

ANEXO I: EQUIPOS

A continuación se detallan todos los equipos que han sido utilizados para la realización del proyecto, a excepción de los equipo láseres a los que se les dedica un anexo propio.

PULIDORA

Un material se lija para otorgar suavidad a una superficie astillada o rugosa o, por el contrario, para conferir mayor aspereza a una superficie suave. La elección de la lija adecuada dependerá del objetivo y del material sobre el cual se vaya a trabajar.

En nuestro caso el uso de la lijadora fue necesario para pulir las muestras que iban a ser examinadas al microscopio. Tras embutir los trozos de muestras seleccionados en resina, una vez endurecida esta, se pulió el conjunto para que al incidir los electrones sobre la superficie se reflejaran correctamente en función de la muestra y de este modo obtener una imagen nítida y regular.

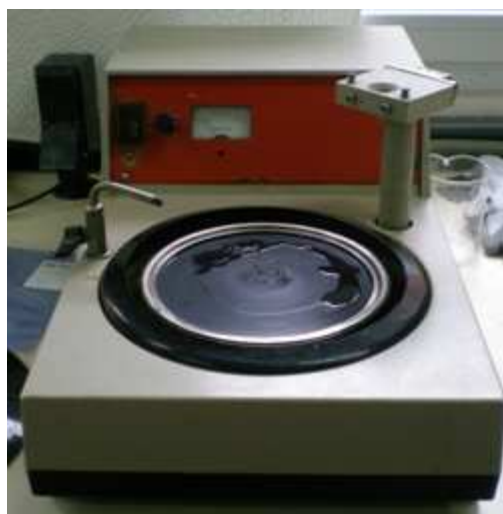


Figura 1. Pulidora modelo DAP-V.

La lijadora disponible en el laboratorio de materiales del Centro Politécnico Superior es el modelo DAP-V y tiene un rango de velocidad de 0-600 rpm. Dispone de un dispositivo para humedecer con agua aquellas lijas que lo precisen.

A continuación se comentan algunas características de las lijas, siendo éste el único componente distinguible de la lijadora.

Características de las lijas:

i. Tipo de grano

El grano es el material abrasivo que se adhiere al soporte de la lija y según su composición podemos distinguir tres tipos de grano:

- ✓ De carburo de silicio: Es la sustancia más abrasiva y dura que se conoce siendo un grano delgado, anguloso, quebradizo y con poca durabilidad. Es un mineral negro y brillante. Las lijas construidas en este material son conocidas como "lijas al agua", ya que se usan humedecidas con agua. Sirven para acabar y pulir lacas automotrices, mármoles, granitos, vidrios, plásticos duros, cerámicas, fundición gris, piedra, titanio, goma, barnices imprimantes, aparejos y selladores en general. También es excelente para desgastar y pulir bronce, cobre y aluminio.
- ✓ De óxido de aluminio (corindón). Es un grano, redondo, sin aristas agudas, tenaz y de alta durabilidad. Es apropiado para el lijado de materiales de virutas largas, como el metal y la madera. También son indicadas para el lijado de paredes enlucidas.
- ✓ De corindón de circonio. Es un grano muy uniforme, muy tenaz y muy alta duración. Debido a su gran tenacidad, el corindón de circonio es excelente para lijar aceros inoxidable.

También podemos distinguir lijas con grano abierto y con grano cerrado. Las de grano abierto tienen menos granos por unidad de superficie, y por tanto se embotan menos. Son adecuadas para maderas blandas y resinosas, pinturas, masillas, emplastes, yesos húmedos o muertos, etc.

ii. Numero de grano

El número de grano da información sobre el tamaño del mismo. Los diferentes granos se obtienen por tamizado. Cuanto menor es el número de grano, mayor es éste, y por tanto más agresivo será el lijado.

Del mismo modo que el filo de una herramienta influye en la terminación del corte de un material, la granulometría de una lija es la característica más determinante en el grado de suavidad con que quedará la superficie lijada.

- ✓ El grosor es una unidad que mide el tamaño del grano utilizado para la confección de una lija (y por ende el tipo de rugosidad que este dejará sobre la superficie tratada).
- ✓ El número representa aproximadamente la cantidad de granos que se pueden alinear en una determinada longitud fija, por lo que un número bajo (40) representa un grano grande que a su vez implica un acabado superficial muy rugoso. Contrariamente un número alto (2000) representa un grano pequeño que produce un acabado casi perfecto.
- ✓ Las escalas más comunes son la ANSI (americana) y la FEPA (europea).

iii. Soporte

El dorso del papel de lija está hecho de varios materiales: tela, papel, fibra o una combinación de todos ellos. El grosor, del más fino al mayor, se designa con letras que van de la A a la E. Los dorsos más utilizados son el C y el D.

Pulido diamantado

Para alcanzar la remoción de material eficiente y para cortar constantemente todos los materiales y fases, es utilizado el abrasivo más conocido como el más duro, el diamante. Los diamantes están disponibles de tamaños de grano que se extienden de 0,25 μm a 45.

Los paños de pulido de Struers son de gran calidad y durabilidad. Cada paño consiste de un número de capas: la parte más importante es la de esmerilado fino/pulido de superficie. Una variedad de tejido, no-tejido, y paños es utilizado, dependiendo de sus características con respecto a la retención y a la textura abrasiva del grano.

Dependiendo del material a ser pulido y del resultado deseado, el paño y el tamaño del granulo de diamante deben ser elegidos cuidadosamente.

CORTADORAS

AUTOMÁTICA: ACCUTOM – 50

Fue necesario el uso de dos cortadoras para adecuar el tamaño de las placas vitrocerámicas a distintos tratamientos. Accutom-50 es una cortadora y esmeriladora de sobremesa automática de precisión que puede realizar un corte preciso y libre de deformación.

Presenta tres modos de corte:

- i. Simple: realiza un solo corte.
- ii. Múltiple: realiza una serie de cortes.
- iii. Rodajas: si se selecciona la opción “múltiple” se debe introducir el número de rodajas deseadas.



Ilustración 2. Discos utilizados en la cortadora ACCUTOM - 50.

La selección del disco depende del tipo de material con el que se va a trabajar. La cortadora asocia automáticamente valores específicos de la fuerza límite a realizar, el espesor del disco y la velocidad de rotación en función del disco que vaya a ser utilizado. El rango de los discos es 100CA – 459CA.

La cortadora está equipada con:

- ✓ Oscilación o rotación de la muestra. Esto representa una ventaja cuando se realizan cortes grandes, muy duros, de recubrimientos o de piezas largas.

Tiene tres posiciones:

1. Sin rotación ni oscilación.
2. Rotación continua: la muestra rota alrededor de su centro.
3. Rotación oscilante: la muestra bascula alrededor de su centro.

La velocidad de rotación del disco es variable entre 300 y 5000 rpm (con pasos de 100 rpm).

- ✓ Preselección de velocidad constante de avance en el corte en el rango de 0.005 – 3.00 mm/s.
- ✓ El soporte de la muestra tiene una precisión de posicionamiento de 5 μm .
- ✓ Sistema de recirculación de agua mezclada con aditivo Struers de 4 litros de capacidad.



. Zona de corte
OM - 50 con el
nuestras.

Otras áreas de aplicación adicionales de la Accutom-50 son cortes precisos en serie de todos los materiales, esmerilado de lámina delgada y esmerilado en diferentes componentes.

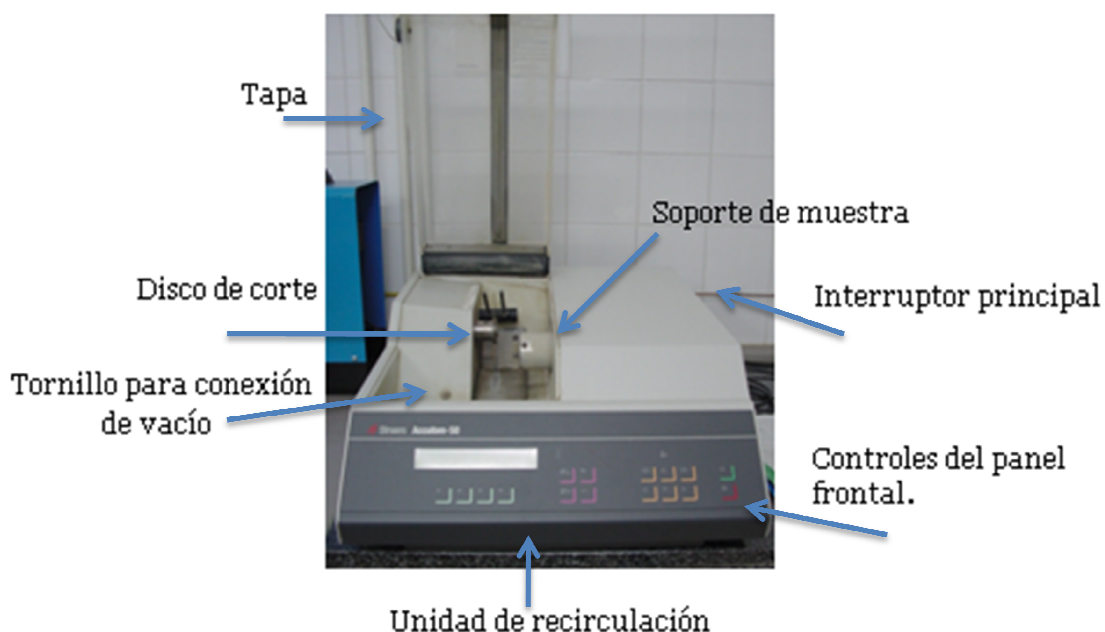


Figura 4. Cortadora ACCUTOM - 50.

i. Disco

La elección del disco de corte correcto para un material específico es muy importante. Solo el disco apropiado garantiza la consecución de una superficie plana, con pocas deformaciones. Una buena calidad de la superficie obtenida tras el corte permite conseguir los resultados requeridos en un tiempo de preparación más corto.

El disco que fue utilizado para cortar ciertas muestras (330 CA) es el usado para cortar minerales y cerámicas para durezas Vickers mayores de HV800. El disco tiene ligante metálico y las dimensiones son: diámetro de 127mm y grosor de 4mm.

✓ Características:

Dependiendo del tipo de material que vaya a cortarse, pueden necesitarse discos de diferente composición. La dureza y la ductibilidad del material influyen en la elección del disco de corte. Los materiales cerámicos y los carburos sinterizados se cortan con abrasivos adiamantados aglomerados con un ligante metálico o de baquelita. Para materiales terrosos, se utiliza típicamente como abrasivo el óxido de aluminio (Al_2O_3) ligado con baquelita. Para los tipos de materiales ferrosos más duros también se utiliza, cada vez más, el nitruro de boro cúbico (CBN). Los metales no terrosos se cortan con carburo de silicio (SiC) ligado con baquelita.

✓ Diseño

Aparte de las partículas de abrasivo utilizadas, la diferencia básica existente entre los discos de diamante o CBN y los de SiC o Al_2O_3 radica en su diseño. Los discos de diamante o CBN tienen una prolongada vida útil, dada la extremada dureza de las partículas del abrasivo utilizado y el carácter duradero de los ligantes utilizados para mantener dichas partículas en su sitio. En los citados discos solo existe una fina capa de abrasivo, situada en el perímetro de un disco metálico (de periferia continua). Se trata de discos

fungibles de larga duración y se utilizan para el corte de materiales extremadamente duros.

Los abrasivos, el SIC y el Al_2O_3 , se desgastan más rápidamente y son menos caros. Consiguientemente, todo el cuerpo del disco está formado por abrasivo y ligante. Se trata de discos fungibles.

DISCOS FUNGIBLES DE LARGA DURACIÓN				
Disco	Adiamantados			CBN
Ligante	metálico	de baquelita		de baquelita
Uso	para los materiales más quebradizos (cerámicos)	para cortar materiales como los carburos sinterizados		corte de materiales terrosos muy duros (fundición blanca)

DISCOS FUNGIBLES	
Las características de corte de estos discos varían en función de las propiedades del ligante, según su “dureza”.	
Disco	Características y uso
Duros	Retienen mejor los gránulos de abrasivo.
	Para cortar materiales blandos y dúctiles.
	Más económicos, ya que se desgastan más lentamente.
Blandos	Para cortar materiales duros y quebradizos, ya que permiten un suministro continuo de gránulos de abrasivo sin desgastar, a medida que el ligante, más blando, va desapareciendo.

MANUAL: STRUERS MINITOM

Fue precisa la utilización de la cortadora manual para reducir el tamaño de las muestras para poder introducir las en la cortadora automática. La cortadora Struers Minitom es una máquina pequeña automática, de corte de precisión para seccionado de especímenes metalográfico y cerámicos.

Minitom es muy fácil de utilizar, en tan solo unos minutos es posible fijar la muestra y ajustar el tamaño, la velocidad y la presión de corte. El objeto se sujeta en un sostenedor montado en un brazo movable.

Esta cortadora realiza cortes de precisión de baja velocidad para el seccionado de todo tipo de materiales. El tamaño máximo de la muestra debe tener un diámetro de 30 milímetros. El motor está diseñado para asegurar de que la velocidad seleccionada sea constante en cualquier carga.



Figura 5. Cortadora Struers Minitom.

MOLINO

Para moler el material vitrocerámico, fue preciso utilizar el molino mezclador Retsch MM 2000 desarrollado para la molienda por vía seca y húmeda de pequeñas cantidades de muestra.

Con el molino, se consigue tanto trituración como homogeneización rápidas y eficientes. Dispone de dos puestos de molienda y tiene un alto rendimiento debido al corto tiempo de molienda. Los resultados son reproducibles gracias a la preselección digital del tiempo y de la frecuencia de oscilación que en nuestro caso fue de 70.



Figura 6. Molino mezclador Retsch MM 2000

LIMPIADOR DE ULTRASONIDOS.

Se hizo uso del limpiador de ultrasonidos para limpiar las muestras destinadas a ser examinadas con el microscopio.

