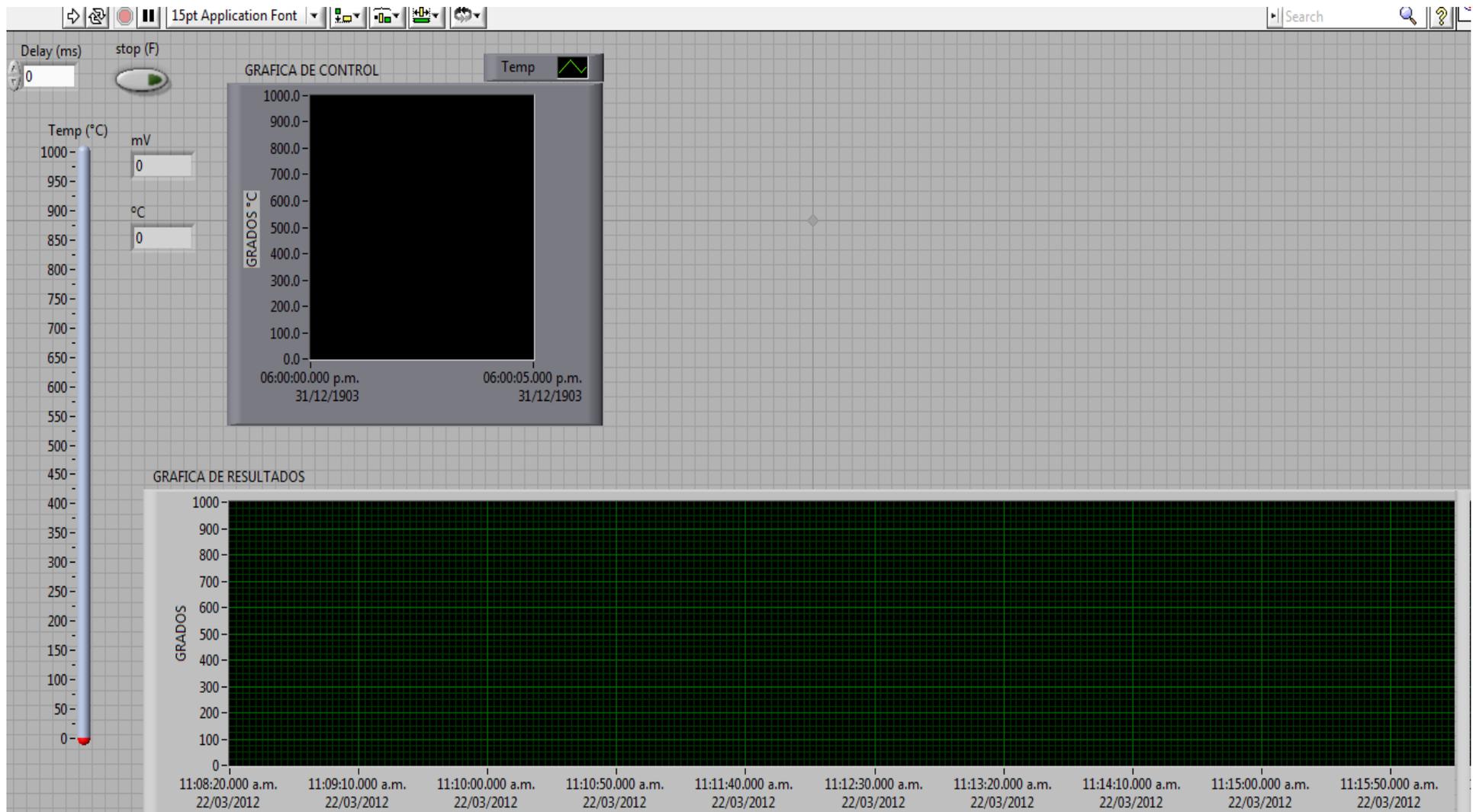


Figura 3.41 Panel frontal del software adquirente.

Este es el panel frontal donde se puede controlar el programa adquisidor de datos y la representación de los mismos. Esta conformado por la barra superior la cual permite poner en marcha el programa. De inmediato de se encuentra el Daley con el cual se puede calibrar la velocidad de las muestras en milivolts en la grafica de control. La grafica de control permite visualizar en tiempo real los datos de las muestras.

También en este panel se muestra un una grafica tipo termómetro que representa la la temperatura en la forma que va subiendo. A su lado se encuentra dos Display, uno muestra la temperatura en °C y el otro muestra la cantidad de milivolts que produce el termopar. Y en la parte inferior del panel frontal se encuentra la grafica de resultados, en la cual se muestran las graficas de las tres señales y de la cual pueden ser exportadas a Excel para su respectivo análisis.

3.6 REFERENCIAS

- [1] <http://spanish.alibaba.com/product-gs/6061-t6-aluminium-industrial-profile-355943790.html>
- [2] <http://www.termimex.com.mx/>
- [3] <http://www.andymetals.com/windows/b1.sb2.1.htm>
- [4] http://www.earthwaterfire.com/furnace_tubes.htm
- [5] <http://www.amprobe.com>
- [6] 2300 SYSTEM/ Signal Conditioning Amplifier2310/Instruction Manual. June 1999. 130-000023
- [7] <http://www.termokew.mx/termopares.php>
- [8] http://www.stanford.edu/class/ee122/Parts_Info/datasheets/ad620.pdf
- [9] http://National_Instruments/mexico.ni.com/
- [10] <http://www.ni.com/labview/whatis/esa/>

CAPITULO IV

EXPERIMENTOS DE AT EN MATERIALES NATURALES.

MATERIALES ESTUDIADOS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se precisa el tipo de maderas tropicales empleadas en los experimentos de análisis térmico (TGA) y se describe el procedimiento de operación del dispositivo del dispositivo construido en nuestro laboratorio.

Se pone especial cuidado en la descripción de cada una de las etapas; desde la preparación de las muestras a estudiar, pasando por los ajustes en el instrumental y los sensores, y finalmente en el análisis de las muestras después de los experimentos.

4.1 SELECCIÓN DE LOS MATERIALES

En este caso se utilizaron maderas tropicales por ser poco resinosos en general y por efectuarse el proceso de pirolisis con mayor rapidez y con pocas reacciones inesperadas.

Las maderas utilizadas son maderas tropicales, como se dijo, traídas del estado de Veracruz y Michoacán a continuación se describen:

4.1.1 BAMBÚ

El bambú (*Bambusa arundinacea*) es una planta (gramínea) con forma de caña. El origen del nombre de **bambú** es Indio. Hay unos 1300 tipos, aunque no se sabe exactamente el número. Bambú es el nombre común que recibe el conjunto de plantas pertenecientes a la familia de las gramíneas herbáceas, que se caracterizan por ser de tallos largos, leñosas, de porte arbustivo y que desarrolla culmos (cañas) de buen diámetro y tamaño [1].



Figura 4.1 Bambú

Crece especialmente en regiones tropicales y subtropicales, desde el nivel del mar hasta los 4 mil metros de altura como en el Himalaya y algunas regiones de China. El bambú no es una madera, pero se le puede considerar como una madera con fibras, que posee cualidades superiores al hierro por ser tan resistente como él, pero mucho más flexible, por lo que se le considera el acero vegetal.

Un aspecto que no deja de maravillar a todos los estudiosos es su inigualable capacidad de crecimiento. Algunos ejemplares de bambú pueden llegar hasta 30 metros a los dos meses de su crecimiento y podemos encontrar ejemplares con un diámetro de 20 centímetros.

Las características que hacen a los bambúes ser diferentes del resto de las gramíneas son las siguientes:

- Son perennes;
- Los rizomas están bien desarrollados;
- Los tallos están lignificados;
- Las hojas tienen pseudopecíolo;
- El período de floración a floración puede durar muchos años.

Es una planta en definitiva única por su aspecto y características, que sin ser espectacular sirve como utensilio, alimentación, construcción y adorno.

4.1.3 CUERAMO

Nombre científico: Boraginaceae



Figura 4.3 Cueramó.

Sinonimia popular

Michoacán: bocote (nahua), borcino.

El Cueramó es un árbol de la familia de las Boragináceas. Procedente de América Central. Es una madera particularmente fina, hermosa, con los colores variando de luz y vetas irregulares marrones y abigarradas de oro. Es una madera brillante fuerte, con textura media y uniforme y fibra recta. La resistencia de flexión de Bocote es comparable a la teca, y la fuerza de la compresión es comparable a la caoba. Es altamente resistente a los insectos. Buscado para su gran belleza y facilidad del trabajo, el bocote tiene una gran demanda para embarcaciones, muebles finos, chapas decorativas, molduras, trabajo del embutido, carpintería, y torno. El bocote se utiliza a veces como sustituto para la caoba, la teca, o el nogal [4].

Características

Árbol hasta de 20m de altura, de ramas gruesas y corteza color pardo grisáceo. Las hojas son alargadas y miden entre 6 y 14cm de largo, con el anverso verde oscuro y el reverso pálido y aterciopelado. Las flores son blancas en ramilletes vistosos que están en las puntas de las ramas. Los frutos son unas nueces.

Originario de México. Crece en climas cálido y semicálido entre los 100 y los 1100msnm. Asociado a bosques tropicales caducifolio y subcaducifolio [3].

4.1.4 GUÁSAMO

Nombre común: Guácima / Huácima

Familia: Sterculiaceae

Nombre científico: *Guazuma ulmifolia* Lam.

Otros nombres comunes: Guácimo, guázuma, aquiché.



Figura 4.4 Guásamo

Características

El árbol llega a medir hasta 15 m de alto, normalmente de menor tamaño, con copa dispersa que generalmente se ramifica desde la base. El tronco es derecho hasta de 70 cm de diámetro. La corteza está marcada por hendiduras, se desprende en pequeños pedazos de color gris oscuro.

Las hojas se insertan de forma alterna, son láminas simples de 3 por 1.5 cm hasta 13 por 6.5 cm, con la base ancha y hacia la punta se afina, el margen de las hojas es aserrado. El color de las hojas es verde oscuro en la cara que dan al sol y verde amarillento o grisáceo en la cara contraria. En el envés, se aprecian de 3 a 5 nervios saliendo desde la base. Las hojas son rasposas en el haz y sedosas en la cara contraria. Estos árboles pierden sus hojas una vez al año.

Las flores se disponen en racimos, tienen olor dulce y forma estrellada y son muy pequeñas hasta de 1 cm, pegadas a las ramas a un lado de donde se insertan las hojas, de color crema verdoso. Florece casi todo el año, especialmente de abril a octubre. El fruto es una cápsula muy distintiva que mide hasta 10 cm; de forma ovoide, con numerosas protuberancias cónicas en la superficie, de color verde cuando está inmadura y se torna oscura hasta negra cuando madura, de olor y sabor dulce; contiene numerosas semillas que miden de 2 a 2.5 mm de largo, redondeadas, color café oscuras, maduran casi todo el año, especialmente de septiembre a abril y permanecen por largo tiempo en el árbol.

Los criterios de los entrevistados coinciden que es de buena a excelente calidad para leña; mientras que consideran a la madera para trabajarla de regular calidad. La madera es fuerte y resistente, de color castaño rosáceo jaspeado de castaño. Se utiliza para carbón, leña, para herramientas de campo, construcciones rurales, pequeñas embarcaciones, hormas para zapatos, instrumentos musicales. Se recomienda para la fabricación de marcos para ventanas y puertas, artículos torneados y decorativos, pisos [2-3].

4.1.5 **MORAL**

Nombre común: Moral

Familia: Moraceae

Nombre científico: *Maclura tinctoria*

Otros nombres comunes

Mora, palo de mora, moral amarillo, tzit-zig, tsitsil; palo amarillo (en Jalisco), mora lisa, mora de clavo (en Tabasco)



Figura 4.5 **Moral.**

Características

Árbol hasta de 20 metros y diámetro del tronco hasta 45 cm., el tronco derecho y corto, a veces con chupones, ramas ascendentes, numerosas y copa abierta.

La corteza del tronco es lisa, de color café grisácea. Las hojas son simples, dispuestas en forma alterna; de tamaño variable, entre 5 a 10 cm de largo y de 3 cm de ancho; más largas que anchas.

Flores ligeramente perfumadas de color crema verdoso, las masculinas son pequeñas y alargadas y las femeninas son redondas, rodeadas de escamas y pelo fino, florecen entre marzo - agosto. Los frutos redondos globosos de 1 a 1.2 cm de diámetro, dentro se encuentra una semilla aplanada, solitaria, rodeada de una pared cartilaginosa.

Su madera es usada para la fabricación de chapa de muy buena calidad, así como para aserrío. Presenta algunos problemas en su manejo pues es muy dura y pesada y posee ciertas cantidades de resinas. Se sugiere para la fabricación de duelas y parquet.

Su madera se utiliza en todo tipo de construcciones pesadas, para embarcaciones, artículos torneados, muebles, mangos para herramientas e implementos agrícolas, carrocerías, decoración de interiores, durmientes, postes, puertas, pontones, pilotes, etc. La madera es durable en el agua y no la atacan los insectos.

Las características de las maderas descritas anteriormente son las que serán analizadas en el TGA fueron seleccionadas por sus características tres de ellas son especies de origen tropical, el Cuero es de origen de bosque templado y será analizada por sus características de dureza, y una última por sus fibras y características es el bambú.

Ya conocidas las maderas se procede a la calibración de los instrumentos para efectuar los experimentos [2].

4.2 **AJUSTE DE LOS PARAMETROS**

Esta sección se refiere a una descripción del procedimiento de operación del TGA. El ajuste de los parámetros de operación del TGA es lo más importante en la ejecución del experimento, ya que este redundará en que los datos obtenidos sean confiables.

El ajuste se hace de la siguiente manera:

1. Se debe verificar que todos los instrumentos están conectados correctamente, el horno, el variac, la graficadora, las fuentes de alimentación, el amplificador, y la computadora con el programa de adquisición listo para arrancar.
2. Una vez conectados todos los instrumentos se procede a encenderlos, una vez encendidos se tiene que esperar un tiempo aproximado de 10 min. en lo que los aparatos como las fuentes se estabilizan.
3. Se enciende el variac pero la perilla de amperaje se deja en cero.
4. Se coloca la cinta de papel enrollada en la perilla del variac en un extremo y el otro extremo en el engranaje de la graficadora (véase en la figura 3.18 Capítulo anterior). Se coloca la cinta lo mas tensa posible entre la graficadora y el variac. Mientras que la graficadora se programa para que la velocidad de enrollamiento sea de 2.5 cm por minuto.
5. Una vez pasados los 10 min la *Signal Conditioning Amplifier System 2310* se procede a su ajuste, se enciende el switch de excitación y se coloca la perilla en el número 5 que corresponde a 5 volts.
 - A) En la parte del *Signal Conditioning Amplifier System 2310*, Gain o ganancia se oprime el botón X100 y la perilla se ajusta en el numero 4, para que los milivolts producidos por el Strain Gage sean convertidos a volts y puedan ser registrados por la tarjeta adquisidora.
 - B) Alimentado y amplificado el Strain, se procede a realizar el balance con el Trim el cual sirve para balancear las cargas que están entrando al amplificador y poder establecer un cero relativo. Esto se logra girando la perilla Trim derecha o izquierda dependiendo de la polaridad del voltaje hasta estabilizar en cero, y la fuente te indicara encendiendo una luz amarilla, esto quiere decir que ya esta calibrada.
6. El ajuste del LVDT es más sencilla relativamente ya que es mecánica, esto se lleva a cabo desplazando el centro del núcleo del LVDT hasta la parte central de este donde el voltaje es cero. Esto se logra ajustando por medio de las perillas que tiene el soporte de microscopio que soporta el fleje el cual permite que se pueda mover hacia a bajo y hacia arriba con gran precisión hasta ajustar el termo par a cero.

Una vez ajustado cada uno de los instrumentos se pueden visualizar en la pantalla de la computadora, y es el momento que en el que se puede iniciar la corrida experimental.

4.3 PREPARACION DE LAS MUESTRAS

La preparación de las muestras es otro paso fundamental del análisis termogravimétrico.

Se debe empezar por:

- Elegir que muestra vamos a correr, en este caso elegimos madera.
- Seleccionar la parte de la madera más compacta homogénea y que no tenga imperfecciones.
- Con una escofina se empieza por limar la madera para obtener un aserrín con partículas de aproximadamente un milímetro de espesor en promedio, como se muestra en la figura 4.7.



Figura 4.6 Preparación de muestra, antes y después.

- Pesar el aserrín la cantidad de 5grs exactamente en una báscula de precisión.
- Cerciorarse de que la muestra de aserrín no tenga ninguna impureza visible (ver figura 4.7).



Figura 4.7 Muestra preparada.

- Una vez pesada se etiqueta con el nombre de la muestra, el tipo, la fecha.

De esta manera es como se preparan las muestras para ser colocadas en el TGA, lo importante de este proceso es conseguir que las partículas de madera sean lo mas uniformes en tamaño para que la pirolisis del material sea homogénea.

4.4 COLOCACIÓN DE LA MUESTRA

El crisol que empleamos en los experimentos es de platino. Este se limpia para evitar que contenga impurezas las cuales podrían contaminar a nuestra muestra y afectar los resultados.

- Se empieza por lavar el crisol con agua abundante, hasta quitar cualquier partícula visible.
- Una vez lavado el crisol con agua destilada, se proceda a secarlo, para posteriormente se limpiado en metanol y secado con un chorro de aire.

- Ya totalmente limpio el crisol se procede a colocar la muestra, pesada en la báscula de precisión, con la cantidad que se fijo para en el crisol de 5gramos (ver figura 4.8).



Figura 4.8 Muestra en el crisol.

Otra de las características que tenemos que tomar encuentra al momento de verter la muestra en el crisol, es que no tiene que quedar apisonado el aserrín, si no lo contrario los disperso posible para que esto facilite la pirolisis de una manera uniforme y al mismo tiempo.

4.5 CONFIGURACIÓN DEL ADQUISIDOR

Ya que se tiene la muestra en el crisol se procede a colocarlo en la báscula, colocando con sumo cuidado en el soporte del alambre de cromel que une a los sensores. Una vez colocado el crisol en su lugar, se debe cerciorar de que los sistemas no tuvieron una gran deformación. En caso contrario de que esto ocurra se deberán calibrar nuevamente los sensores.

En lo que se refiere al software para obtener la adquisición de los datos, se debe programar de la siguiente manera:

- Al ejecutar el programa este se abrirá en el panel de control que representa los botones de inicio y la representación de los gráficos.
- Para acceder a la configuración o también llamado el algoritmo de programación se debe presionar Ctrl + T y de inmediato aparecerá la ventana que muestra la configuración.
- En el grafico que representa el asistente DAQ al cual se le da doble clic, aparecerá una ventana de dialogo en el cual se ajusta el tipo de entrada. En este caso entrada analógica.

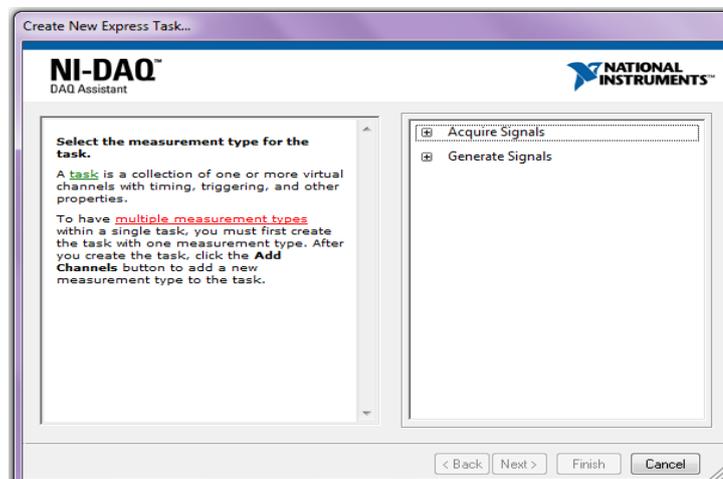


Figura 4.9 Ventana de dialogo tipo de entrada.

- Posteriormente se desplegara otra ventana en donde se elige el tipo de entrada analógica. En este caso voltaje.