El funcionamiento de este aparato es el siguiente. En un limpiador ultrasónico, el objeto a limpiar se coloca en una cámara que contiene un líquido conductor de ultrasonidos. En los limpiadores acuosos, el producto químico añadido es un tensioactivo que rompe la tensión superficial del agua. Un generador de ultrasonidos incorporado en la cámara, o sumergido en el fluido, produce ondas ultrasónicas en el fluido por cambio de tamaño en sintonía con una señal eléctrica oscilante a la frecuencia de ultrasonidos. Esto crea ondas de compresión en el líquido de la cisterna que hace "llorar" el líquido, dejando tras de sí muchos millones de microscópicos "huecos" o "vacío parcial de burbujas" (cavitación). Estas burbujas son tan pequeñas que no hacen más que limpiar la superficie y eliminar la suciedad y contaminantes.



Figura 7. Equipo de ultrasonidos.

Después de la limpieza, los elementos deben limpiarse con agua. Si el objeto a limpiar puede resultar dañado por sacarlo húmedo después del lavado, puede ser calentado o centrifugado para acelerar su secado.

Los materiales adecuados para la limpieza por ultrasonidos son de acero inoxidable y acero dulce, aluminio, cobre, latón y otras aleaciones, madera, plásticos, caucho y tela y por supuesto vidrios de laboratorio.

BALANZA ANALÍTICA

Una vez realizados los cálculos de las cantidades necesarias de polvo vitrocerámico y de óxido de erbio a mezclar, fue preciso utilizar una balanza analítica. En el laboratorio de materiales pudimos hacer uso de la balanza analítica Gram ST-210.

Su capacidad y rango de tara es de 210 gramos. Su precisión es de 0,001 gramos. Las dimensiones del plato son 128x128 mm. Temperatura de trabajo se encuentra en el rango de 15-30°C.

En la parte frontal dispone de un display LCD de alto contraste para una cómoda lectura. Pesa en gramos, miligramos, onzas y quilates. Es capaz de calcular porcentajes. Como se aprecia en la fotografía dispone de dos teclas de tara.

Salida de datos RS-232-C de serie, para conexión de PC o periféricos (impresoras con entrada serie) y puede imprimir el resultado de la calibración.



Figura 8. Balanza analítica Gram ST-210.

Otros instrumentos

Cortador manual cerámico

Cortador manual para el corte de cerámicas. Equipado con un rodel de 6 mm de diámetro. La base es de aluminio inyectado. Tiene dos guías de acero cromado por donde se desliza la manija sobre cojinetes autolubricados permitiendo que la altura de corte sea regulable.

Utilizamos el cortador manual para reducir inicialmente la placa vitrocerámica a trozos de 5x55cm.



Figura 9. Cortador cerámico.

Mortero

Mortero de forma octagonal y esmaltado, fabricado con un 99,5% de alúmina y con mano del mismo material, lo que le confiere las características propias de este material cristalino (Al_2O_3). Presenta una dureza en Mohs de 9 (extremadamente duro).

Estos morteros, debido a sus condiciones de estructura cristalina hexagonal y de tamaño muy fino, son muy adecuados para los procesos de desintegración y mezclado de sustancias de media y alta dureza. Poseen buena resistencia a la erosión.

Combina una alta resistencia mecánica, una gran dureza y una alta resistencia a la abrasión, con una alta resistencia al ataque químico.

No presenta porosidad, lo que minimiza la pérdida de muestra y reduce la contaminación cruzada entre muestras.

Se hizo uso del mortero para reducir los cristales vitrocerámicos a polvo.



Figura 10. Mortero de alúmina.

ANEXO II: TECNOLOGÍA LÁSER

Introducción

Este anexo ya fue tratado en el proyecto " Dopado de materiales vitrocerámicos con iones luminiscentes de tierras raras", así que en este caso se profundizará más en el tema.

El término láser es el acrónimo de las palabras inglesas Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation (Amplificación de la luz por emisión estimulada de radiación).

El uso del láser es casi ilimitado gracias a las propiedades de la luz que se produce por emisión estimulada. Es aplicable a la electrónica, el arte, la medicina, la industria, limpieza y restauración, tratamientos cosméticos, desarrollos en productos comerciales, investigación, aplicación militar, comunicaciones... Dentro de la industria destacan el corte, la soldadura, los tratamientos superficiales y el marcado.



Figura 1. A la izquierda, detalle de una muestra procesada por láser. A la derecha, láser NIF.

El tamaño de los láseres varía ampliamente, desde diodos láseres microscópicos con numerosas aplicaciones, al láser de cristales de neodimio NIF, con un tamaño similar al de tres campos de fútbol, usado para la fusión de confinamiento inercial, investigación sobre armas nucleares u otros experimentos físicos en los que se presenten altas densidades de energía.

Conceptos básicos

El láser es un dispositivo que a partir de una fuente de energía, normalmente eléctrica o electromagnética, genera una radiación electromagnética cuya característica fundamental es que es coherente en el espacio y el tiempo y además monocromática como explicaremos más adelante.

Cuando la energía de un haz láser se focaliza sobre una pieza de trabajo, una parte de la misma es absorbida transformando el material que compone la pieza.

Fundamentos del láser

1. Partes del láser:

Los elementos principales de una instalación para el procesamiento de materiales con láser son los que se detallan a continuación y que posteriormente se explican:

- ✓ El medio activo generador de fotones.
- ✓ Los espejos frontal y trasero encargados de recircular los fotones.
- ✓ El sistema de bombeo.
- ✓ El shutter: obturador de seguridad en el equipo.
- ✓ El Q-Switch: encargado de la generación de pulsos.

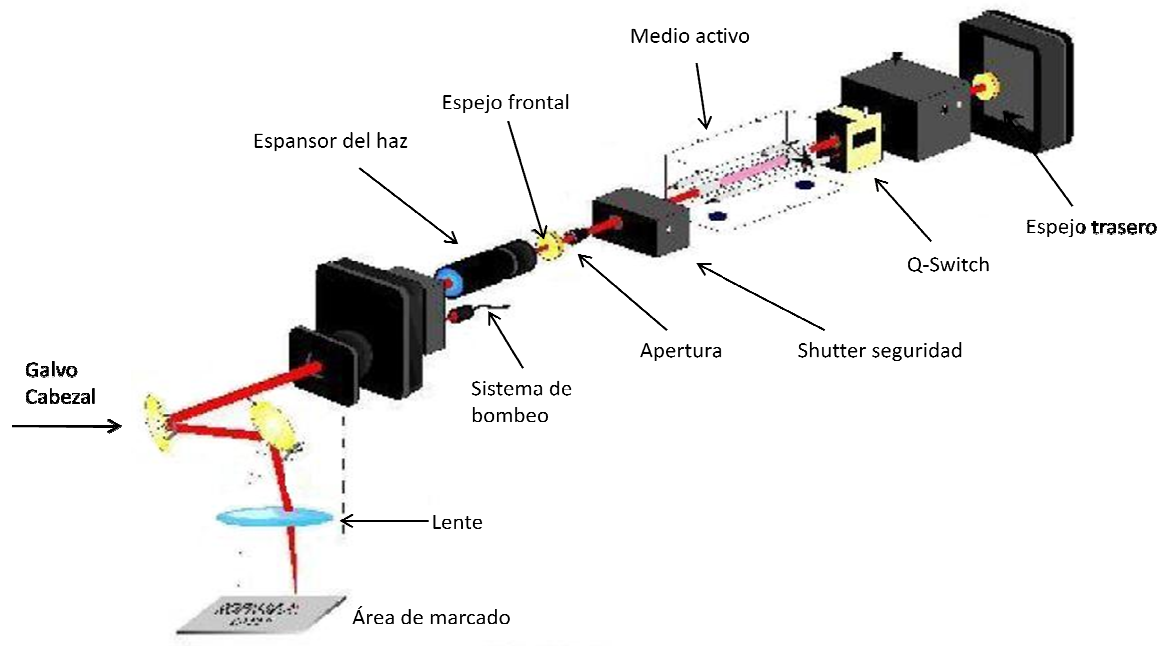


Figura 2. Esquema de la disposición de un láser.

2. Modo de funcionamiento del láser

La salida del haz láser se considera de onda continua si la duración de emisión es mayor de 0,25 s, o de pulsos o tren de pulsos si la duración es menor que 0,25 s.

Algunos láseres, tales como el láser de rubí de estado sólido o cualquier láser de cristal, no pueden ser operados normalmente como un láser de onda continua por el problema de sobre-calentamiento y el daño resultante al cristal láser y los componentes adyacentes.

El funcionamiento del láser continuo se caracteriza por un nivel continuo de potencia emitida. Se requiere que el bombeo del medio activo se realice también de forma continua en el tiempo. La estabilidad de potencia de salida que normalmente se obtiene es del orden del 2%. Algunos factores que influyen en la misma son: refrigeración del medio activo, uniformidad de la descarga eléctrica en el caso de láseres de gas, heterogeneidad en el medio activo, etc.

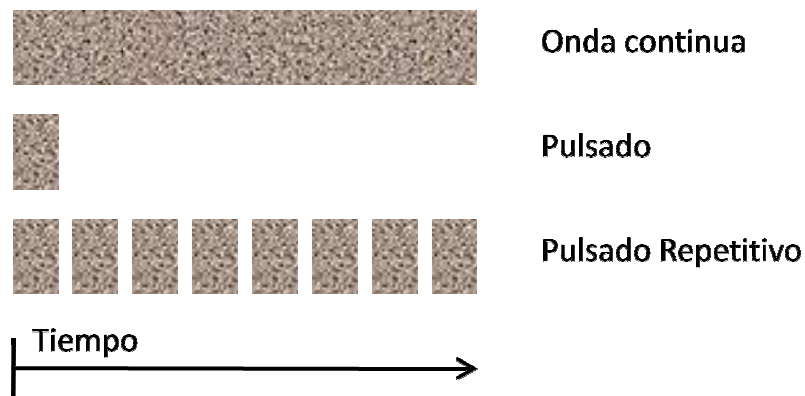


Figura 3. Láseres pulsados y de onda continua (CW).

La salida de un láser puede ser continua, de pulso sencillo o de serie de pulsos. La duración de estos pulsos varía ampliamente desde femtosegundos (10^{-15} s) a fracciones de un segundo. Una serie de pulsos repetitivos también se llama tren de pulsos

En un láser pulsado, la potencia sufre variaciones periódicas. Intervienen las siguientes variables:

- ✓ Duración temporal del pulso.
- ✓ Potencia de pico.
- ✓ Energía del pulso.
- ✓ Frecuencia de repetición en los pulsos.

La producción de los pulsos es ocasionada por varias técnicas:

- ✓ En los que el pulso se obtiene por obturación del haz de salida, el dispositivo que produce los pulsos es electromecánico y exterior a la cavidad óptica, de modo que un obturador giratorio obstruye periódicamente la salida del haz láser.
- ✓ Funcionamiento pulsado por bombeo. En este caso el bombeo del medio activo se realiza de forma pulsada.

- ✓ Pulsos con gran potencia de pico. Para algunas aplicaciones industriales es preciso trabajar con pulsos de elevada potencia de pico y de corta duración.

Dos técnicas son utilizadas para estos propósitos:

- ✓ Conmutación del factor Q (Q-Switching): El factor Q es proporcional al cociente entre la energía media temporal almacenada en la cavidad óptica y la potencia perdida por la cavidad.
- ✓ Está basado en la modificación de las cualidades de resonador del dispositivo y sus pérdidas. Permite obtener pulsos de elevada potencia (10 W) y anchos de pulso del orden de picosegundos pero requiere dispositivos fabricados a tal efecto. Se introduce en la cavidad un obturador que inhiba la acción láser de una forma controlada. Se consiguen pulsos de entre 10^{-8} y 10^{-7} segundos con potencias de pico de 106 vatios.
- ✓ Otra de las técnicas es la denominada acoplamiento de modos (Mode Locking). Basada en el control de la relación de fase entre los diferentes modos longitudinales de emisión del láser, esta técnica permite obtener pulsos con mejores características, no sólo en cuanto a potencia y duración (10^{-11} s), sino en relación a la estabilidad temporal (jitter) y perfil de los mismos. Pero requiere un montaje experimental complejo que involucra cavidades externas o el uso de absorbentes saturables.

3. Materia: Medio activo

El medio activo es la parte del láser donde se genera y se amplifica la radiación láser.

El medio activo se somete a excitación mediante el bombeo, de modo que se estimulan los átomos produciéndose una inversión de población en

condiciones controladas. Como resultado se obtiene la emisión estimulada que produce una radiación electromagnética monocromática y coherente.

Se va a explicar más detalladamente el proceso que tiene lugar en el medio activo.

Absorción y emisión

El proceso de absorción tiene lugar cuando a un átomo se le proporciona una cierta energía y éste la capta y sube de nivel. Este aporte de energía puede ser de muchos tipos (por choque con otros electrones, aumento de temperatura...), pero hay un tipo de aporte de energía que interesa más que los demás: el aporte mediante fotones, que son los cuantos o componentes de la luz. Este aporte de energía se realiza mediante el sistema de bombeo que explicaremos más adelante.

Cuando la energía del fotón coincida con la diferencia de energía entre dos niveles de un átomo, el fotón puede ser absorbido por el átomo y ascender a niveles superiores. A este fenómeno se le llama **absorción fotónica** y compite con el de la emisión estimulada de radiación.

El tiempo de vida en ese estado excitado es corto y los electrones decaen rápidamente a un estado metaestable (normalmente esta primera emisión del estado excitado al metaestable no es radiante). Los electrones abandonan el estado metaestable mediante dos desexcitaciones de naturaleza distinta, bien por emisión espontánea, bien por emisión estimulada. Ambas emisiones se explicarán a continuación.

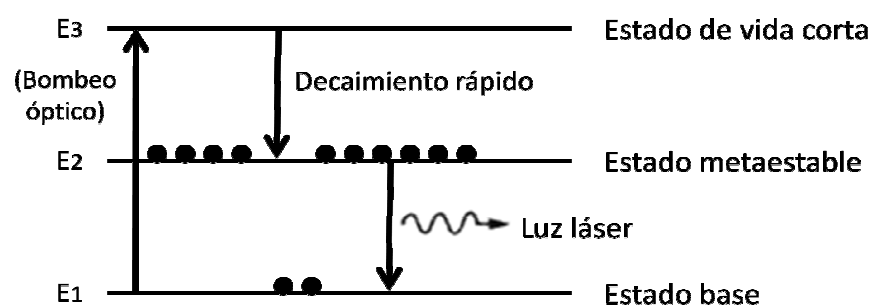


Figura 4. Decaimiento de los electrones.

Tiene que haber más electrones bombeados al nivel de energía intermedio que en el estado fundamental. Esta condición del láser se denomina **inversión de población** de los estados de energía electrónicos.