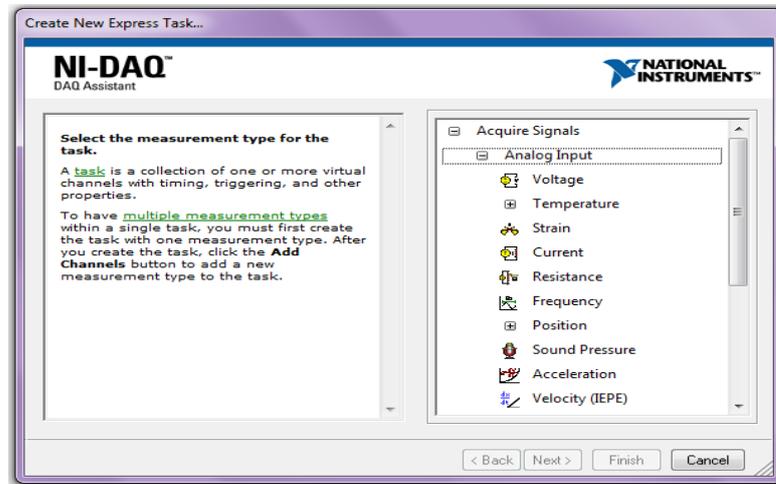


Figura 4.10 Ventana de selección de voltaje.

- Posteriormente aparecerá una última ventana en la cual se configuran los canales que se requieren y el lugar donde están conectados.

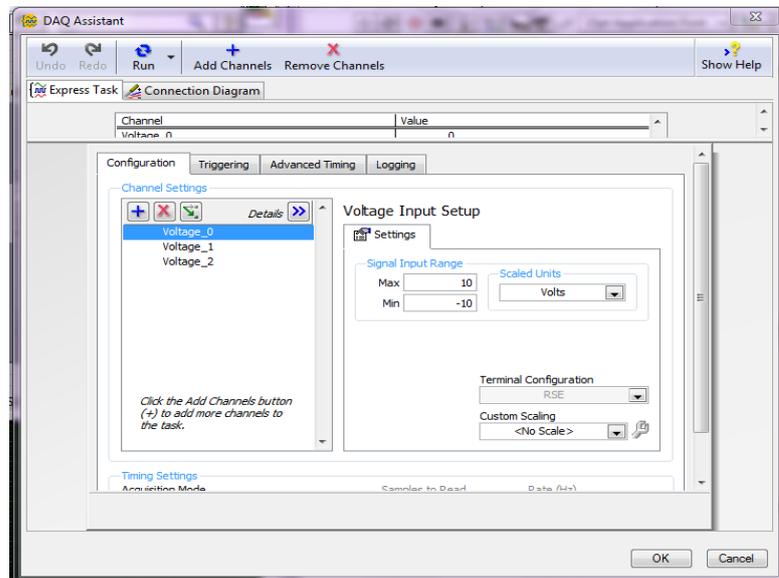


Figura 4.11 Ventana de configuración de canales.

- En la misma ventana se programa la cantidad de voltaje que permitirá de resolución la tarjeta que para este caso es de 10v a -10v.

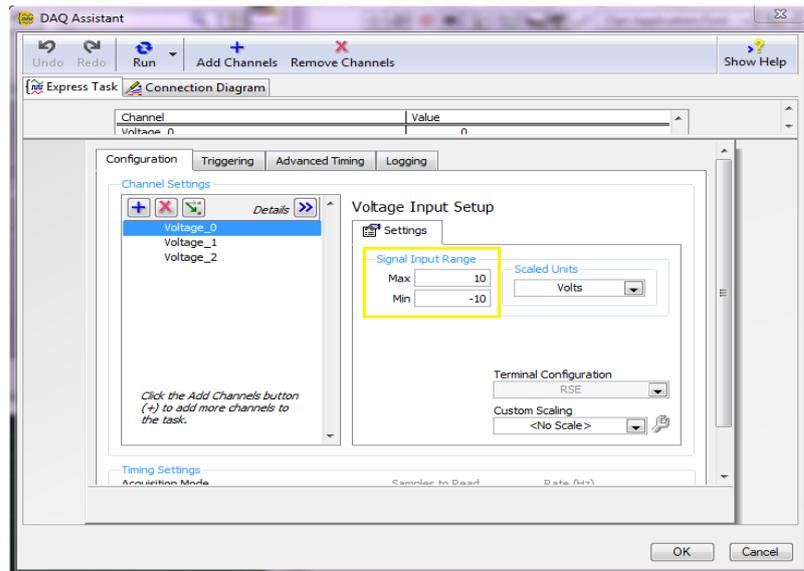


Figura 4.12 Ventana para determinar la resolución de la tarjeta.

- En la parte inferior de la ventana se programan la cantidad de muestras por segundo que tomara el DAQ, para esto se selecciona la opción numero de muestras la cual permite editar el numero de muestras a 4/s que es la mínima cantidad que permite.
- Al final se termina la configuración dando clic en el botón OK.

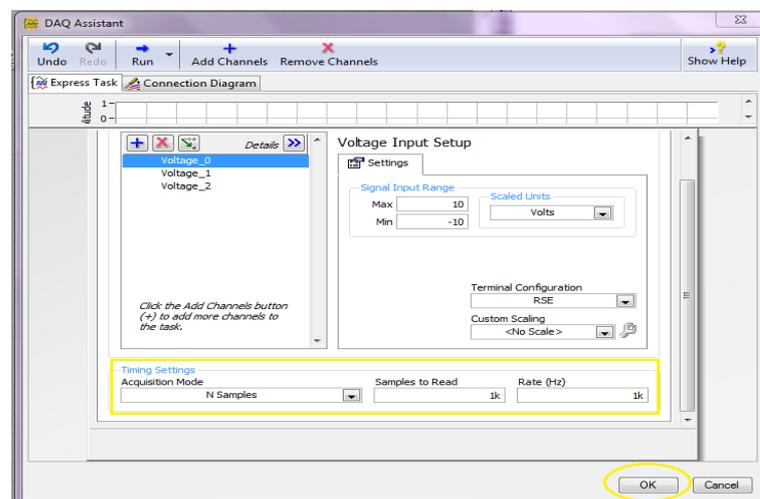


Figura 4.13 Ventana de configuración de número de muestras.

De esta forma queda configurado el número de muestras que se utilizaran para hacer estas pruebas y los canales necesarios. No necesariamente todas las pruebas pueden utilizar este número de muestras ya que por este método se puede cambiar la configuración de acuerdo a las necesidades del experimento.

4.6 CORRIDA DEL EXPERIMENTO

Una vez que ya se tiene lo anterior se procede a efectuar la corrida del experimento.

- ✚ Ya encendida la graficadora se activa el switch Star el cual la pone a funcionar.
- ✚ Inmediatamente se activa el botón de inicio del software que se encuentra en la parte superior del panel frontal. Figura 4.14
 1. Botón de inicio.
 2. Botón de paro (stop).
 3. Delay. Opción que te permite programar el retardo de las muestras en milisegundos.
 4. Display de milivolts del termopar.
 5. Display de temperatura en °C.
 6. Termómetro.
 7. Grafica de control.
 8. Grafica de resultados

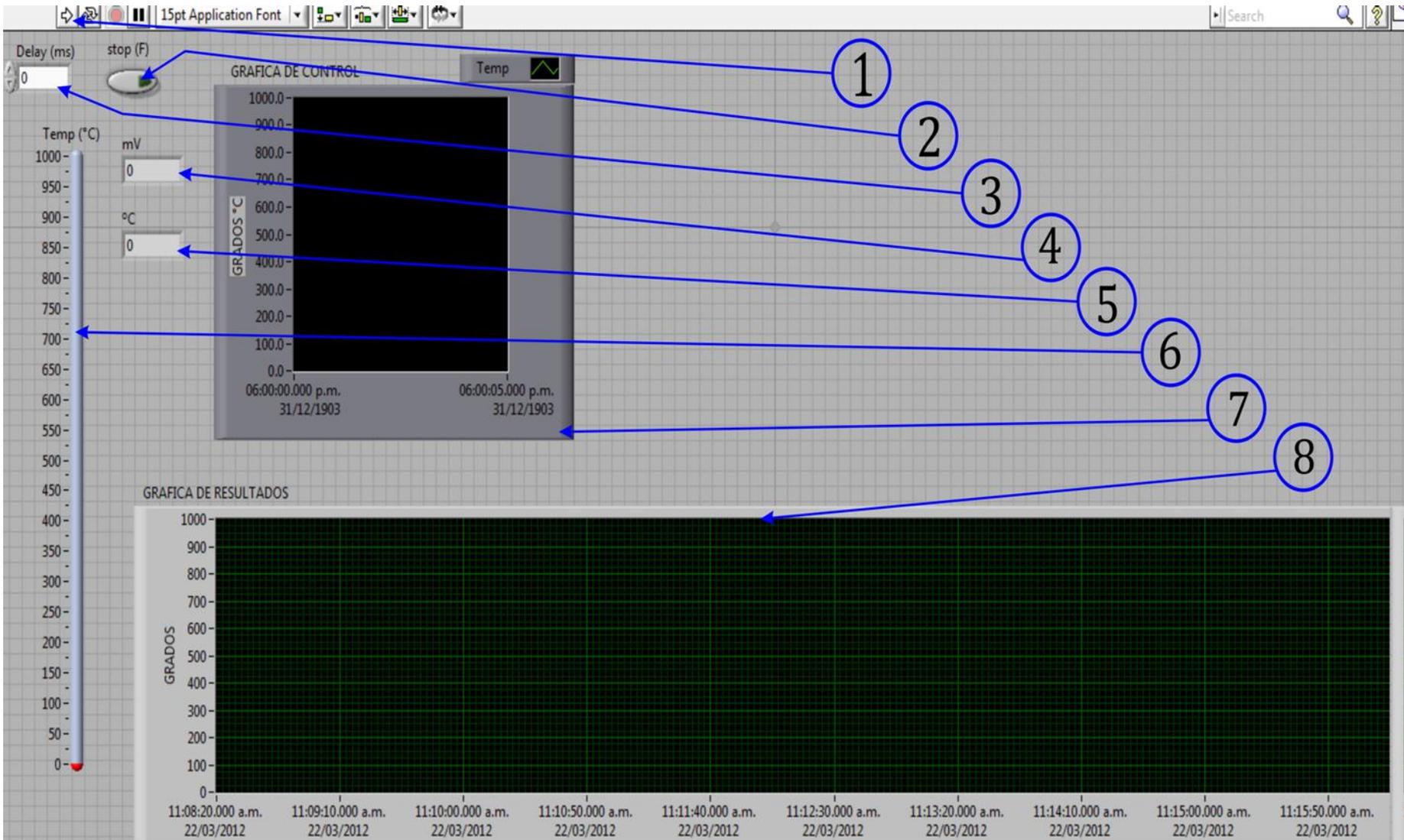


Figura 4.14 Enumeración de componentes del panel frontal.

- ✚ Cerciorarse de que el programa está corriendo correctamente, el cual se puede observar si está corriendo correctamente en el Display de temperatura o en la grafica de control al ver las pulsaciones.

Después de constatar de que todo está funcionando correctamente solo queda esperar a que el graficador desenrolle la cinta de papel que se encuentra la en la perilla del variac. Una vez alcanzado los tres ampers por el variac, la cinta de papel se rompe. Desde este momento solo queda esperar a que transcurra una hora desde el momento en el que se activó el botón de inicio en el panel frontal del software.

Una vez transcurrida la hora de el calentamiento se vera que se alcanzó los 800°C de temperatura tanto en el display como en el termómetro grafico que se muestra en el panel frontal.

- ✚ Inmediatamente transcurrida la hora se debe oprimir el botón de paro, esto finaliza el proceso de adquisición de datos y al mismo tiempo se representa la señal en la grafica de resultado. los datos que aparecen en la grafica de control se pueden guardar con el formato LabView o también pueden ser exportados a Excel.

- ✚ Para ser exportados a Excel para su posterior análisis, se posiciona el puntero del mouse sobre la grafica de control y se da clic derecho. Pálidamente aparecerá un menú donde se debe seleccionar la opción Exportar a Excel y te exportara los datos.

- ✚ En este caso los datos fueron exportados a Origin Pro 8 ya que este programa de análisis de datos proporciona mayores herramientas que facilitan el estudio de las curvas por medio de las derivadas que permiten observar las pequeñas variaciones o reacciones de la madera en las pruebas.

4.7 MEDICIÓN DE RESIDUOS DE LAS MUESTRAS

Finalizadas la corrida, y extraído los datos del software se debe de apagar todos los instrumentos y esperar que el horno se enfrié. Una vez que se halla enfriado el horno se procede a extraer el crisol para verificar la cantidad de residuos que no se eliminaron en el proceso de pirolisis.

Después del proceso de pirolisis los residuos de la muestra tiene el aspecto que se muestra en la figura 4.15.

Después de extraer los residuos del horno son pesados de nuevo en la báscula de precisión para verificar la cantidad de material que sobrevivió al proceso de pirolisis en este caso ceniza.



Figura 4.15 Muestra después de la corrida del experimento.

La cantidad de residuos son comparados con el porcentaje de material que no fue eliminado en el proceso de pirolisis y que está representado en los datos. Esta es una forma de asegurar y constatar que el sistema está funcionando perfectamente. A continuación se muestra el cambio de las propiedades de una de las muestras.



Figura 4.16 Cambios de la muestra antes y después del experimento.

Una vez recopilado los datos se procede a realizar su análisis para obtener sus características de cambios de fase y pérdidas de propiedades durante el proceso de pirolisis.

4.8 REFERENCIAS

[1] CARACTERÍSTICAS Y USOS DEL BAMBÚ, AUTOR GUSTAVO GONZÁLEZ PRIETO Asociado Fundador ACCIÓN AGRARIA, Febrero del 2007.

[2]Especies forestales de uso tradicional del estado de Veracruz. 2003-2004. Liliana Gutiérrez Carvajal. CONAFOR –UV <http://www.verarboles.com/Especies/especies.html>

[3]<http://www.encyclopediagro.org/index.php/indices/indice-flora-y-fauna/401-cueramo>

[4]AMBROSIO Montoya, A Y AVENDALLO Reyes, S. 1999. Catálogo de Plantas Útiles del Municipio de Misantla, Veracruz. Revista de la Universidad Veracruzana. La Ciencia Y El Hombre. Número 31, Volumen XI. Xalapa, Ver.

CAPITULO V

INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES.

En este capítulo se presenta las mediciones de la variación del peso durante el proceso de combustión de las maderas al calentarlas desde temperatura ambiente hasta 800°C.

Para evaluar el desempeño del TGA que construyó se compararon los resultados experimentales obtenidos en él, con los que se obtienen en el Calorímetro Diferencial de Barrido y Análisis Termogravimétrico (DSC-TGA) Q600, instalado en el laboratorio de Metalurgia del IFUNAM.

Como mencionó anteriormente, el dispositivo cuenta con dos tipos de sensores, un arreglo tipo puente formado por cuatro STRAIN GAGE y un sensor de desplazamiento tipo LVDT, acoplados ambos a un fleje en cantiliver cuya deformación sirve para detectar la disminución del peso durante la combustión de las maderas correspondientes. Para simplificar el análisis, la comparación se hará entre las mediciones del Q600 y las obtenidas con uno solo de los dos sensores que se emplearon (Strain Gage o LVDT). Fueron seleccionados dos casos para el LVDT y dos para el arreglo puente de STRAIN GAGE, se indica esto en las gráficas correspondientes.

La cantidad inicial de muestra empleada en cada dispositivo fue de 11 mg para el Q600 y 5 g para el TGA, esto es consecuencia de la sensibilidad de los sensores de variación de peso que se emplean en cada caso; una balanza de precisión con sensor óptico en el Q600 y el fleje con LVDT y puente de Strain Gage acoplados, en nuestro caso.

Finalmente, dado que el proceso de combustión de las maderas sucede por etapas al aumentar la temperatura, se incluye en las gráficas el valor absoluto de la derivada del cambio de peso como función de la temperatura. Esto permite ubicar con mayor precisión el número de etapas y el intervalo de temperaturas de cada una de ellas.

5.1 ESTRUCTURA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA MADERA [1].

Los materiales Lignocelulósicos, incluyendo los productos de origen agrícola y forestal, están constituidos por tres polímeros estructurales - celulosa, hemicelulosa y lignina y una serie de compuestos de bajo peso molecular solubles en agua (fracción hidrosoluble) o solventes orgánicos (los denominados extraíbles). También presentan pequeños contenidos en proteína y sales minerales. La proporción de estos componentes varía con la especie, entre árboles de la misma especie y en diferentes partes del propio árbol (p.ej. entre la albura y duramen).

En la Figura 5.1 se muestra una representación esquemática de las relaciones entre los principales constituyentes de la pared celular vegetal (celulosa, lignina y hemicelulosa). A nivel histológico, la lignina se encuentra más concentrada en la lámina media, que es la capa externa que une las paredes celulares de las fibras contiguas en los tejidos lignificados. El resto de las capas de la pared vegetal, incluyendo la pared secundaria que es la capa más gruesa, presentan también un cierto contenido de lignina pero están principalmente constituidas por celulosa (y hemicelulosa). Tal como se observa en la Figura 5.1, la lignina en la pared secundaria forma una matriz amorfa que protege a los polisacáridos frente a la degradación microbiana y la hidrólisis enzimática en general. En la pared vegetal existen enlaces inter-polímeros que pueden ser directos, enlaces éter entre OH alcohólicos (de los polisacáridos) y fenólicos (de la lignina), o a través de puentes formados por los ácidos *p*-hidroxicinámicos. Estos últimos son precursores de la lignina pero en muchas plantas herbáceas se encuentran también en forma libre (incluidos en la fracción extraíble) y formando puentes lignina-polisacárido.

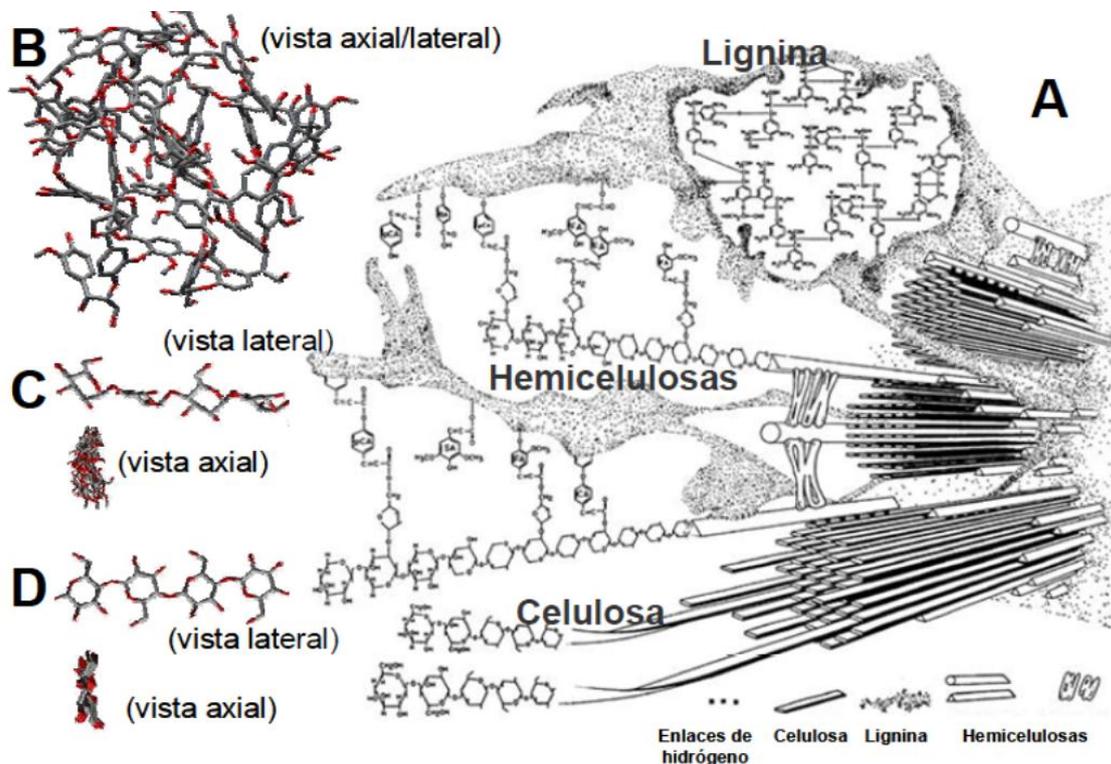


Figura 5.1.1 Estructura y composición química de la madera.