Según la estadística de Boltzman la mayor parte de los átomos de una población en equilibrio termodinámico se encuentran en su estado fundamental y va decreciendo el número de átomos a medida que éstos ocupan niveles energéticos mayores. Así se tiene, como se aprecia en la figura, que el número de átomos en los distintos niveles es: $N_1 > N_2 > N_3$; y el nivel energético: $E_3 > E_2 > E_1$.

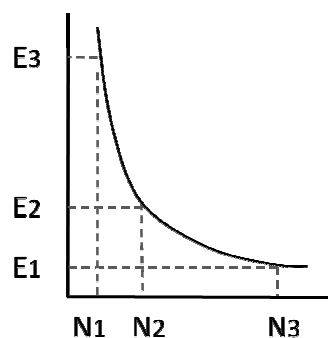


Figura 5. Gráfica de los átomos de una población en equilibrio.

Si se tiene un flujo de fotones interaccionando con una población normal, éstos principalmente se emplearán en excitar átomos de un estado inferior a otro superior (ya que hay más átomos en estado inferior). Solo una parte pequeña de esos fotones interaccionará con átomos excitados produciendo la emisión estimulada de radiación. De esta manera el flujo de salida será mucho menor que el de entrada, por lo que el haz no será amplificado.

Proporcionando energía al medio de manera adecuada se puede conseguir que el número de átomos excitados sea mayor que la población en su estado inferior, produciéndose de esta forma la inversión de población. En este caso la mayor parte del flujo de fotones interacciona con los átomos excitados produciendo emisión estimulada de radiación. Solo una parte pequeña de esos fotones serán absorbidos por átomos del nivel inferior. De esta manera se produce una amplificación del haz, y el flujo de salida será mayor que el de entrada.

En la **emisión espontánea** el átomo se desexcita por sí solo. Experimenta una transición electrónica y desciende de nivel emitiendo un fotón en cualquier dirección y en un tiempo posterior al fotón incidente. Así pues, la radiación resultante está formada por fotones que se desplazan en distintas direcciones y con fases distintas generándose una radiación monocromática incoherente.

Igual que en la absorción, la emisión espontánea también se rige por leyes estadísticas y existirá una cierta probabilidad de emisión espontánea. Se tiene que cuando hay una alta probabilidad de absorción también hay una alta probabilidad de emisión espontánea, y viceversa.

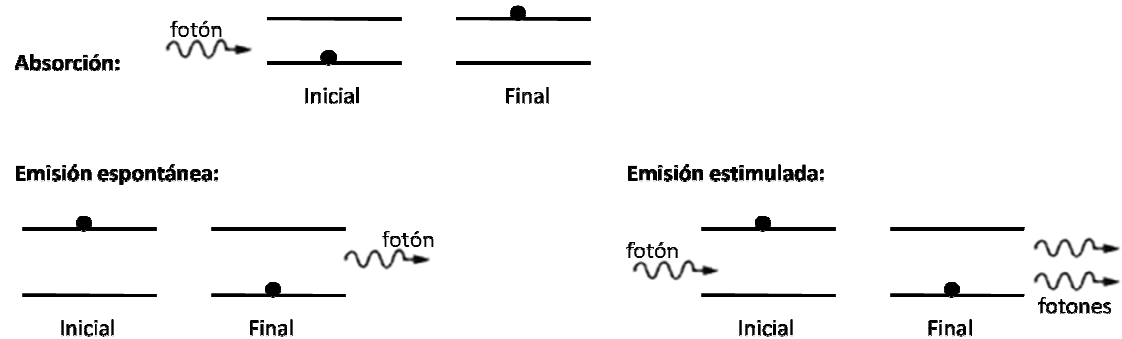


Figura 6. Esquema de la absorción y emisión que tienen lugar en el medio activo.

En la **emisión estimulada**, el átomo se desexcita por efecto de un fotón incidente, con energía igual a la diferencia entre dos niveles, forzando la transición electrónica a un estado menos excitado emitiendo en ese momento un fotón idéntico al anterior, es decir, con la misma energía, fase y dirección a lo que llamamos coherencia espacial y temporal de la luz.

De esta manera se tienen dos fotones idénticos, que se pueden convertir en más si se sigue produciendo la emisión estimulada. Éste es el fundamento de la emisión láser.

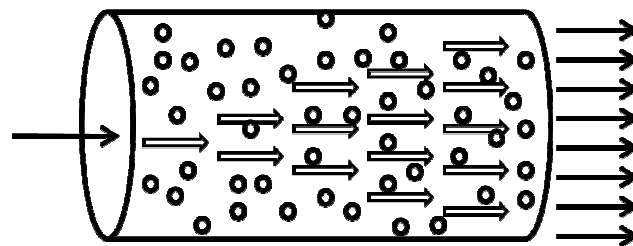
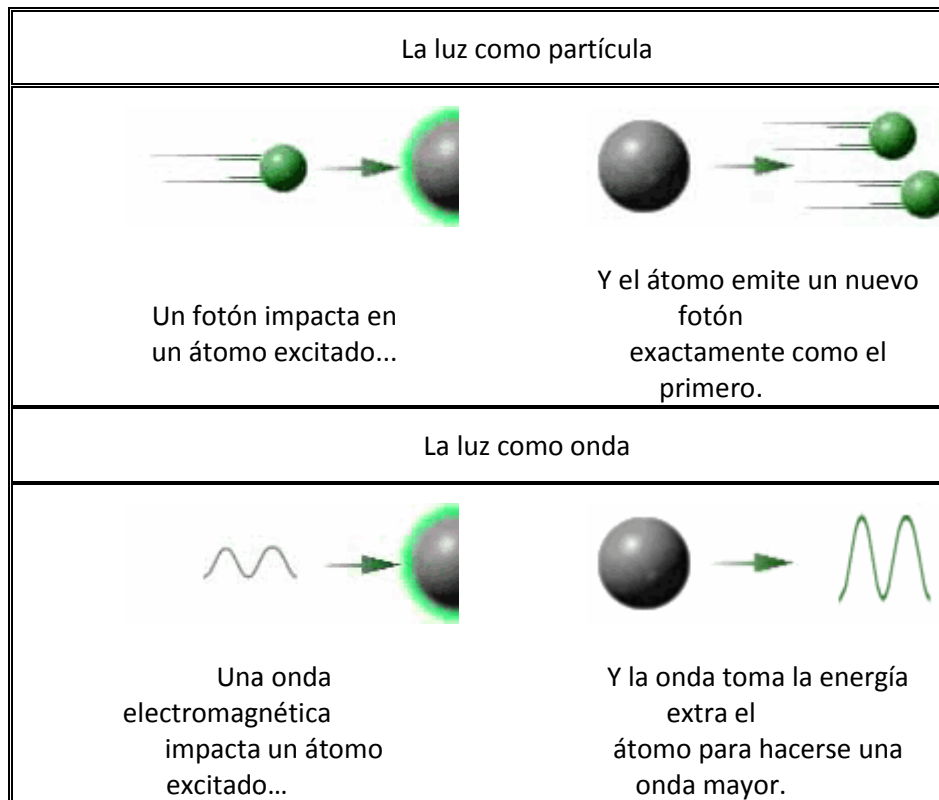


Figura 7. Direccionalidad de la emisión estimulada.

La emisión estimulada proporciona una luz tremendamente direccional y con gran facilidad para ser concentrada. A medida que los fotones de luz viajan a lo largo del eje de la cavidad, estimulan los átomos vecinos excitados para que emitan otros fotones idénticos que viajan en la misma dirección, dentro del medio activo. Esta emisión estimulada produce una cascada de fotones que es el corazón de la acción láser.

Los láseres se caracterizan en función de la naturaleza de su medio activo, algunos ejemplos son:

- ✓ Sólido: consiste en un cristal dopado artificialmente con iones de otro material (ejemplo: Nd:YAG) o bien vidrios de silicatos o fosfatos dopados.
- ✓ Gaseoso: El medio de un láser de gas puede ser un gas puro, una mezcla de gases o incluso un vapor metálico, y suele estar contenido en un tubo cilíndrico de vidrio o cuarzo. Entre otros encontramos láseres de CO₂, He-Ne, N₂, Ar...
- ✓ Semiconductor: Los láseres semiconductores son los más compactos, y suelen estar formados por una unión entre capas de semiconductores con diferentes propiedades de conducción eléctrica, formando un diodo constituido con una alta concentración de impurezas (como por ejemplo GaAs, InGaAs, GaN.).
- ✓ Líquido: el medio activo más común son tintes contenidos en recipientes de vidrio y a estos se les llama láseres de colorantes.
- ✓ Un haz de electrones: láseres que emplean para producir radiación haces de electrones, no ligados a átomos, que circulan a lo largo de un campo magnético variable. Su frecuencia se puede regular, como ocurre con los láseres de colorante, y en teoría, un pequeño número podría cubrir todo el espectro, desde el infrarrojo hasta los rayos X. Con los láseres de electrones libres debería generarse radiación de muy alta potencia, que actualmente resulta demasiado costosa de producir.

Radiación láser

La radiación electromagnética es una combinación de campos eléctricos y magnéticos oscilantes, que se propagan a través del espacio transportando energía de un lugar a otro. En función de la longitud de onda que caracterice a esta radiación puede clasificarse como radiación visible, ultravioleta, infrarroja, microondas, etc.

La manifestación en forma de radiación láser se caracteriza por estar compuesta de ondas electromagnéticas que tienen todas las mismas longitudes de onda (monocromaticidad), y están en fase unas respecto a otras (coherencia). Una fuente de radiación láser emite un haz de rayos luminosos que se propaga en una única dirección del espacio. La alta energía asociada al haz se puede concentrar, por tanto, en una pequeña zona del espacio.

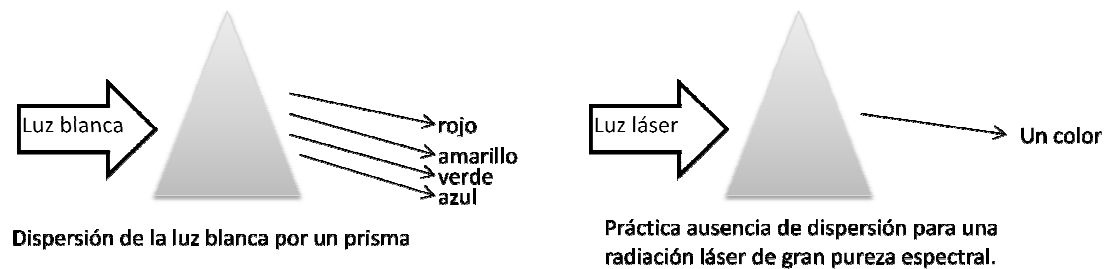


Figura 8. Dispersión de la luz.

La coherencia es una propiedad de las ondas electromagnéticas que están en fase tanto en el tiempo como en el espacio. La luz coherente tiene monocromaticidad y pequeña divergencia del haz, y se puede concentrar a elevadas densidades de potencia.

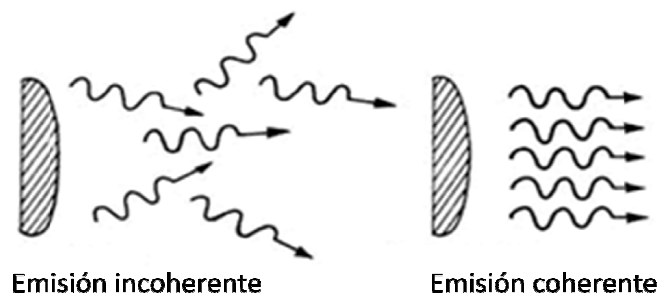


Figura 9. Coherencia de la luz.

La coherencia temporal está relacionada con la correlación de la fase de la onda en un determinado punto alcanzado por la misma en dos instantes de tiempo diferentes. Si se considera el campo eléctrico en un punto P en dos instantes distintos t y $(t + \tau)$, el tiempo de coherencia se define como el máximo valor de τ para el que la diferencia de fase entre el campo en ambos puntos permanece predecible.

La coherencia espacial hace referencia a una relación de fase definida entre puntos distintos en una sección transversal de un haz luminoso. Para puntos distintos en una sección transversal de un haz luminoso. Este tipo de coherencia va a influir en la divergencia del haz (son inversamente proporcionales) por lo que está relacionado con la direccionalidad. También va a influir en el tamaño del punto de focalización producido al atravesar el haz láser una lente.

Polarización del haz

La radiación láser es una onda electromagnética y, como tal, lleva asociado un determinado valor del vector campo eléctrico \vec{E} y del magnético \vec{H} , en cada punto del espacio alcanzado por la misma. Ambos vectores son perpendiculares entre sí y de perpendiculares a la dirección de propagación.

La dirección de polarización es la dirección de vibración del campo eléctrico. La luz natural tiene un estado de polarización aleatorio. En este caso el vector campo cambia de orientación aleatoriamente en el tiempo y también es llamada luz no polarizada. La mayor parte de los láseres producen ondas luminosas caracterizadas por un campo eléctrico \vec{E} cuya dirección de vibración tiene lugar en direcciones concretas bien determinadas, en este caso se dice que la luz es polarizada.

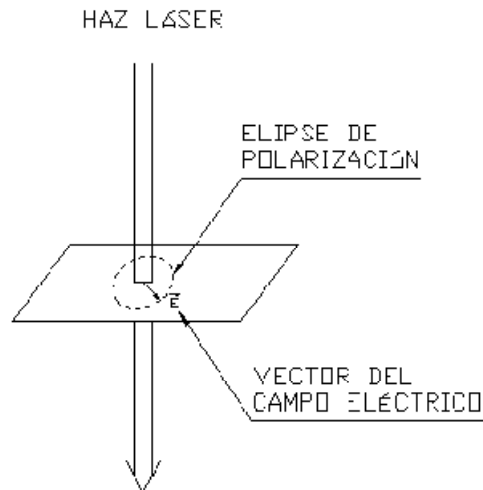


Figura 10. Plano de polarización de un haz.

El estado más general de polarización sucede cuando el vector del campo eléctrico describe una elipse como en la figura, ya que en este caso el vector varía tanto de módulo como de dirección. Otros casos son en el que el vector describe un círculo o en el que el vector vibra en una misma dirección. En este último caso, que es el más común, se dice que la luz está linealmente polarizada.

Para realizar un corte de igual calidad independientemente de la dirección de corte, se tiene que utilizar un láser polarizado circularmente.

Parámetros del haz

La distribución de energía de un haz no es uniforme. Existen muchos modelos de distribución de energía. A cada uno de ellos se les llama *modo*. El modo fundamental es el modo gaussiano (TEM_{00}), que corresponde a la geometría cilíndrica, llamado así porque su variación energética en función a la distancia al centro del haz sigue la curva de Gauss y significa que \vec{E} y \vec{H} son perpendiculares a la dirección de propagación de la onda.

El modo TEM_{00} se caracteriza porque:

- ✓ Posee un elevado grado de coherencia espacial.

- ✓ Es el modo de sección transversal más reducida.
- ✓ Presenta divergencia inferior a los modos de orden superior.
- ✓ Al ser focalizado por una lente, produce una mayor concentración de la energía (tamaño del punto de focalización más pequeño).

Si no se toma ningún tipo de precaución, la salida de un generador láser puede estar formada por varios modos transversales y longitudinales. Interesa para ciertas aplicaciones que el modo de salida sea TEM_{00} puro. Para ello se aplican procedimientos de selección del modo TEM_{00} frente a modos de orden superior, normalmente introduciendo pérdidas selectivas dentro de la cavidad, los modos de orden superior se caracterizan por dimensiones transversales mayores a las del modo fundamental. La simple introducción de un diafragma ajustable, centrado en el eje óptico de la cavidad, permite incrementar las pérdidas de los modos de orden superior frente a las del fundamental, consiguiendo de esta sencilla forma la selección del mismo.

Tanto una onda plana propagándose por el espacio libre, como los modos generados en un resonador óptico láser, son del tipo Transversal Electromagnético (TEM). Como hemos dicho, no existe ninguna componente del campo eléctrico y magnético en la dirección de propagación.

Es deseable que el láser opere sólo en modo fundamental TEM_{00} .

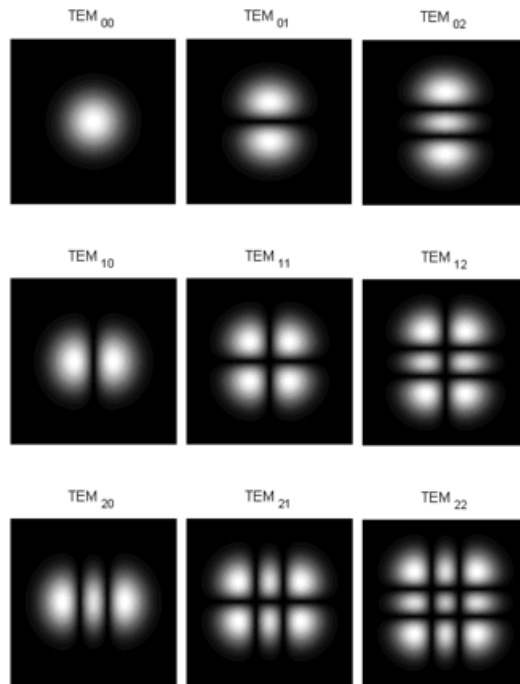


Figura 11. Diferentes modos TEM.

Otro parámetro importante es la divergencia del haz. El haz láser, tal como se aprecia en la siguiente figura, acaba abriéndose con un ángulo prácticamente constante. Este ángulo es la llamada divergencia del haz.

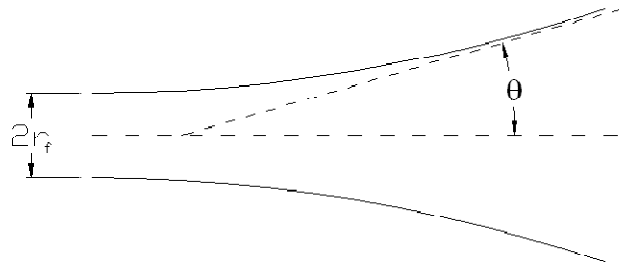


Figura 12. Divergencia del haz láser. Ángulo de divergencia donde $2r_f$ es la zona de máximo estrechamiento.

Otros parámetros que caracterizan el haz láser son la longitud de onda de emisión, la duración de la emisión (que puede ser continua o pulsada) y la potencia o energía de salida.

Amplificación de la radiación

Sistema de Bombeo

Puesto que para la amplificación de la emisión estimulada es necesario un número elevado de átomos en estado excitado, es necesario un aporte de energía al medio activo para que aumenten de forma significativa y así conseguir la inversión de población. Al sistema utilizado para realizar este aporte de energía se llama bombeo.

De entre los muchos tipos de bombeos (químico, por gas dinámico...) destacan los de descarga eléctrica y los ópticos, siendo estos últimos los más utilizados

El bombeo se provoca mediante una fuente de radiación como puede ser mediante una lámpara, diodos, radiofrecuencia, alto voltaje, el paso de una corriente eléctrica o el uso de cualquier otro tipo de fuente energética que provoque la excitación del medio activo.

Resonador

La necesidad de este dispositivo se basa en que los niveles de amplificación óptica son bajos y con el resonador se consiguen niveles de potencia apreciables. El resonador favorecer la emisión estimulada mediante dos espejos enfrentados y de este modo recircula los fotones para que la emisión se amplifique.

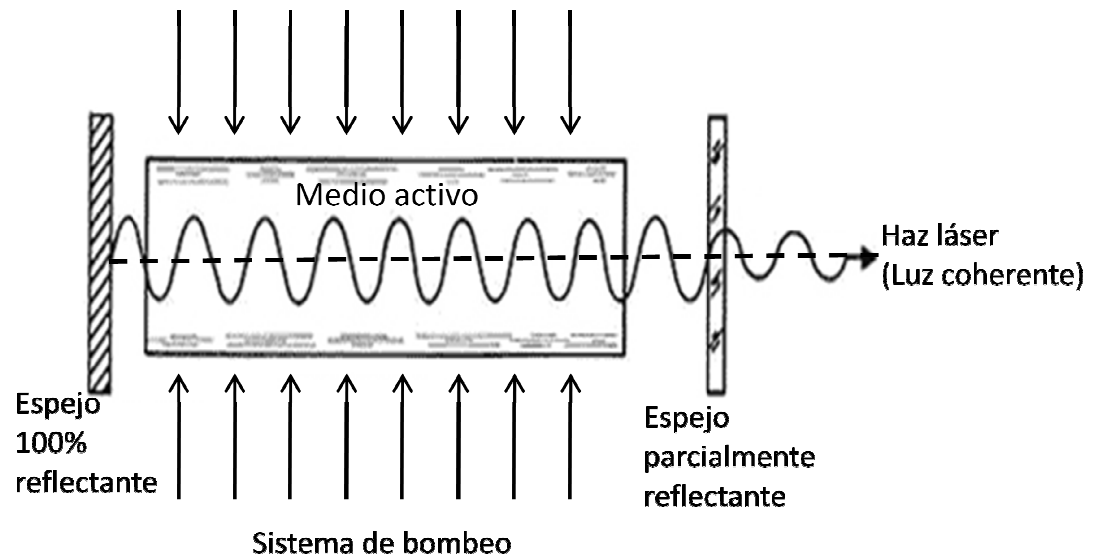


Figura 13. Diagrama de un resonador.

Al colocar el medio activo dentro de la cavidad resonante se consiguen múltiples emisiones estimuladas de fotones debido a que otros fotones chocan con los átomos ya excitados. Esta amplificación se produce a lo largo del eje longitudinal de la cavidad resonante propiciada por las reflexiones entre los espejos extremos de la misma. Uno es totalmente reflectante y otro parcialmente reflectante, típicamente con una reflectancia del 90%. De esta manera parte de la emisión retorna al resonador para amplificarse, y parte sale al exterior. En un tiempo muy corto (del orden de nanosegundos) se consigue el equilibrio de la potencia de salida cuando la amplificación que experimenta la radiación en un camino completo de ida y vuelta entre espejos iguala a las pérdidas en el citado recorrido.

Óptica externa

Focalización del haz

En algunos procesos, como en el de corte, es necesario focalizar o concentrar el haz. Para ello se pueden utilizar lentes o espejos de focalización. Dependiendo del tipo de lente que usemos en el cabezal de marcado, conseguimos ampliar la zona de marcado.

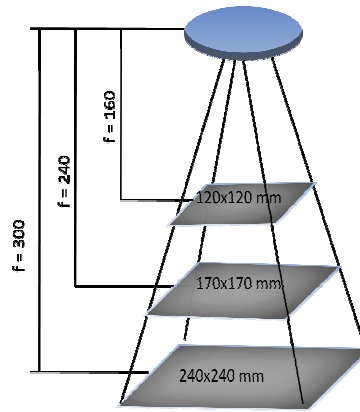


Figura 14. Campo de trabajo de una lente.

La distancia focal es la distancia entre la lente y el punto focal, siendo el punto focal el punto en el cual el haz se concentra lo máximo posible, es decir, donde existe el mayor estrechamiento. A este punto también se le llama spot del haz y es donde se tiene la máxima densidad de potencia del haz.

Principales ventajas de la tecnología láser:

- ✓ Fácil de controlar y automatizar. Fácil integración en procesos de producción convencionales.
- ✓ Procesado sin contacto con la pieza.
- ✓ Acabados de calidad inalcanzables con los métodos convencionales.
- ✓ El efecto térmico se reduce al punto de trabajo y sus proximidades.
- ✓ El haz, por medios ópticos, puede guiarse a altas velocidades con muy buena fiabilidad.
- ✓ Posibilidad de procesar materiales muy diversos y con prácticamente cualquier tipo de geometría de piezas.
- ✓ Versátil y flexible ya que es controlado por ordenador y por tanto, cada pieza puede ser tratada de forma diferente.

- ✓ El mantenimiento es barato puesto que no existen consumibles que se tengan que sustituir habitualmente.
- ✓ Se concentra la energía en el espacio, de este modo se aprovecha mejor el material en algunos casos como el corte.
- ✓ La marca, por compleja que sea, está grabada en el material, por lo que es permanente.
- ✓ El marcaje con láser es limpio y ecológico no generando residuos.
- ✓ Robustos y resistentes.

Principales desventajas de la tecnología láser:

- ✓ Alta inversión inicial.
- ✓ Calentamiento muy brusco por lo que puede generar problemas por choque térmico.
- ✓ Cada equipo láser trabaja con una radiación concreta (una única longitud de onda de emisión). Se pierden propiedades cuando se diseña el láser para tener distintas longitudes de onda, como ocurre con los láseres de colorante.

ANEXO III: EQUIPOS LÁSERES

A continuación se detallan los equipos láseres con los que se ha trabajado en este proyecto.

LÁSER DE Nd:YAG

Introducción

Un Láser Nd-YAG (neodymium yttrium aluminium garnet) es un láser cuyo medio activo es un sólido que utiliza el dopaje con neodimio de cristales de óxido de ytrio y aluminio ($\text{Nd:Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), una variedad de granate. Su radiación se corresponde con la longitud de onda de 1064 nanómetros, que se corresponde con el infrarrojo cercano.

La principal aplicación de un láser de Nd:YAG en la industria es el marcado, como puede ser la realización de caracteres alfanuméricos, códigos de barras, esquemas de conexionado, logotipos, marcar vidrio, etc.

Fue necesario utilizar este tipo de láser para realizar un mecanizado de la placa vitrocerámica Ceran Supreme.

El modelo del equipo láser utilizado, es Q-Switch E-Line-20 de la casa Rofin-Sinar y se encuentra en el laboratorio del Centro Politécnico Superior de Zaragoza en el departamento de Ciencia y Tecnología de los Materiales.

Características en el marcado

- ✓ Precisión y repetitividad. Los láseres son empleados por ejemplo en el marcaje de calibres y otras herramientas de precisión.
- ✓ Trazabilidad. Permiten incorporar números de serie, códigos de barras...

- ✓ Flexibilidad. Gran variedad de posibilidades gracias a su control por software: marcaje lineal, circular, multitud de fuentes y escalas, fotografías...
- ✓ Lectura óptima. El láser marca con gran contraste.
- ✓ Resistencia al desgaste. Podemos marcar sobre el propio material con diferentes profundidades.
- ✓ Seguridad. No se añaden tintas ni disolventes.

Descripción equipo

La excitación del medio activo (Nd:YAG) se realiza por un stack de diodos y está conectado a la barra de YAG mediante una fibra óptica de vidrio. La vida de los diodos supera las 10.000 horas, por lo que el mantenimiento es mínimo.

El cabezal láser está compuesto por un juego de espejos galvanométricos. El movimiento del haz del láser sobre el área de trabajo es posible gracias a este sistema de espejos.



Figura 1. Fotografía del sistema láser de Nd:YAG.

Combinando las distintas variables del láser, podemos conseguir un spot con un diámetro máximo de 20 μm .

La óptica de focalización tiene un expansor de cinco aumentos y una lente focal plana de 100 mm de distancia focal.

El láser trabaja en modo pulsado llegando a generar duraciones de pulso inferiores a 10 ns.

La potencia media del láser es de 11 vatios y la frecuencia de trabajo se encuentra en un rango entre 1 y 40 kHz. La potencia de pico máxima es de 300 kW.

El software incorporado en el PC nos permite controlar los parámetros de trabajo del equipo como son corriente, frecuencia, velocidad y supresión del primer impulso (se suprime para no dañar el material ya que el primer impulso es más fuerte).

Funcionamiento del láser de marcado

El marcado consiste en producir cambios permanentes en la superficie de la pieza.

A continuación se describe el sistema de espejos que dirigen el haz hacia la muestra a tratar una vez que sale del resonador. El sistema consiste en unir un espejo a una bobina sometida a un campo magnético. Cuando se hace pasar una corriente eléctrica por la bobina mediante electrodos, ésta experimentará un momento proporcional a la intensidad de la corriente, a la intensidad del campo magnético y al número de espiras. Dependiendo de la resistencia que se tenga, el espejo se moverá un determinado ángulo de giro. Los espejos se mueven a gran velocidad, haciendo uno de ellos un barrido en el eje X y el otro en el eje Y. Con eso se consigue llevar el haz en cualquier posición del plano focal.

La focalización del haz se realiza después del segundo espejo galvanométrico mediante una lente convergente de modo que el haz se focaliza en un punto muy fino.