5.1.1 Celulosa.

Es uno de los biopolímeros más abundantes en la Naturaleza, ya que se trata del principal componente estructural de las células vegetales. Comprende del 10% al 20% del peso seco de las hojas, más o menos el 50% del peso de la madera y la corteza de los árboles y aproximadamente el 90% del peso de las fibras de algodón. Desde el punto de vista estructural, la celulosa es un polímero lineal, cuya unidad básica es la D-glucosa que se enlaza mediante un enlace glucosídico en la configuración b-(1-4) dando lugar a la unidad de celobiosa que se repite exactamente en la cadena polimérica. En la pared celular, las cadenas de celulosa se agregan formando microfibrillas que constituyen el elemento base de los materiales celulósicos. En general, la celulosa puede ser cristalina y/o amorfa.

5.1.2 Hemicelulosas.

Son polisacáridos químicamente heterogéneos, constituidos por diferentes unidades de monosacáridos incluyendo pentosas (xilosa y arabinosa), hexosas (glucosa, manosa y galactosa) y ácidos urónicos, enlazados entre sí por enlaces glicosídicos, formando estructuras ramificadas y en general amorfas. Algunas hemicelulosas están asociadas a la porción celulósica, mientras que otras lo están con la lignina. Actúan como matriz soporte para las microfibrillas de celulosa en la pared celular, y son de menor masa molecular, más accesibles, más fácilmente degradables y más fáciles de disolver que la celulosa. La estructura de la celulosa es la misma en maderas de diferentes tipos. Sin embargo, en las hemicelulosas existe una considerable variación, especialmente entre las coníferas y las frondosas. En el caso de la madera de coníferas se suele apreciar una mayor cantidad de manosa y galactosa mientras que la xilosa y los grupos acetilos son más abundantes en las frondosas .

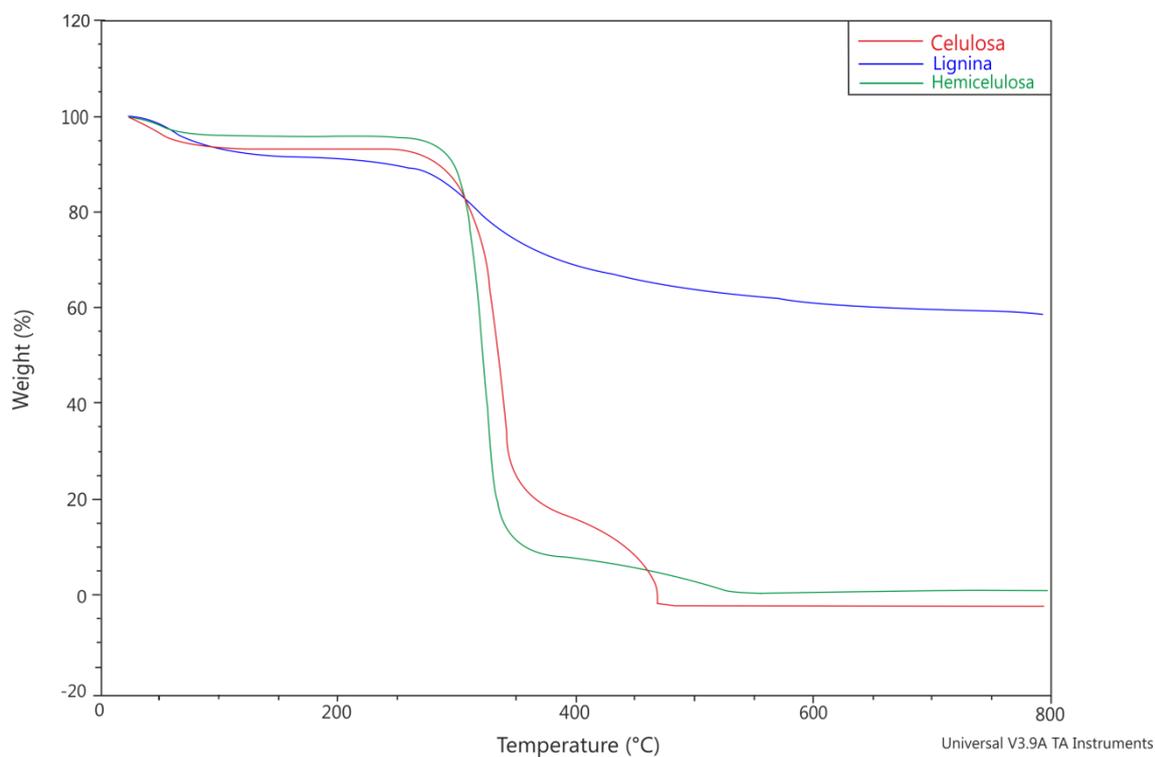
5.1.3 Lignina. Es un polímero aromático formado por la condensación oxidativa de precursores fenólicos, muy ramificado y amorfo. La lignina es un componente característico de la pared celular de las plantas vasculares y su función principal es actuar como material incrustante en las paredes de la fibra y como cemento en la lámina media. De esta forma protege a la celulosa del ataque microbiano y confiere estructura, resistencia e impermeabilidad a los materiales lignificados.

5.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA VARIACIÓN DEL PESO DURANTE EL PROCESO DE COMBUSTIÓN DE MUESTRAS DE CELULOSA, HEMICELULOSA, LIGNINA Y DE MUESTRAS DE MADERA DE BAMBÚ, CUERAMO, MORAL Y GUASAMO.

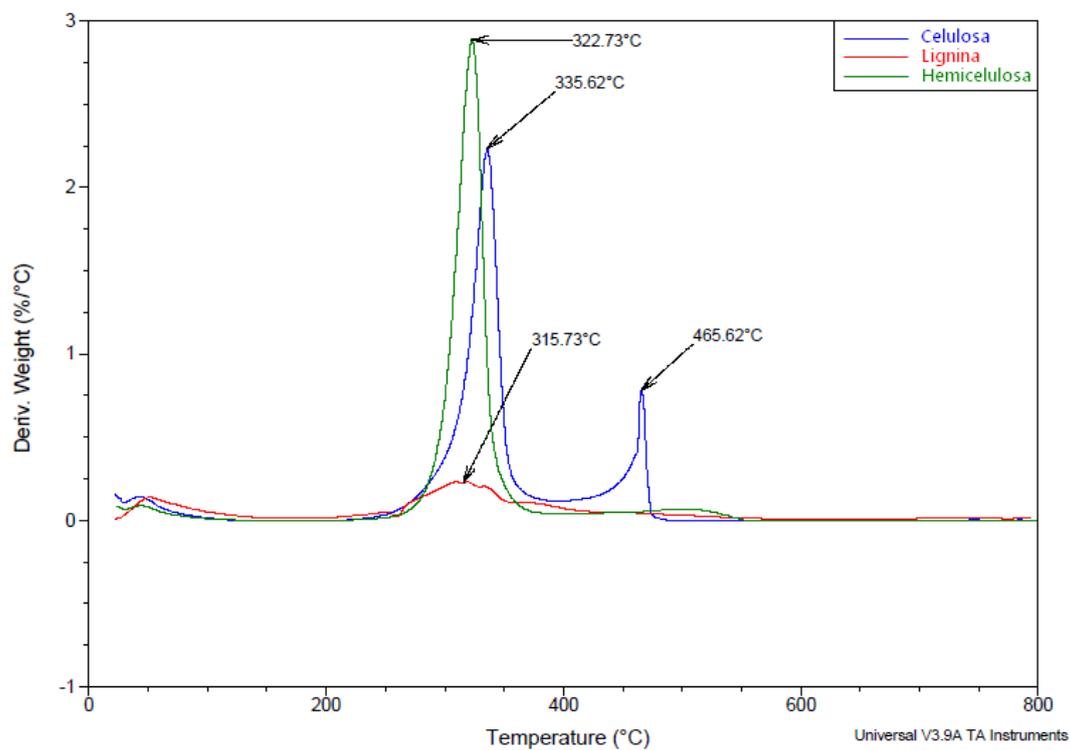
5.2.1 Celulosas, Hemicelulosa y Lignina

Para poder interpretar resultados que se obtuvieron de los experimentos de combustión de las maderas, primero hicimos experimentos con muestras de Celulosa (cristalina y amorfa), Hemicelulosa y Lignina grado reactivo en el Q600. En la Figura 5.2.1 (a) aparecen las curvas de pérdida de peso con la temperatura correspondientes a las tres.

Podemos ver que el proceso de descomposición de la lignina se extiende a lo largo de todo el intervalo de temperatura del ensayo y que la descomposición de la Celulosa y de la Hemicelulosa sucede entre los 290 y 500 C, dándose el máximo de transformación entre



(a)



(b)

Figura 5.1.1 Variación de peso con la temperatura para las tres (a) y su derivada (b)

los 315°C para la Lignina, a los 322°C para la Hemicelulos, a los 335°C para la Celulosa amorfa y a los 465 C para la Celulosa cristalina.

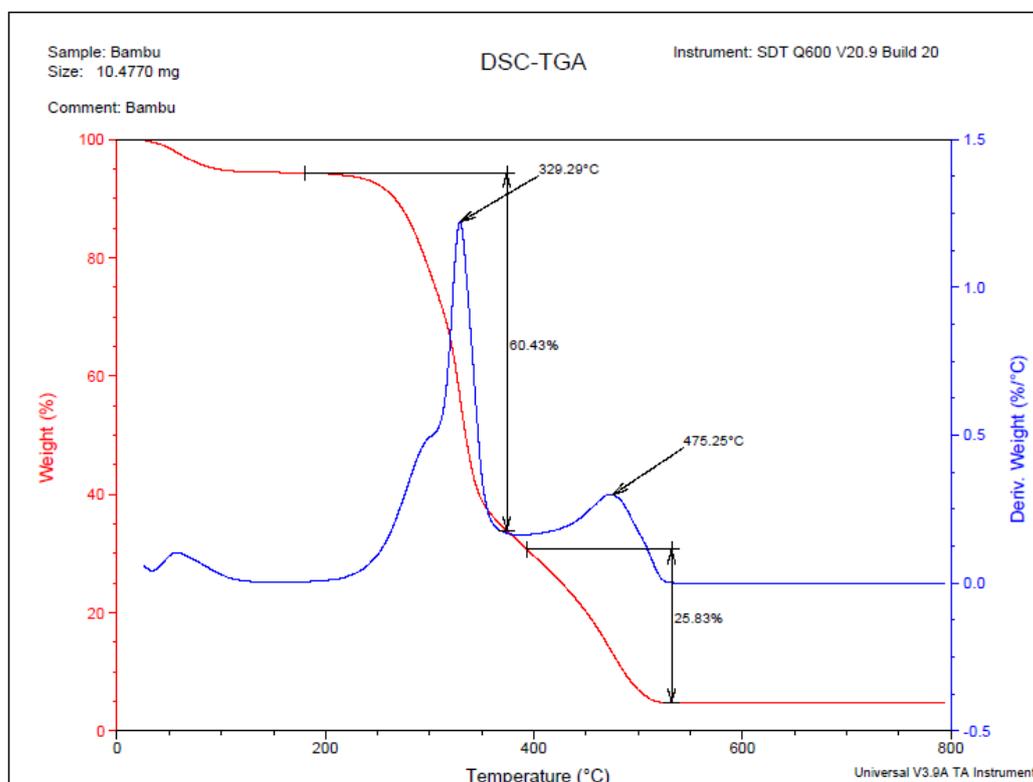
No hicimos experimentos en nuestro dispositivo debido a la cantidad de muestra necesaria (5 g en nuestro caso) y al costo de los reactivos.