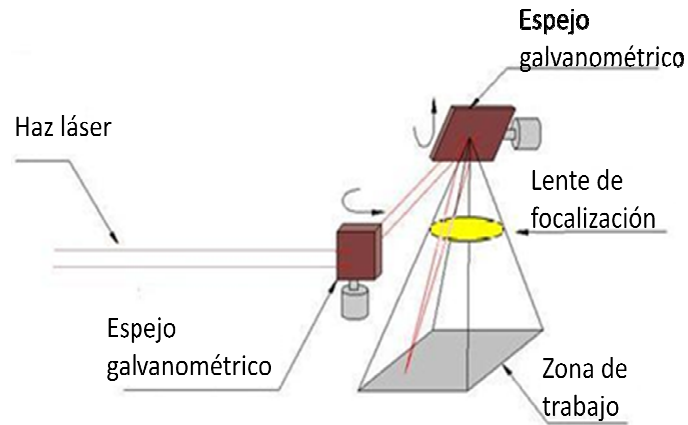


Figura 2. Sistema de espejos galvanométricos.

La lente focal utilizada permite tener un área de marcado de 80x80mm.

Por último, la instalación consta de un sistema de aspiración que se lleva a cabo durante el proceso de marcado para retirar el humo y el material desprendido. Se ha decidido colocar un tubo junto al cabezal de marcado y la muestra y realizar de este modo la aspiración por encima del material.

LÁSER DE CO₂

Introducción

En los 20 años de presencia del láser de dióxido de carbono en la industria, éste se ha convertido en una herramienta esencial para gran variedad de procesos.

El láser CO₂ emite un haz de alta potencia de radiación infrarroja. El haz focalizado es lo suficientemente potente para cortar materiales, pero es potencialmente peligroso incluso sin estar focalizado.

El láser de CO₂ es una tecnología aplicada a varios sectores, como pueden ser la industria del sector del automóvil, el marcado y tratamiento térmico de superficies, el grabado, etc. Ofrece a la vez alta potencia y eficiencia para longitudes de onda infrarrojas.

El medio activo de este láser es una mezcla de CO₂:N₂:He (10:40:50). Los niveles vibro-rotacionales de la molécula encajan con la energía vibracional característica del nitrógeno. Esta propiedad permite que el N₂ le transfiera su energía vibracional por resonancia al CO₂ optimizando de esta forma el proceso de bombeo de las moléculas al nivel láser superior. De esta forma un láser de CO₂ puede alcanzar un rendimiento muy alto, del orden de 20% de conversión de potencia eléctrica a potencia óptica.

El uso dado a este equipo para el proyecto fue con el fin de adherir la mezcla de polvos vitrocerámicos e iones luminiscentes a la placa vitrocerámica mediante fusión. El equipo láser de CO₂ utilizado se encuentra en la facultad de Ciencias de Zaragoza en el departamento de Física de la Materia Condensada. El modelo es Marcatex 250 Flexi.

Características técnicas

El medio activo del láser de CO₂, como hemos comentado, es una mezcla de dióxido de carbono, nitrógeno y helio. El CO₂ es el gas que produce la luz infrarroja invisible del láser mientras que las moléculas de nitrógeno son las encargadas de excitar el rayo de luz transfiriendo energía a la molécula de CO₂. El helio juega un

doble papel: aumenta la eficacia del láser contribuyendo al movimiento del calor del gas y ayudando a que las moléculas de CO₂ regresen a su estado inicial manteniendo una gran inversión de población.

La radiación láser CO₂:

- ✓ Puede ser absorbida por la mayoría de los materiales dieléctricos, como el agua, tejidos biológicos y plástico, y es absorbida instantáneamente por el primer material absorbente que encuentra.
- ✓ Puede ser reflejada por superficies metálicas lisas, incluso si están oscurcidas.
- ✓ Puede ser concentrada con lentes para aplicarla en tareas como cortar o grabar.

Descripción equipo

Podemos dividir el equipo en tres dispositivos: la unidad láser, la unidad de control y el sistema de refrigeración.

El sistema de refrigeración es externo y se realiza mediante agua. El flujo de refrigerante mínimo es de 4 litros/min.

La unidad de control consta de una unidad pc que realiza el control general del marcaje. El software que incorpora está diseñado para uso textil.

La unidad láser se detalla a continuación:

- ✓ Cabezal de marcaje: el sistema óptico de espejos está compuesto por unas lentes de enfoque que permiten un área de marcado de 120 cm x 120 cm. La distancia focal de la lente es de 1650mm.
- ✓ El tamaño del haz a la entrada del cabezal de marcado tiene 20 milímetros de diámetro. El resonador consta de unos espejos con un radio de curvatura grande y con recubrimientos dieléctricos de multicapas de alta reflectividad (más de 99,5% por espejo).

- ✓ Todos los elementos ópticos de la máquina se alojan dentro de la caja óptica, como el expensor del haz (encargado de expandir el haz láser) consiguiendo que a la entrada del cabezal de marcado tenga 20 milímetros de diámetro.

La potencia media es de 250 W y la potencia de pico 400 Watios.

El rango de la anchura de pulso es de 5 μ s a 400 μ s. Y con un rango de frecuencia de trabajo entre 1 y 100 KHz.

La línea de emisión más intensa está a 10,6 μ m en el infrarrojo y una línea de emisión más débil compite con esta a los 9,6 μ m. Esta gama de longitudes de onda es invisible al ojo humano.

La divergencia del haz es menor a 2 mrad (ángulo completo).

Funcionamiento del láser de CO₂

El láser de CO₂ opera de la siguiente manera:

Se genera una descarga del gas láser que constituye el medio activo mediante voltaje de radiofrecuencia. Los electrodos operan desde fuera del tubo que contiene la mezcla, no siendo dañados por la descarga.

El espejo trasero y el espejo de salida forman el resonador óptico. Dentro del resonador se produce el haz láser, que es emitido por un orificio. Finalmente, para refrigerar los electrodos se utiliza agua.

Debido a la naturaleza de los electrodos, el haz láser emitido diverge a diferentes velocidades en las direcciones x (espacio libre) e y (guía de ondas). Para dar la forma redondeada al haz es necesario volver a dar forma al haz de salida por medio de ópticas reflectantes correctoras. Esto puede lograrse por medio de elementos ópticos simples o mediante la combinación de ópticas cilíndricas y esféricas. La óptica debe estar hecha de materiales que reflejen o sean transparentes a la radiación infrarroja como el germanio (Ge), el seleniuro de zinc (ZnSe) y el arseniuro de galio (GaAs), siendo todos estos transparentes para la longitud de onda de 10,6 μ m.

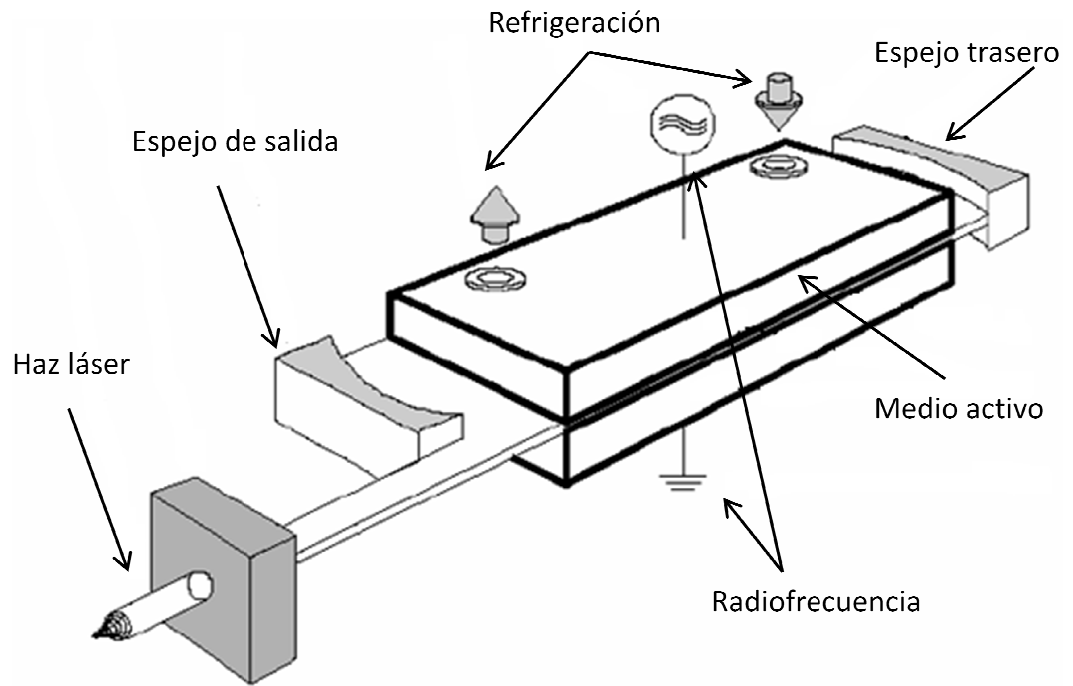


Figura 3. Esquema del equipo.

Descripción técnica de los parámetros del láser

Los parámetros característicos del equipo utilizado en el proyecto son los siguientes:

Parameter	Value
Duty Cycle (%)	50
Frequency (kHz)	5
Mark Speed (bits/ms)	1000
Jump Speed (bits/ms)	1000
Mark Delay (μs)	200
Jump Delay (μs)	500
Polygon Delay (μs)	100
Laser On Delay (μs)	0
Laser Off Delay (μs)	0

Figura 4. Tabla de los parámetros que utiliza el láser de CO₂.

- ✓ Distancia focal: distancia en la que la anchura del haz es mínimo.
- ✓ Duty cycle: El duty cycle (o ciclo de trabajo) se define como el ratio entre la duración del pulso (τ) y el periodo (T) de una onda rectangular y se expresa la relación en porcentaje.

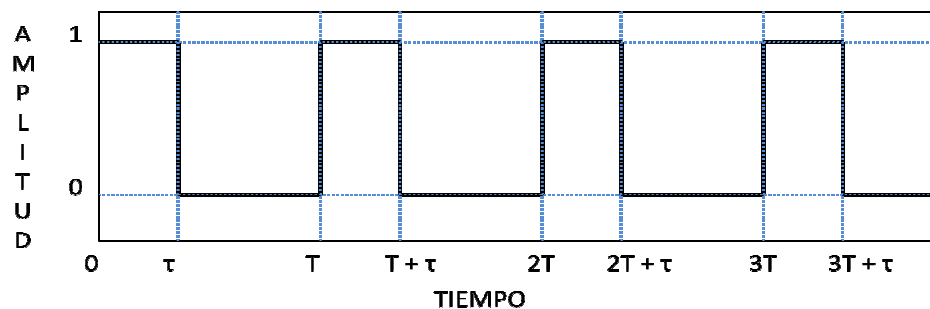


Figura 5. Representación del duty cycle.

$$Duty\ cycle = \frac{\tau}{T} \quad \text{donde:}$$

τ es la duración donde la función está en nivel alto (normalmente cuando la función es mayor que cero);

T es el Periodo de la función.

- ✓ Frecuencia: es el número de pulsos por segundo que genera el láser.
- ✓ Velocidad de marcaje está limitada por el método utilizado para mover el haz láser.
- ✓ Jump Speed: Velocidad de salto entre vectores en unidades del sistema seleccionado.
- ✓ Mark Delay: Retardo entre marcajes de dos vectores.
- ✓ Jump Delay: Retardo después del salto.
- ✓ Polygon Delay: Retardo entre marcajes en el mismo polígono.
- ✓ Laser On Delay: Retardo antes de encender el láser.
- ✓ Laser Off Delay: Retardo antes de apagar el láser.

ANEXO IV: MUESTRAS PROCESADAS

Se muestra a continuación una tabla con los parámetros utilizados, sus unidades y las siglas utilizadas en las tablas que recogen los datos de los ensayos.

Parámetros	Unidades	Nomenclatura utilizada
Distancia focal	mm	DF
Duty cycle	%	DC
Frecuencia	KHz	F
Velocidad	m/s	V

La distancia focal del láser son 1650 mm. Todo valor diferente indicará la desfocalización del haz respecto a ese valor.

Tratamiento sobre placa vitrocerámica negra lisa

Ensayos para ajustar los parámetros del láser.

Ensayos sobre el cristal vitrocerámico

Se importa una imagen para reproducirla con el láser y se obtienen condiciones de fusión diferentes al tratar las muestras con dibujos realizados con el software, de modo que se tras los resultados se desechó esta opción.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	10	5	0,0366	Son unos parámetros poco agresivos. Se consigue calentar la muestra pero no llega a haber fusión. Se observa que al aumentar la frecuencia se fractura menos.
1685	10	10	0,0366	
1685	10	10	0,0366	Se realizan cuatro pasadas con el láser sobre la misma muestra. Inicialmente parece que la muestra no se ha visto afectada pero tras unos segundos, la zona tratada se agrieta.
1685	10	10	0,9150	Al utilizar velocidades tan elevadas el láser no está en contacto con la superficie del cristal el tiempo suficiente como para fundirla, pero

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	10	10	0,8972	lo que ocurre es que se agrieta debido al choque térmico.
1685	25	10	0,8972	
1685	50	10	0,8972	

En los sucesivos ensayos se realizan líneas individuales ligeramente solapadas.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1705	50	10	0,0366	Se varía la distancia focal fijando los otros tres parámetros y en todos los casos se observa que se ha aplicado excesiva energía a la muestra. Para estas velocidades un duty cycle 50 % resulta excesivo.
1760	50	10	0,0366	
1800	50	10	0,0366	
1800	10	10	0,0366	Se disminuye la potencia aplicada y el material no se deteriora tanto como antes pero sí que aparecen grietas.
1800	10	10	0,0183	Se realizan varias pasadas. Inicialmente parece que hay fusión y no se agrieta, pero al tocar la zona tratada la muestra se agrieta.
1800	10	20	0,0183	Se varía la frecuencia de los pulsos y para el menor valor se obtienen peores resultados.
1800	10	2	0,0183	
1800	10	20	0,4943	Con una velocidad tan elevada hay un gran choque térmico y la muestra se agrieta.
1800	10	20	0,0549	Con estos parámetros se consigue fusión de la superficie e inevitablemente aparecen grietas.
1800	10	20	0,0366	Se consigue fusión en la interfase, segundos después la muestra se agrieta pero sin llegar a desprenderse parte de la superficie.
1805	15	20	0,0366	Se intenta, con el uso del software, que la distancia entre cada línea barrida por el haz sea mínima. La capa superficial de la vitrocerámica funde y aparece alguna grieta.
1805	15	20	0,0549	La vitrocerámica funde.
1805	10	20	0,0549	Al disminuir el duty cycle y aumentar la velocidad, el láser afecta menos tiempo a la muestra de modo que en este caso no se consigue fusión pero si el agrietamiento del cristal.
1805	10	20	0,0366	Se disminuye la velocidad para el láser transfiera más energía a la muestra y funde.