5.2.2 Bambú

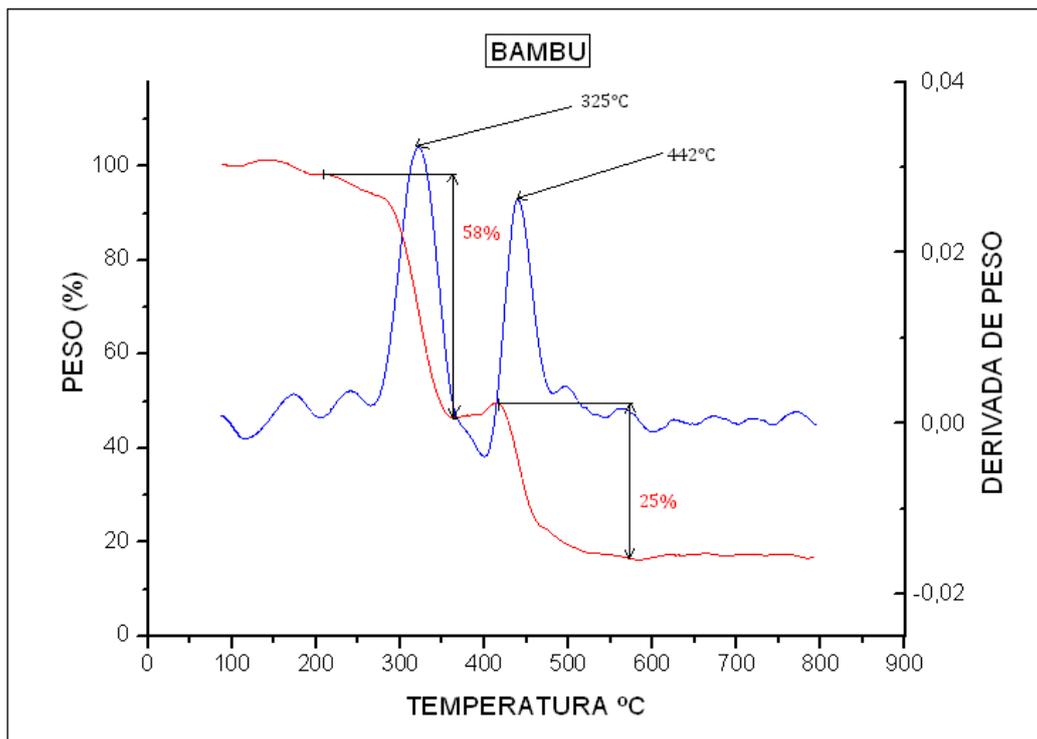
En la figura 5.1, aparecen las gráficas de la variación de peso con la temperatura de calentamiento de una muestra de Bambú medida con ambos dispositivos.

Los datos generados en el Q600 fig. 5.1(a), muestran que el proceso de combustión del Bambú sucede en dos etapas, si atendemos a la derivada de la pérdida de peso (curva en azul). La primera etapa está caracterizada por dos picos que se traslapan, de los cuales el de mayor intensidad está centrado en 330°C aproximadamente y el de menor intensidad (hombro del extremo izquierdo) está alrededor de los 300°C. Si observamos las gráficas correspondientes a la derivada del proceso de combustión de la Celulosa, Hemicelulosa y Lignina (Fig. 5.1b), podemos suponer que el pico compuesto que se detecta en este caso, correspondería a la combustión de esas tres componentes. La segunda etapa, se localiza por arriba de los 400°C y el máximo de la transformación se da en este caso a los 475°C aproximadamente y correspondería a la combustión de la Celulosa Cristalina (Fig. 5.1b).

En nuestro caso, la gráfica asociada al TGA-LVDT fig. 5.1 (b) aparentemente muestra también la presencia de dos picos acompañados por una serie de oscilaciones que nosotros atribuimos a inestabilidades térmicas y mecánicas de nuestro dispositivo (véanse las oscilaciones pequeñas en la curva roja de la figura).



(a)



(b)

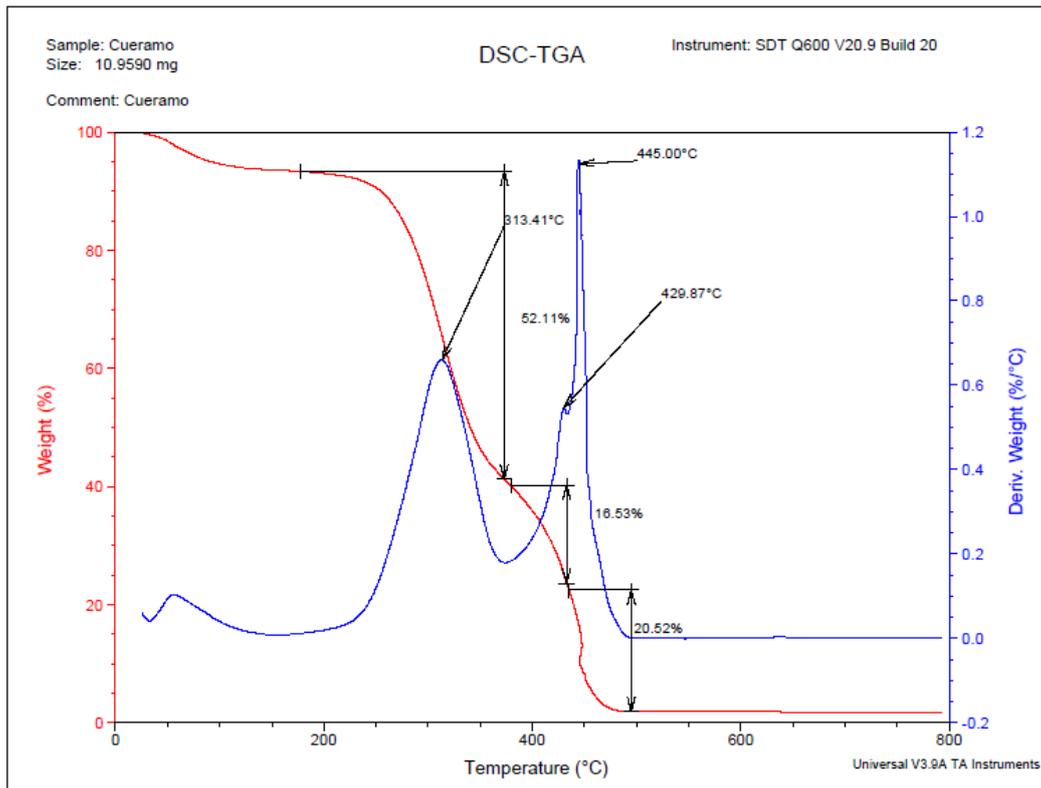
Figura 5.2.1 *Bambú; (a) (Q600) y (b) TGA-LVDT*

Si se analiza con cuidado, se puede apreciar que el pico centrado en 325°C, es más ancho que el segundo, centrado en 442°C. Esto nos lleva a pensar que en este caso tenemos al principio de la transformación la presencia de un pico compuesto como en el caso del Q600. El pico asociado a la segunda etapa (442°C) aparece recorrido a la izquierda, esto lo atribuimos a que en nuestro caso, la caída en el peso en el TGA-LVDT es mas abrupta, compárese el último escalón de las curvas rojas en ambas figuras, 5.2.1 (a) y (b). En cuanto a él porcentaje total de pérdida de peso, los valores que se obtienen en ambos dispositivos son muy similares; 86% para el Q600 y 83% para el TGA-LVDT.

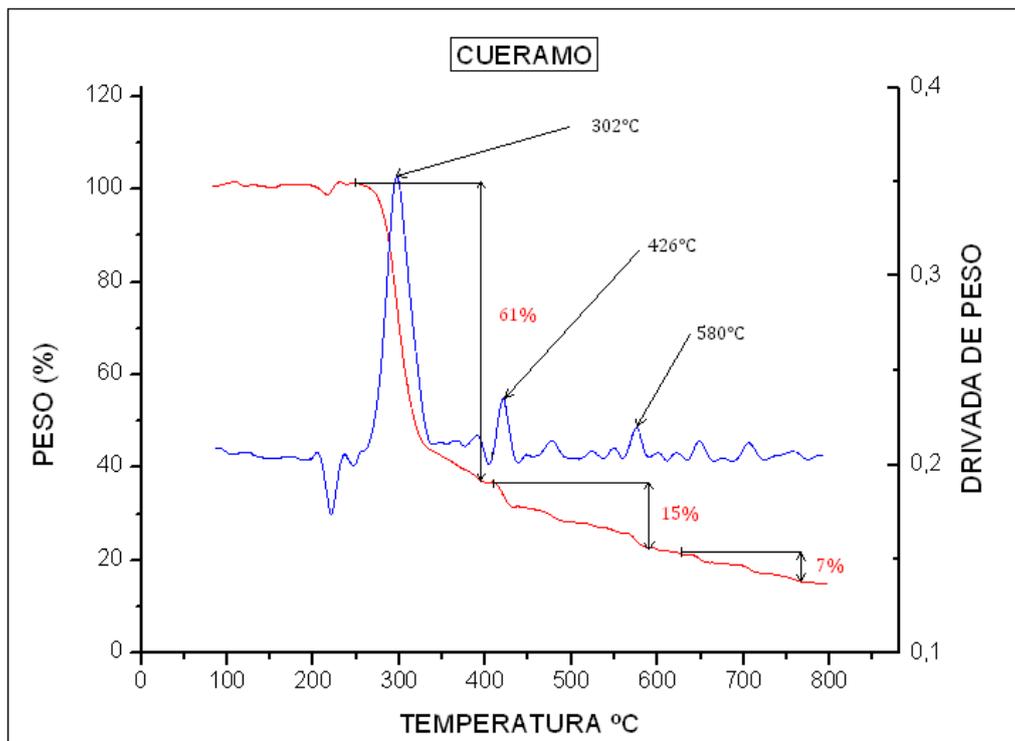
5.2.2 Cueramo.