Ensayos sobre el cristal vitrocerámico y polvo vitrocerámico.

- **Tratamiento con horno con temperatura constante 800°C durante 8 horas.**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1800	10	20	0,0183	Se fijan el duty cycle y la frecuencia mientras se va aumentando la velocidad. Se observa que para las velocidades alta y media no hay fusión de la capa depositada con el cristal apareciendo grietas en el sustrato siendo estas menores para la mayor velocidad.
1800	10	20	0,0366	
1800	10	20	0,0549	En el caso de la velocidad menor, existe fusión de la interfase y aparecen grietas sobre la fusión.
1800	20	20	0,0366	Al aumentar el duty cycle se consigue fundir la interfase sin que el cristal se vea deteriorado. Pero al aumentar la velocidad en este

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1800	20	20	0,0549	caso la fusión es menor.
1800	20	10	0,0366	Se funde la capa superficial de vitro queda agarrada a la superficie del sustrato.

▪ **Tratamiento con horno con rampa 800°C durante 24h.**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	20	1	0,0366	Al paso del láser se evapora material mientras que las muestras que habían pasado por el horno esto no ocurría tan aparentemente. El polvo ha quedado adherido al sustrato. Se ha conseguido fundir ligeramente la interfase.
1685	20	25	0,0366	Al aumentar la frecuencia, los pulsos estarán más próximos y la muestra se calienta muy rápidamente. La capa se desprende del cristal.

▪ **Tratamiento sin horno.**

A continuación se detallan diferentes tandas de ensayos, en función de las muestras utilizadas o el conjunto de parámetros ensayado.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	10	5	0,0366	Sólo se consigue fundir la capa superficial de polvos, el sustrato no sufre modificación alguna.
1685	20	5	0,0366	Se evapora parte de la capa superficial de vitrocerámica y aparecen gotas en la superficie. En vez de fundir como una capa, funde en puntos.
1685	10	5	0,0915	Al aumentar tanto la velocidad con un duty cycle tan bajo sólo se consigue desprenderse de la capa depositada.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1450	10	20	0,0549	Hay fusión en los tres casos. Para la velocidad mayor, la fusión es más irregular intuyéndose una falta de material en el centro de la fusión. Al disminuir la velocidad la interfase funde en mejores condiciones y se aprecia para la velocidad media una cantidad mayor de mezcla retenida, mientras que la menor velocidad mejora la calidad de la fusión siendo más uniforme y con menos grietas.
1450	10	20	0,0366	
1450	10	20	0,0183	
1450	15	20	0,0549	Al aumentar el duty cycle el material depositado se pierde y funde sólo la placa vitrocerámica para la velocidad mayor. Al disminuir la velocidad se crea un surco al paso del haz y se desprende parte de la superficie.
1450	15	20	0,0366	
1450	15	20	0,0183	
1450	20	20	0,0549	Ninguno de estos parámetros son satisfactorios ya que ocurre como en la secuencia anterior para las velocidades menores. En este caso, el estado de la vitrocerámica es prácticamente idéntico para las tres velocidades distintas. El polvo depositado escapa y se funde la capa superficial del cristal. Hay que notar, que para duty cycle 20 el cristal no ha saltado con tanta facilidad como para el valor 15.
1450	20	20	0,0366	
1450	20	20	0,0183	

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0549	La capa depositada se pierde para los tres casos, siendo más pronunciado para la menor velocidad. El cristal a penas se ve afectado.
1650	10	20	0,0366	
1650	10	20	0,0183	
1650	15	20	0,0549	La menor velocidad presenta la mejor fusión de las tres, pero la capa acaba desprendiéndose del cristal. La combinación de parámetros para la mayor velocidad no producen fusión, sólo se deteriora levemente la superficie.
1650	15	20	0,0366	
1650	15	20	0,0183	
1650	20	20	0,0549	En los tres casos hay fusión de la interfase. Para la menor velocidad es posible que se haya perdido material en la fusión, siendo para la velocidad intermedia para el valor donde más capa ha quedado fusionada. Para la mayor velocidad no se obtiene una buena calidad de fusión.
1650	20	20	0,0366	
1650	20	20	0,0183	
1650	25	20	0,0549	El resultado de la mayor velocidad no debe considerarse ya que en esa zona había depositado un mayor espesor de capa y se ha perdido el material depositado y el cristal no se ha visto afectado.
1650	25	20	0,0366	
1650	25	20	0,0183	
1650	25	20	0,0183	En los otros dos casos las fusiones son buenas, pero a simple vista es difícil determinar si la fusión corresponde únicamente al sustrato o si por el contrario contiene parte del polvo depositado.
1650	15	1	0,0366	Al aumentar la frecuencia se mejora la fusión. En los tres casos hay fusión de la capa depositada y una ligera fusión de la interfase de modo que se desprende con facilidad.
1650	15	2	0,0366	
1650	15	5	0,0366	
1650	20	10	0,0366	En estos casos hay fusión de la interfase. Los resultados para los tres casos son similares, mejorando ligeramente para las frecuencias superiores.
1650	20	20	0,0366	
1650	20	30	0,0366	
1650	20	1	0,0366	Para estas frecuencias y habiendo aumentado el duty cycle se mejora la fusión de la capa sobre el sustrato a excepción de la frecuencia mayor, en este caso se ha perdido gran parte de la capa depositada, pero esto es debido a las condiciones de deposición.
1650	20	2	0,0366	
1650	20	5	0,0366	
1650	20	10	0,0366	
1650	20	20	0,0366	
1650	20	30	0,0366	
1650	25	1	0,0366	Estos seis grupos de parámetros también son muy similares entre ellos. La capa depositada se fusiona con el cristal, pero con estas condiciones con duty cycle 25 %, el cristal acaba muy deteriorado.
1650	25	2	0,0366	
1650	25	5	0,0366	
1650	25	10	0,0366	
1650	25	20	0,0366	
1650	25	30	0,0366	
1650	20	10	0,0366	Se repiten estos ensayos en otra zona de la muestra con el fin de sacar conclusiones de estos parámetros puesto que anteriormente se han visto condicionados los resultados por la deposición. Como era de esperar la fusión de la interfase resulta ser muy similar en ambos casos, siendo en esta ocasión ligeramente mejor para la menor frecuencia.
1650	20	20	0,0366	

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	50	100	0,0366	En las distintas zonas de la muestra el cristal se ve deteriorado con estos parámetros.
1650	50	100	0,0366	
1650	50	100	0,0366	
1650	38	75	0,0366	Los cuatro ensayos resultan similares. Hay fusión pero parece que sea únicamente del cristal.
1650	39	75	0,0366	
1650	40	75	0,0366	
1650	45	75	0,0366	
1650	10	20	0,0183	Se obtienen los resultados esperados tras los distintos ensayos realizados. Hay en los tres casos fusión de la interfase, siendo mejor para la velocidad intermedia.
1650	15	20	0,0366	
1650	20	20	0,0549	
1650	25	20	0,0732	Para la menor de estas tres velocidades existen buenas condiciones de fusión, pero el sustrato se ve más afectado en la fusión. Al aumentar la velocidad sólo hay fusión del material depositado y cada vez se afecta menos el cristal.
1650	25	20	0,0915	
1650	25	20	0,1098	
1650	30	20	0,0915	El material depositado se pierde y la superficie del crista sufre fusión superficial.
1650	35	20	0,1098	
1650	40	20	0,1281	

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	10	0,0366	La fusión tiene lugar en todo el recorrido del haz láser para los tres casos.
1650	20	10	0,0183	
1650	15	10	0,0183	
1750	20	10	0,0366	El resultado entre los seis ensayos es muy similar. Al desfocalizar no se aprecian cambios en la distribución de la energía. Sí es cierto que el borde del paso del haz no tiene una fusión tan uniforme como en el foco.
1750	20	10	0,0183	
1750	15	10	0,0183	
1850	20	10	0,0366	
1850	20	10	0,0183	
1850	15	10	0,0183	
1650	20	20	0,0366	Se realiza otro ensayo, esta vez aumentando la frecuencia y se comprueba como los resultados son similares para una frecuencia de 10 kHz y de 20 kHz.
1650	20	20	0,0183	
1650	15	20	0,0183	
1650	20	20	0,0366	Se repite el último ensayo en una zona de la muestra con mayor espesor de capa y la fusión empeora.
1650	20	20	0,0183	
1650	15	20	0,0183	

Ensayos para disminuir el punto de fusión de la mezcla depositada.

Ensayos sobre el cristal vitrocerámico con polvos vitrocerámicos y óxido de boro en un porcentaje del 15% con horno rampa 800°C durante 24h.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	15	5	0,1647	La mayor parte del material se evapora. Una pequeña parte de la capa funde superficialmente mientras que el cristal se ve afectado por el láser pero sin interactuar con la capa.
1685	15	5	0,1280	
1685	10	5	0,1208	Se baja la potencia aplicada y sigue habiendo evaporación del material. No se consigue que la capa funda con el cristal vitrocerámico y se levanta la capa depositada.
1685	10	5	0,0910	
1685	10	5	0,0366	Al bajar la velocidad se consigue que el láser afecte más a al cristal, y el material depositado ha evaporado igualmente.

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico con polvos vitrocerámicos y óxido de boro en un porcentaje del 15% sin horno

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	20	25	0,0366	En esta muestra se depositaron cuatro capas de material. El resultado al paso del haz láser es la formación de numerosas gotas en la superficie y el cristal se ve afectado.
1685	20	10	0,0366	En esta muestra se depositaron dos capas de material. En este caso se forman menos gotas en la superficie.
1685	20	10	0,0366	En esta muestra se depositó una capa de material y no aparecieron gotas, lo que indica que a mayor cantidad de material depositado la fusión empeora apareciendo gotas en la superficie.

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico con polvos vitrocerámicos y óxido de boro en un porcentaje del 8% sin horno

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	40	1	0,0366	Para un duty cycle tan elevado esta velocidad es demasiado baja y tras fundir la capa depositada con el cristal, la zona afectada se desprende de la superficie. Aparecen gotas en la superficie de la capa fundida. Se repite el ensayo esta vez sin llegar con el láser hasta el borde de las muestras para evitar fracturas provocadas por tensiones. Lo que se obtiene es una mejor adherencia de la capa fundida, pero el cristal está muy dañado.

Ensayos sobre el compuesto que contiene el ión luminiscente

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico con óxido de erbio 99,99 %

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1685	20	10	0,0366	Se forman un gran número de gotas en toda la superficie de la muestra.
1685	20	1	0,0366	Al disminuir la frecuencia de pulso desaparece parte del óxido de erbio de la superficie.
1685	40	1	0,0366	Se aumenta la potencia para la frecuencia de 1 kHz y se repite el paso del haz sobre la primera aplicación para intentar deshacer las gotas. El resultado es el levantamiento de la capa de la vitrocerámica. Se desprende la capa fundida con parte del cristal vitrocerámico.

Ensayos sobre las probetas y la mezcla final

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico con polvo vitrocerámico y óxido de erbio

▪ **Porcentaje catiónico 2,907 % Er³⁺ sin horno**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0366	Para duty cycle 10 % no hay fusión. Aumentamos la potencia a 15 y se pierde parte de la capa y lo que queda no funde bien.
1650	15	20	0,0366	Para duty cycle 20 existe fusión, pero no se distingue si es sólo de la placa vitrocerámica y la mezcla depositada se ha esparcido o si por el contrario es la mezcla superficial lo que ha fundido con el cristal.
1650	20	20	0,0366	
1650	10	20	0,0549	De nuevo se usa duty cycle 10 y en este caso se aumenta la velocidad pero tampoco hay fusión ni por parte de la capa depositada y menos por parte del sustrato.
1650	10	20	0,0183	Se disminuye la velocidad para tratar más tiempo la muestra y se consigue fundir la interfase.
1650	15	20	0,0183	Al aumentar la energía aportada sigue fundiendo la interfase. Pero para el caso de mayor duty cycle no se distingue si hay parte de la mezcla también fundida o es sólo el cristal y se ha perdido la mezcla depositada.
1650	20	20	0,0183	
1650	10	20	0,0183	Repetimos el ensayo en otra muestra y en este caso se funde el material depositado y se levanta dejando el cristal está intacto mientras que otras muestras se conseguía la fusión de la interfase.
1650	15	20	0,0183	Al aumentar la potencia para intentar fusionar la interfase aparecen gotas en la superficie y la placa se agrieta.
1650	30	20	0,0732	Se aumenta aún más la potencia y el material depositado no sólo no funde, sino que se esparce y es entonces la probeta la que funde.

▪ **Porcentaje catiónico 2,907 % Er³⁺ con horno a 800oC durante 4h**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1805	10	20	0,0183	Se consigue una ligera fusión para el menor duty cycle y al aumentarlo el resultado empeora.
1805	15	20	0,0183	
1805	20	20	0,0183	
1805	10	20	0,0366	Al aumentar la velocidad los resultados mejoran y para los tres casos se observa fusión de la interfase. EL problema se encuentra en determinar visualmente si ha quedado parte de la capa depositada en la fusión o si se ha desprendido. Para el mayor duty cycle sí que parece haber fundido la interfase.
1805	15	20	0,0366	
1805	20	20	0,0366	
1805	10	20	0,0549	Se funde la mezcla depositada y se desprende de la superficie.
1805	15	20	0,0549	
1805	20	20	0,0549	
1405	10	20	0,0183	Al tratar la muestra con horno, aparecen numerosos poros debido a que en la deposición debieron quedar burbujas encerradas bajo la capa depositada, de modo que debido a la presencia de estos poros, los resultados obtenidos con el láser deben desecharse.
1405	15	20	0,0366	
1405	20	20	0,0549	

▪ **Porcentaje catiónico 3,306 % Er³⁺ con horno**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1405	10	20	0,0549	Con estos parámetros funde la mezcla depositada sin adherirse al cristal. Al disminuir la velocidad sigue sin haber fusión de la interfase.
1405	10	20	0,0366	
1405	10	20	0,0183	Se opta por realizar dos pasadas con el láser pero no hay cambios salvo para el caso de la menor velocidad sí mejora la fusión pero en este caso se forman gotas en la superficie.
1654	10	20	0,0549	Focalizamos y no hay cambios, continua fundiendo la capa depositada pero no la interfase.
1654	10	20	0,0366	Al disminuir la velocidad el material depositado escapa de la superficie.
1654	10	20	0,0183	Con la menor velocidad se consigue fundir la interfase.
1550	10	20	0,0549	Se desfocaliza y para la velocidad mayor no hay cambios, para la media en este caso se aprecia fusión de la interfase y para la velocidad menor, el resultado es peor que el obtenido en el foco.
1550	10	20	0,0366	
1550	10	20	0,0183	
1550	10	20	0,0549	Se repite el ensayo en otra zona de la misma muestra y se encuentra que el mejor resultado de los tres es el de la velocidad lenta. Por lo que se observa que las condiciones de la deposición juegan un papel muy importante en el resultado de la fusión.
1550	10	20	0,0366	
1550	10	20	0,0183	
1500	10	20	0,0549	Se cambia de muestra y como en los casos anteriores, para la mayor velocidad no se obtiene fusión. Para la velocidad media sí hay fusión de la interfase. Y para la menor velocidad resultan unos parámetros muy agresivos para esta muestra.
1500	10	20	0,0366	
1500	10	20	0,0183	
1450	10	20	0,0183	Esta vez estos parámetros proporcionan la mejor fusión conseguida entre el cristal y la mezcla depositada.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1450	10	20	0,0366	El material desaparece de la parte central del paso del haz y hay una ligera acumulación de material en el borde del camino recorrido por el haz que sí que funde pero superficialmente.

▪ **Porcentaje catiónico 4,503 % Er³⁺ sin horno**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0183	La vitrocerámica se ve muy afectada por el láser.
1650	10	20	0,0366	
1650	10	20	0,0700	Se aumenta la velocidad con el fin de de que el haz láser afecte menos al cristal pero el polvo depositado adquiere un color amarillento.
1650	10	20	0,0595	
1650	10	20	0,0910	
1650	10	20	0,0183	Se disminuye la velocidad de nuevo y se pierde el material depositado.

▪ **Porcentaje catiónico 0,995 % Er³⁺ sin horno**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1450	10	20	0,0549	Esta zona de la muestra tenía bastantes cristales y los resultados están influenciados por este hecho. En los tres casos hay fusión pero el material depositado queda en los bordes de las marcas que deja el paso del haz. La velocidad mayor presenta una peor fusión.
1450	10	20	0,0366	
1450	10	20	0,0183	
1450	15	20	0,0549	Se aumenta la potencia aplicada y a medida que se disminuye la velocidad hay menos material depositado fusionado. Sólo se aprecia una fusión superficial de mayor cantidad de material para la mayor velocidad.
1450	15	20	0,0366	
1450	15	20	0,0183	
1450	20	20	0,0549	Con el mayor duty cycle el material escapa para todas las velocidades y queda retenido sólo en el los extremos del paso del haz láser.
1450	20	20	0,0366	
1450	20	20	0,0183	

▪ **Porcentaje catiónico 1,069 % Er³⁺**

Los resultados obtenidos de esta muestra a nivel de fusión son poco relevantes, ya que el hecho de contener un espesor de capa elevado ha condicionado los resultados obteniendo una fusión únicamente del material depositado.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1450	35	20	0,0183	En esta muestra se depositaron cuatro capas sobre la superficie. La mayor parte del material depositado se quema y una pequeña parte del polvo se fusiona con el cristal.
1450	30	20	0,0183	
1450	25	20	0,0183	
1450	10	20	0,0549	En el siguiente ensayo sobre la muestra se disminuyó la potencia aplicada. Estos parámetros únicamente desprenden el material de la superficie y dejan el cristal intacto.
1450	10	20	0,0366	
1450	10	20	0,0183	
1450	15	20	0,0549	Este grupo de parámetros con la mayor velocidad se fusiona únicamente la capa depositada y al disminuir la velocidad se afecta más el material y con el paso del haz el material se desprende del centro y en el borde del paso hay material depositado fusionado.
1450	15	20	0,0366	
1450	15	20	0,0183	
1450	20	20	0,0549	Para estos parámetros se mejora la fusión de la interfase para la velocidad media. Para la menor velocidad se pierde material mientras que para la mayor velocidad la fusión es únicamente superficial.
1450	20	20	0,0366	
1450	20	20	0,0183	

En esta otra muestra también había demasiado material depositado.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1450	10	20	0,0549	El material depositado se desprende de la muestra y se puede observar como el cristal no se ve afectado por el paso del haz láser.
1450	10	20	0,0366	
1450	10	20	0,0183	Hay fusión en los extremos del camino del haz.
1450	15	20	0,0549	No hay fusión de la interfase. Para la velocidad mayor se funde sólo la capa superficial y se desprende. Para la velocidad media se desprende la capa depositada y se ve ligeramente afectada el cristal. Y para la velocidad menor sólo funde el centro del paso del haz.
1450	15	20	0,0366	
1450	15	20	0,0183	
1450	20	20	0,0549	En esta zona había un cúmulo de cristales de vitrocerámica y el láser ha barrido el material.
1450	20	20	0,0366	Se fusiona la interfase en ambos casos, obteniéndose mejor resultado para la menor velocidad. La fusión no sólo es uniforme, sino que no aparecen grietas en la superficie.
1450	20	20	0,0183	

▪ **Porcentaje catiónico 3,628 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0549	El material se desprende de la superficie y la placa vitrocerámica apenas se ve afectada por el láser.
1650	10	20	0,0366	Al disminuir la velocidad el cristal se ve ligeramente más afectado y la capa depositada se pierde igualmente.
1650	10	20	0,0183	Hay fusión, pero no está claro si es sólo del cristal o es de la interfase.
1650	15	20	0,0549	Al paso del haz, la zona central de la muestra pierde el material, mientras que en los bordes hay una ligera fusión.
1650	15	20	0,0366	
1650	15	20	0,0183	El cristal funde sin nada de la capa depositada.
1650	20	20	0,0549	Al paso del haz, la zona central de la muestra pierde el material, mientras que en los bordes hay una ligera fusión donde queda retenido un poco de polvo.
1650	20	20	0,0366	Hay fusión en ambos casos del cristal y en los bordes ha quedado material retenido pero no fundido.
1650	20	20	0,0183	

▪ **Porcentaje catiónico 4,503 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	10	0,0549	Comparando pares de frecuencias, no se aprecian diferencias entre una frecuencia de 10 o de 20 kHz.
1650	15	10	0,0366	
1650	10	10	0,0183	Para el caso de la velocidad mayor se observa que en la fusión o ha quedado polvo y funde el cristal vitrocerámico discretamente sin verse muy deteriorado.
1650	20	20	0,0549	Para la velocidad media se obtienen los mejores resultados habiendo una buena fusión de la interfase.
1650	15	20	0,0366	En el caso de la menor velocidad se encuentra que el polvo se dispersa y el cristal vitrocerámico se ve afectado.
1650	10	20	0,0183	

TRATAMIENTO SOBRE PLACA VITROCERÁMICA TRANSPARENTE LISA

Ensayos para ajustar los parámetros del láser.

Ensayos sobre el cristal vitrocerámico con polvo vitrocerámico

Se repiten los ensayos solapando más las líneas realizadas con el haz sobre las muestras y se consigue que la capa fusionada quede un poco más adherida a la superficie del cristal, pero no lo suficiente y el aspecto ha empeorado en relación con los ensayos con las líneas menos solapadas.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0183	Se consigue la fusión de la capa depositada. Inicialmente parece haber fundido la interfase para el duty cycle medio, pero se observa que se desprende con facilidad.
1650	15	20	0,0183	
1650	20	20	0,0183	
1650	10	20	0,0366	Se aumenta la velocidad para y en este la fusión de la capa superficial es similar pero el cristal se ha visto menos afectado.
1650	15	20	0,0366	
1650	20	20	0,0366	
1650	10	20	0,0549	Para la velocidad mayor la capa superficial se desprende de la superficie y el cristal aún está menos afectado.
1650	10	20	0,0549	
1650	10	20	0,0549	

Ensayos sobre el compuesto que contiene el ión luminiscente

Ensayos sobre el cristal vitrocerámico con óxido de erbio 99,9% Er3+

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	15	20	0,0183	Se obtienen muy malos resultados. La capa depositada se desprende de la superficie y la probeta se agrieta.
1650	20	20	0,0183	
1650	15	20	0,0366	Se aumenta la velocidad pero el material depositado se desprende del cristal.
1650	10	20	0,0549	Se disminuye de nuevo el duty cycle y se aumenta la velocidad y se esparce el material depositado sin verse modificada las características físicas del sustrato.
1650	10	20	0,0732	Se aumenta aún más la velocidad y sigue ocurriendo lo mismo. Se opta por realizar cuatro pasadas con el láser y desaparece

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
				absolutamente todo el óxido de erbio de la superficie del cristal.
1650	10	20	0,0915	Con una pasada la capa depositada se desprende y la vitrocerámica no se ve afectada. Con dos pasadas ocurre lo mismo.
1650	40	20	0,0915	Se aumenta el duty cycle dejando una velocidad elevada y el material se ha desprendido con una sola pasada.
1650	10	20	0,1464	Se trabaja con un duty cycle bajo y velocidades elevadas y el polvo se desprende de la superficie y el cristal no se ve afectado para ninguna de las velocidades. Para la mayor de las velocidades se realizan varias pasadas con el láser y no hay variación de los resultados.
1650	10	20	0,1099	
1650	10	20	0,0915	
1650	10	20	0,0732	

Ensayos sobre las probetas y la mezcla final

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico con polvo vitrocerámico y óxido de erbio

▪ **Porcentaje catiónico 3,306 % Er³⁺ sin horno**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0183	Hay fusión pero se agrieta la zona y se desprende la capa depositada.
1650	15	20	0,0183	Aumentando el duty cycle no se mejora la fusión.
1650	20	20	0,0183	
1650	10	20	0,0366	Desaparece el material del centro del recorrido del haz y el borde se funde con el cristal.
1650	15	20	0,0366	Se pierde toda la capa depositada.
1650	20	20	0,0366	
1650	10	20	0,0549	Al utilizar la velocidad mayor tampoco se consigue la fusión de la interfase.
1650	15	20	0,0549	
1650	20	20	0,0549	
1650	10	20	0,0183	Se hace uso del software para disminuir la distancia entre líneas y el resultado es negativo en ambos casos. Salta todo el material y la vitrocerámica se agrieta.
1650	10	20	0,0366	

▪ **Porcentaje catiónico 4,503 % Er³⁺ con horno a 800oC durante 4h**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0183	Se aprecia una ligera fusión entre el material depositado y el cristal para el duty cycle 10. Aumentando el duty cycle no mejora la fusión
1650	15	20	0,0183	
1650	20	20	0,0183	
1650	10	20	0,0366	Se aumenta la velocidad y no se mejora la fusión.
1650	15	20	0,0366	
1650	20	20	0,0366	
1650	10	20	0,0549	Se aumenta de nuevo la velocidad y no hay fusión de la interfase.
1650	15	20	0,0549	
1650	20	20	0,0549	
1650	10	1	0,0183	Se fija la velocidad para la que existía fusión y se disminuye la frecuencia. A pesar del cambio, los resultados son los mismos.
1650	10	5	0,0183	
1650	10	15	0,0183	
1650	10	1	0,0366	Se repite el ensayo para el resto de velocidades y al aumentar la velocidad sólo funde la mezcla depositada y se desprende del cristal vitrocerámico.
1650	10	5	0,0366	
1650	10	15	0,0366	
1650	10	1	0,0549	
1650	10	5	0,0549	
1650	10	15	0,0549	
1650	15	15	0,0549	Se realizan más ensayos en distintas muestras con el fin de observar si hay cambios y de nuevo sólo funde la capa depositada y no se ve afectada la placa vitrocerámica.
1650	10	20	0,0183	
1650	15	20	0,0366	
1650	20	20	0,0549	

▪ **Porcentaje catiónico 1,069 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	10	20	0,0549	Hay fusión en los tres tratamientos, pero parece que se ha perdido parte del material depositado.. En el caso de la velocidad menor finalmente la interfase se desprende.
1650	10	20	0,0366	
1650	10	20	0,0183	
1650	15	20	0,0549	El material depositado funde con el cristal pero finalmente se desprende del mismo.
1650	15	20	0,0366	Los mejores resultados. Bajo la fusión se aprecia material encerrado incluso se aprecia cierto color rosáceo propio del óxido de erbio.
1650	15	20	0,0183	El material depositado funde con el cristal pero finalmente se desprende del mismo y el cristal se ve deteriorado. Se aprecia un leve oscurecimiento del sustrato.
1650	20	20	0,0549	Estos no son buenos parámetros para esta muestra puesto que el material difunde al exterior y la vitrocerámica se estropea. Tanto para la velocidad intermedia como para la menor, el cristal se oscurece, siendo más pronunciado en esta última.
1650	20	20	0,0366	
1650	20	20	0,0183	
1650	35	20	0,0183	Como era de esperar, el cristal se oscurece hasta el punto de adquirir cierto color negro. En estos casos, ha habido fusión de la interfase y no se ha desprendido el material.
1650	30	20	0,0183	
1650	25	20	0,0183	

▪ **Porcentaje catiónico 2,907 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	10	0,0549	Hay fusión entre la capa depositada y el sustrato pero no es una fusión uniforme, hay numerosas grietas en la superficie. Se observa un leve oscurecimiento del cristal.
1650	15	10	0,0366	
1650	10	10	0,0183	Se pierde el material depositado y el cristal se ve levemente afectado.
1650	20	20	0,0549	Mejoran los resultados de la fusión de la interfase para los tres casos siendo más uniforme. El peor resultado de nuevo es para la menor velocidad. Se observa un leve oscurecimiento del cristal.
1650	15	20	0,0366	
1650	10	20	0,0183	
1650	25	10	0,0549	Los resultados obtenidos en todas las series son muy similares. En estos casos se oscurece más el cristal. En todas las combinaciones de estos parámetros se obtiene fusión de la interfase.
1650	20	10	0,0366	
1650	15	10	0,0183	
1650	25	20	0,0549	
1650	20	20	0,0366	
1650	15	20	0,0183	

TRATAMIENTO SOBRE PLACA VITROCERÁMICA NEGRA MECANIZADA

Ensayo sobre el cristal vitrocerámico mecanizado con polvo vitrocerámico y óxido de erbio

- **Porcentaje catiónico 0,995 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	20	0,0183	El dibujo creado sobre la superficie son 4 líneas y un cuadrado. Las líneas funden y el material depositado con el cristal. Al estar la pieza mecanizada el material no escapa tan fácilmente con en los ensayos sobre las probetas lisas.
1650	20	20	0,0183	En este caso se hace un cuadrado grande sobre las guías y se levanta toda la capa depositada que había fundido con la vitro

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	15	20	0,0183	La capa superficial funde encerrando parte del polvo depositado sobre la guía. Se observa un ligero color rosáceo
1650	20	20	0,0366	De nuevo al fundir la capa superficial encierra parte del polvo depositado. Con el mecanizado de las muestras no se pierde el material como sucedía antes. Esta zona presenta una mejor emisión.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	20	0,0183	En esta ocasión se realizan cuadrados más pequeños que los anteriores con el fin de evitar que se desprenda la superficie del cristal. Los cuadrados realizados se hacen paralelos y perpendiculares al mecanizado para observar el distinto comportamiento.
1650	25	20	0,0183	Para duty cycle 20 hay más fusión del material encerrado en las guías ya que no se ve tanto polvo encerrado. Para duty cycle 25 la fusión de la interfase es incluso mejor, sin apreciarse tantas grietas en la zona fusionada. Pero ópticamente en esta zona no se apreciaba emisión.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	20	0,0183	En esta otra muestra los resultados son similares. Hay fusión sobre las guías y queda polvo encerrado debajo.