Como en el caso del Bambú, los datos del Q600 (Fig 5.2.1 a), muestran la presencia de dos etapas en el proceso de combustión de la madera. En este caso, aparece un pico ancho centrado en 313°C y otro de composición compleja ubicado en 445°C. Muy parecido al de la Celulosa cristalina (Fig. 5.1.1b). Aquí, también podemos atribuir el pico ancho a la combustión de la Lignina Hemicelulosa y a la Celulosa amorfa.

También realizamos el experimento con el TGA, pero ahora con el puente STRIN GAGE acoplado como sensor, los resultados aparecen en la fig. 5.2.2 (b).



(a)



(b)

Figura 5.2.2 *Cueramo*; (a) (Q600) y (b) TGA-STRAIN GAGE

Si atendemos a la curva de la variación del peso con la combustión de la muestra de Cueramo (curva roja), dos zonas de transformación se detectan con claridad. Una de ellas localizada en el intervalo de temperaturas de 280 a 325°C y la otra ubicada por arriba de esta última temperatura.

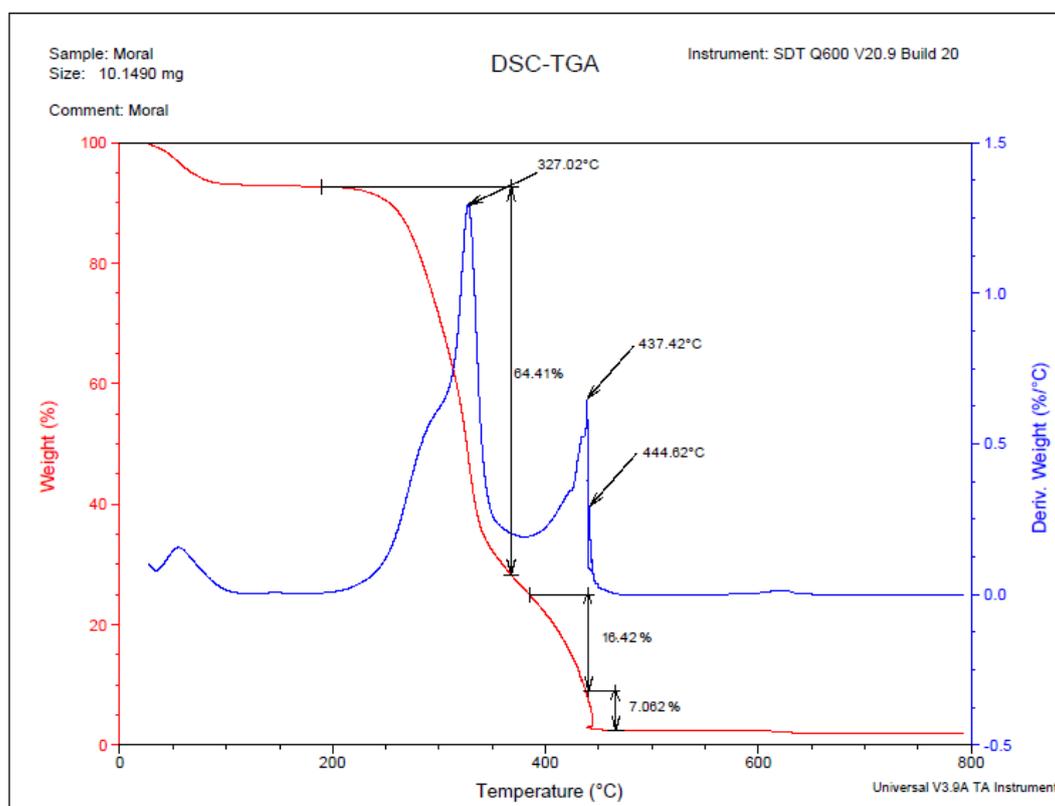
Así que en este caso, el uso del puente STRIN GAGE no nos permite detectar detalles de la segunda etapa de la transformación, la que corresponde a a la combustión de la Celulosa cristalina, aunque el porcentaje total transformado por la combustión es muy parecido al que se obtiene con el Q600 (86% el medido con el Q600 y 83% el medido con el TGA.).

Mas adelante discutiremos alternativas para mejorar el desempeño del dispositivo mediante el uso de este tipo de sensores.

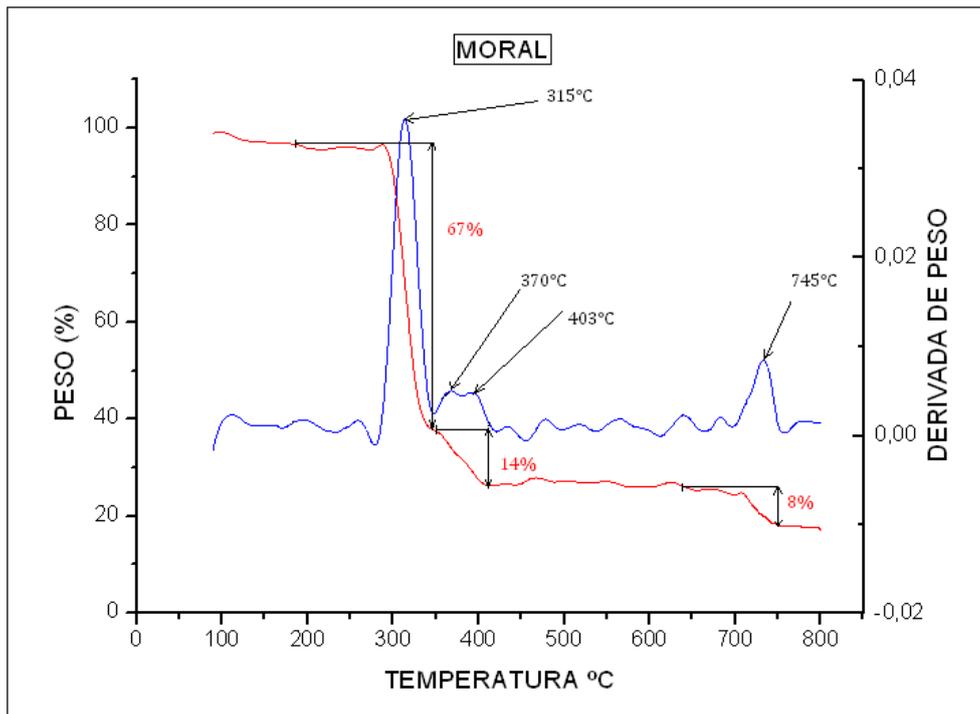
5.2.3 Moral

La secuencia de transformaciones que se obtienen con el Q600 en la muestra de madera de Moral (Fig. 5.3.3 a), es similar a la del Bambú en el intervalo de 200 a 350°C y a la del Cueramo por arriba de esta última temperatura, es decir, aparece un pico compuesto en la derivada del cambio de peso con la temperatura seguido por un pico que podemos, una vez más atribuir a la combustión de la Celulosa cristalina.

Los resultados con el TGA, acoplado para este experimento con el LVDT, son a su vez, similares a los que se obtuvieron con este mismo dispositivo para el Bambú, es decir, se detectan dos etapas en el proceso de combustión (Fig. 5.3.3 b), aunque en este caso, la segunda etapa está caracterizada por un pico doble en la gráfica de la derivada de la pérdida de peso. Agregaremos que a los 700°C, aproximadamente, se detecta una pérdida de peso adicional que no se ve en el experimento realizado con el Q600.



(a)



(b)

Figura 5.1.3 *Moral; (a) (Q600) y (b) TGA-LVDT*

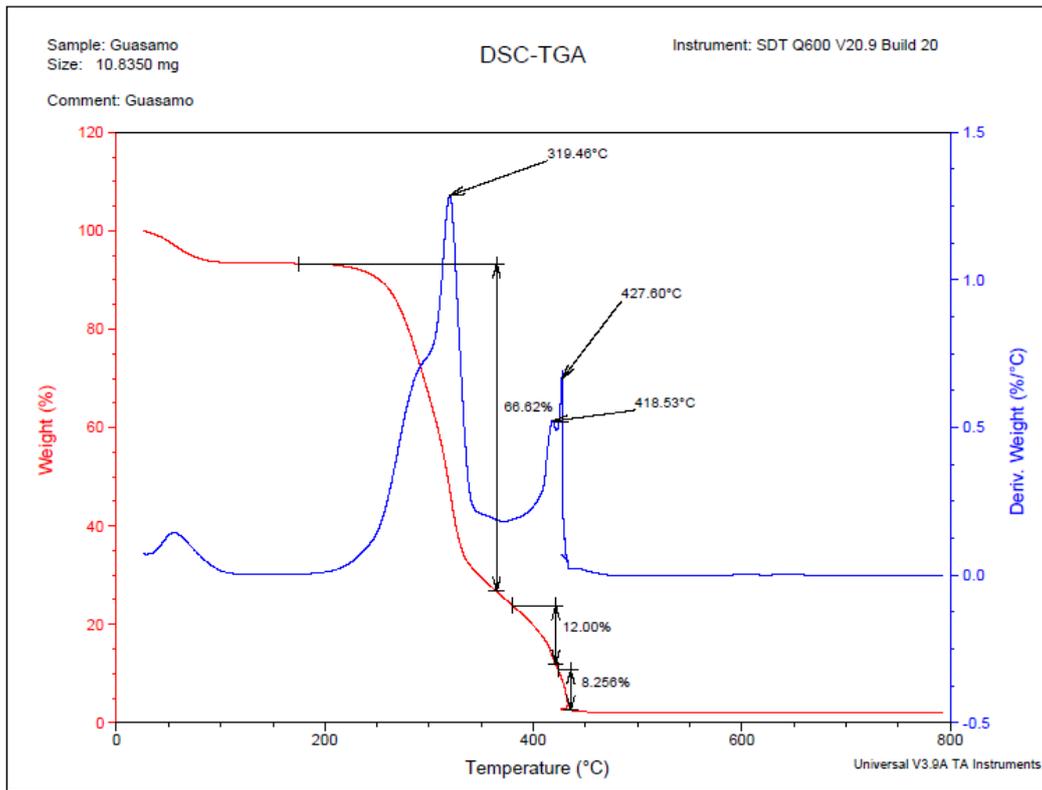
La variación de peso total en este caso, incluyendo la que se detecta a los 700 °C, es de 88% para el experimento con el Q600 y de 89% para el TGA.

5.2.4 Guásamo

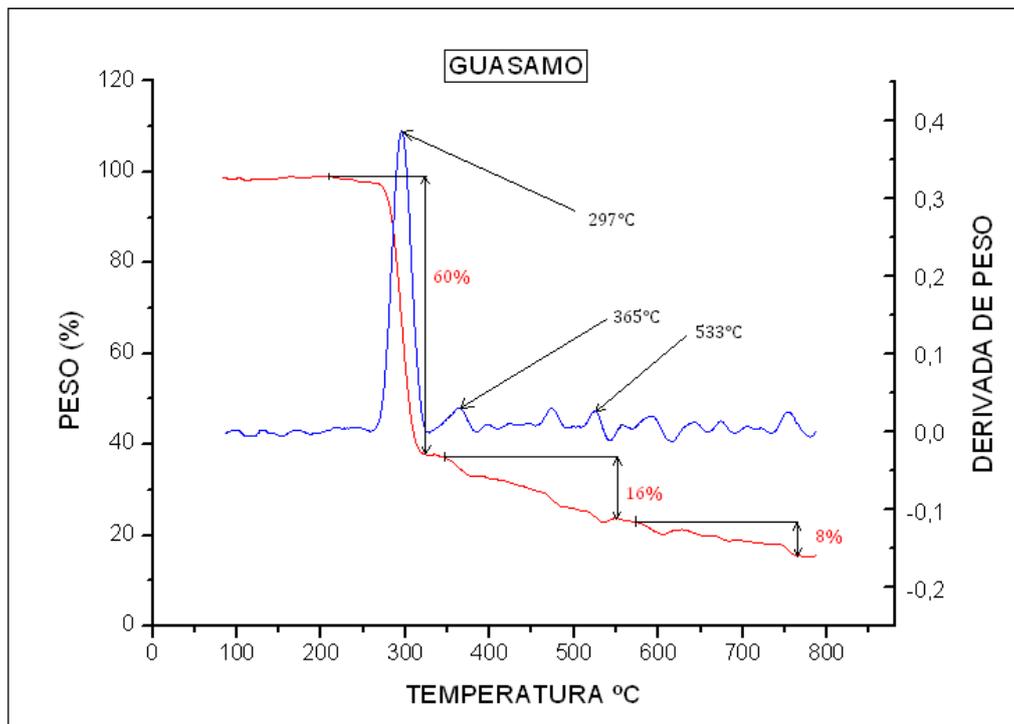
Del experimento realizado con el Q600 (Fig. 2.4 a), podemos decir que la madera de Guásamo se comporta como la madera de Moral, se detecta la presencia de dos etapas en el proceso de combustión caracterizada la primera por el pico compuesto inicial y la segunda por el pico asociado a la combustión de la Celulosa cristalina.

En este experimento, usamos de nuevo nuestro TGA con el puente STRAIN GAGE acoplado, los resultados se pueden observar en la fig. 5.2.4 b. Como en el caso del Cueramo, en donde también empleamos el puente STRAIN GAGE, se detectan dos etapas, una disminución pronunciada de peso al principio, seguida por otra que evoluciona gradualmente con la temperatura (curva roja en la figura) y como en el caso del Moral, la derivad solo define con claridad la primera etapa de la transformación.

Finalmente, la variación de peso total durante la combustión de la muestra fue de 87% para el Q600 y de 84% para el TGA.



(a)



(b)

Grafica 5.1.4 *Guasamo; (a) (Q600) y (b) TGA -STRAIN GAGE*

5.3 Discusión

En relación a la descomposición de las muestras de madera inducida por la combustión, podemos decir que se detectaron las dos esperadas de acuerdo a estudios previos de análisis termogravimétrico de algunas maderas (ref. 2) y conforme a las mediciones que se realizaron para la Lignina, Hemicelulosa y Celulosa (amorfa y cristalina) (Fig. 5.1.1 a,b), sólo que con nuestro dispositivo, únicamente fue posible detectarlas cuando se tenía acoplado el sensor LVDT.

Al final, en todos los casos, la variación total de peso fue superior al 80% y aunque no se hizo un análisis químico, lo más probable es que los residuos estén compuestos por carbón vegetal, resultado del proceso de combustión en atmósfera inerte en la zona más interna de la muestra y por restos de Lignina cuyo proceso de combustión se prolonga hasta por arriba de los 800 °C (ver Fig. 5.1.1 a).

En cuanto al desempeño del TGA construido por nosotros, comparado con el TGA Q600 comercial, existen diferencias notables en la posición de los picos de las derivadas de la variación del peso con la temperatura. En la tabla 5.1 se registraron esas temperaturas; siendo la diferencia de 4°C, la menor (Bambú) y 22°C la mayor (Guásamo). Estas diferencias son mayores para la segunda etapa en donde tenemos variaciones de 33°C para el Bambú y 51°C para el Moral. No es de sorprender que las diferencias sean mayores si tomamos en cuenta que durante la segunda etapa la cantidad de masa que resta en el proceso de combustión es del orden del 40%, con lo que la detección de la posición exacta de la zona de transformación depende mucho del grado de sensibilidad del dispositivo empleado. Recordemos que la segunda etapa, solo se pudo detectar con el LVDT acoplado a nuestro TGA.

Aun así, siendo un prototipo de instrumento para estudios de Termogravimetría, nuestro dispositivo detecta el fenómeno para el caso de las maderas estudiadas y con algunas modificaciones se podrían obtener mediciones más precisas.

Tabla 5.1

	TGA Q600			PROTOTIPO TGA		
	PRIMERA ETAPA T(°C)	SEGUNDA ETAPA T(°C)	VARIACION TOTAL DE PESO (%)	PRIMERA ETAPA T(°C)	SEGUNDA ETAPA T(°C)	VARIACION TOTAL DE PESO (%)
MUESTRAS						
BAMBU (LVDT)	329.29	475.25	86	325	442	83
CUERAMO (Strain Gage)	313.41	429.87	86	302	---	83
MORAL (LVDT)	327.02	437.42	88	315	386	89
GUASAMO (Strain Gage)	319.46	418.53	87	297	---	84
T (°C)	<i>Temperatura asociada al pico de la derivada en cada etapa.</i>					

TABLA DE COMPARACIONES

5.4 REFERENCIAS

- [1] TESIS DE LA ESPAÑOLA
- [2] MÉSZÁROS E., E. JAKAB, G. VÁRHEGYI, P. SZEPESVÁRY, B. MAROSVÖLGYI. *Comparative study of the thermal behavior of wood and bark of young shoots obtained from an energy plantation.* J. Anal. Appl. Pyrolysis 72. 2004. Págs. 317–32

CAPITULO VI

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

De este ejercicio de diseño e instrumentación podemos se concluye lo siguiente:

- Se construyo un prototipo de dispositivos para estudios de análisis Termogravimétrico con aditamentos disponibles en un laboratorio de Ciencia e Ingeniería de Materiales.
- Como detector de la perdida de peso para estudiar la combustión de algunas maderas, se usaron dos tipos de sensores de deformación, un tipo puente STRIN GAGE y otro tipo LVDT acoplados a un fleje en cantiliver, encontrando que el sistema con el LVDT muestra un mejor desempeño en cuanto a la detección de las etapas de descomposición de las maderas.
- La falta de sensibilidad del Strain Gage se puede deber a la poca flexibilidad del Fleje, y para mayor sensibilidad, este podría ser cambiado por uno más flexible, adicionalmente se podría cambiar las Galgas por unas de mayor sensibilidad.
- Con un fleje más flexible, se podría modificar la geometría de la curva de combustión y el horno, al poder trabajar con una menor cantidad de muestra. Esto disminuiría los gradientes de temperatura que tenemos en el dispositivo actual y que probablemente sea la fuente de las diferencias tan pronunciadas en las temperaturas que medimos con respecto al TGA Q600.

Finalmente, como sensor de detección de la variación del peso se podría haber acoplado una balanza de precisión con lector de salida analógica, sin embargo, no se habría cumplido con uno de los objetivos de este ejercicio, quizás el mas importante; el construir desde el principio el detector de variación de peso para entender el principio de funcionamiento de sensores como los STRAIN GAGES y LVDT's.

En lo que corresponde a la comparación de los resultados obtenidos en el TGA Q6000 y con el prototipo TGA:

En los resultados comparados existen diferencias notables en la posición de los picos de las derivadas de la variación del peso con la temperatura. Siendo la diferencias mínimas en la primera etapa de combustión para cada una de las muestras de maderas. Estas diferencias son mayores para la segunda etapa de combustión en donde tenemos variaciones debido ala cantidad de muestra pues ya que la velocidad de combustión se

retrasa por la cantidad. No es de sorprender que las diferencias sean mayores si tomamos en cuenta que durante la segunda etapa la cantidad de masa que resta en el proceso de combustión, con lo que la detección de la posición exacta de la zona de transformación depende mucho del grado de sensibilidad del dispositivo empleado. Aun así, siendo un prototipo de instrumento para estudios de Termogravimetría, nuestro dispositivo detecta el fenómeno para el caso de las maderas estudiadas y con algunas modificaciones se podrían obtener mediciones más precisas.

De acuerdo a este ejercicio permitió incursionar en temas de aplicación de instrumentos en otros campos de la térmica como es la Agroindustria.