▪ **Porcentaje catiónico 3,318 % Er³⁺**

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	15	20	0,0183	Para estos conjuntos de valores las condiciones de fusión son buenas. Hay fusión a lo largo del mecanizado y es mejor en las zonas donde el haz ha pasado perpendicular al mecanizado.
1650	20	20	0,0366	
1650	20	20	0,0366	En este caso (igual al anterior porque por un error no se cambiaron los parámetros del láser) las guías no funden y no hay fusión de la interfase. Se aprecian surcos de fusión en las guías.

DF	DC	F	V	OBSERVACIONES
1650	20	20	0,0183	Con ambos grupos de parámetros se obtienen buenos resultados en la fusión. Se aprecia como parte del material depositado ha fundido en la guía y parte queda retenido bajo la fusión.
1650	25	20	0,0183	
1650	20	20	0,0549	No hay una buena fusión. El material depositado se sale de las guías para la velocidad mayor.

ANEXO V: MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

Introducción

Este instrumento permite la observación y caracterización superficial de materiales orgánicos e inorgánicos, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Con él se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de diversos materiales, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.

Fue necesario el uso del SEM (Scanning Electron Microscopy) para obtener información sobre la composición y morfología de nuestras muestras una vez que fueron tratadas con el láser de CO₂.

La Comunidad Universitaria dispone de un Servicio de Microscopia Electrónica ubicado en el área de Ingeniería de Materiales en el Centro Politécnico Superior. Este servicio ofrece la preparación de muestras y observación mediante microscopia electrónica de barrido.

Estructura del equipo:



Figura 1. Fotografía del SEM utilizado.

El microscopio electrónico

Características:

Un microscopio es un sistema óptico que magnifica objetos pequeños para examinarlos con luz natural o luz emitida de una fuente artificial. En el microscopio electrónico, en lugar de luz se utiliza un haz electrónico para formar la imagen. Se obtienen imágenes de electrones secundarios y retrodispersados acelerados con tensiones desde 0,2 a 40 kV.

Los microscopios electrónicos sólo pueden ofrecer imágenes en blanco y negro puesto que como hemos mencionado, no utilizan la luz.

El límite de resolución en un microscopio óptico es consecuencia de la longitud de onda de la luz visible (unos 2000 Å), por lo que la máxima magnificación que se puede obtener ronda los 2000 aumentos. En un microscopio electrónico la longitud de onda de los electrones es menor de 0.5 Å, por lo que teóricamente en un microscopio electrónico se podrían alcanzar más de 800.000 aumentos. Sin embargo, debido a parámetros instrumentales, la magnificación práctica ronda los 300.000 aumentos. De este modo se consigue que las muestras puedan ser examinadas a una alta magnificación produciendo imágenes de alta resolución con valores de hasta 3,5 nm.

Tiene una gran profundidad de campo siendo ésta la capacidad de tener enfocados a la vez dos puntos que se encuentran a distinta altura. Esta capacidad permite, por ejemplo, realizar estudios de superficies de fractura a grandes aumentos, que sería imposible en microscopía óptica.

Una característica importante es su modo de trabajo de alto vacío (presiones de 10^{-5} Torr). El trabajar a presiones tan bajas evita que los electrones choquen con la atmósfera y además condiciona la preparación de las muestras para que éstas sean conductoras como veremos más adelante.

Componentes:

Puesto que en el microscopio electrónico la luz se sustituye por un haz de electrones, es preciso sustituir las lentes por electroimanes y las muestras se hacen conductoras metalizando su superficie. El dispositivo utilizado para iluminar la muestra con el haz de electrones es un cañón.

El equipo lleva acoplado un sistema computerizado de análisis de la energía de los rayos X dispersados INCA 300 X-Sight de Oxford Instruments con resolución de 133 eV a 5.9 KeV.

El conjunto dispone de un sistema de refrigeración por agua para las lentes magnéticas.

El detector es el componente más importante. Se encarga de medir la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, siendo capaz de mostrar figuras en tres dimensiones proyectadas en una imagen de TV. Permite una aproximación profunda al mundo atómico. El equipo está compuesto por tres detectores:

- ✓ Secondary Electron Image: el SEI es un detector de electrones secundarios que obtiene imágenes de alta resolución permitiendo observar la morfología y relieve de las superficies las muestras. Los electrones secundarios se asocian a una señal de TV.
- ✓ Backscattered Electron Image: el BEI es el detector de electrones retrodispersados. Con él se obtienen imágenes de composición y topografía de la superficie, de esta forma se consigue una menor interferencia de los bordes de la muestra y un mayor contraste compositonal. Además posibilita la realización de microanálisis semicuantitativos por rayos X.
- ✓ Energy Dispersive Spectrometer (EDS): detector de energía dispersiva que permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas. Permite realizar microanálisis químico cualitativo o semicuantitativo. El análisis de la energía de los rayos X dispersados por áreas con tamaños

definidos por el pincel de electrones (2-5 μm en barrido y 2-3 nm en transmisión) permite conocer la composición química de los materiales en observación, para elementos con número atómico superior al del Boro. El microscopio lleva acoplada una sonda de análisis de energías dispersivas de rayos X. Una de las señales que emite la muestra al incidir sobre ella el haz de electrones es la de rayos X. Estos rayos son característicos de cada elemento, por lo que se puede determinar y cuantificar la cantidad de cada elemento que posee la muestra, es decir, su análisis químico.

1. Los controles y monitores.

La mesa de control consta de dos pantallas donde el personal técnico del manejo del SEM visualiza la muestra. Los controles permiten seleccionar un detector u otro y permiten gracias a su capacidad de 300.000 aumentos, llegar hasta una resolución de 3,5nm.

Las distintas imágenes que se pueden observar son:

- ✓ Contraste de composiciones.
- ✓ Contraste topográfico.
- ✓ Contraste cristalográfico.

2. El software.

El software que lleva incorporado el microscopio es el INCA 300 X-Sight Oxford Instruments. Gracias a él es posible disponer de los resultados en distintos formatos. Por un lado están las capturas de imágenes digitalizadas que permiten tratarlas y cuantificarlas por ordenador, así como combinarlas con microanálisis. Y en segundo lugar tenemos la variada presentación de los resultados como por ejemplo en diagramas y tablas.

Funcionamiento Microscopio electrónico de barrido

Como hemos mencionada, el SEM consta principalmente de una columna de detección y una consola electrónica. La primera cuenta con una cámara que está a alto vacío donde se coloca la muestra que se va a analizar. La imagen del microscopio es formada por un haz de electrones dirigido hacia la muestra, dicho haz es generado a partir de un cañón electrónico donde se aceleran por una diferencia de potencial de 1,000 a 30,000 voltios para aprovechar de esta manera el comportamiento ondulatorio de los electrones. Los electrones acelerados por un voltaje pequeño son utilizados para muestras muy sensibles, como podrían ser las muestras biológicas sin preparación adicional, o muestras muy aislantes. Los altos voltajes se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas, y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución.

El cañón tiene como cátodo un filamento de tungsteno que se calienta mediante un sistema de emisión termoiónica a una temperatura que excede los 2,700 K, este filamento emite electrones en abundancia que producen un alto potencial negativo con respecto al ánodo, que son rápidamente acelerados hacia el mismo a través de la columna electrónica.

Los electrones acelerados salen del cañón, y son enfocados por lentes condensadoras, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz de electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

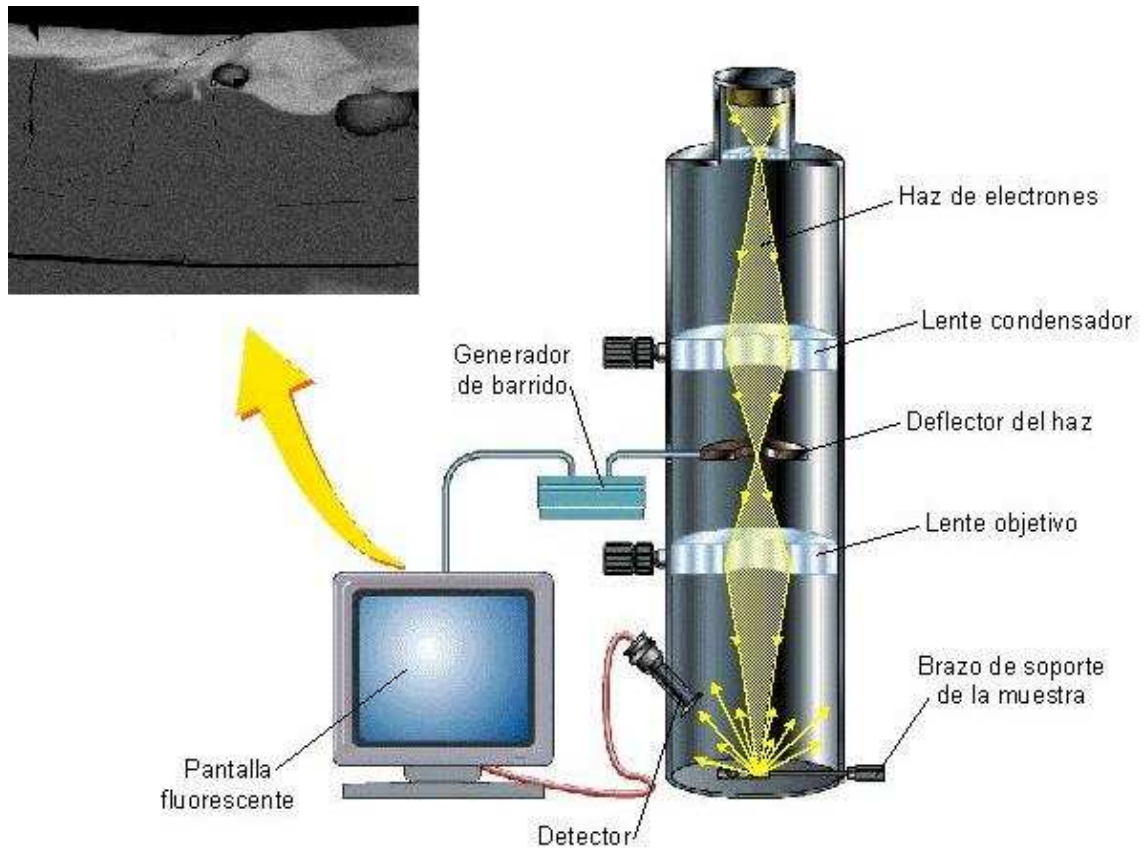


Figura 2. Esquema del SEM.

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz y los átomos de la muestra. Cualquier radiación desde la muestra puede ser usada para proporcionar una señal y cada una de éstas es el resultado de alguna interacción entre los electrones incidentes y la muestra, proporcionando diferente información.

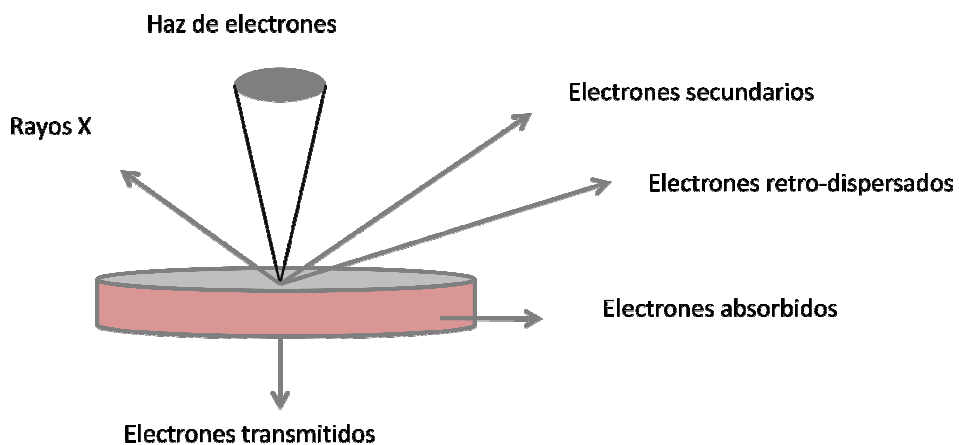


Figura 3. Electrones estudios en el SEM.

De todas las formas de radiación resultantes de la interacción del haz incidente y la muestra hay dos realmente fundamentales en el microscopio de barrido: los electrones secundarios y los electrones retrodispersados. Los primeros son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. Son los responsables de las imágenes con apariencia tridimensional de las muestras. Los electrones retrodispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interaccionado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. La intensidad de emisión de los electrones retrodispersados depende del número atómico medio de los átomos de la muestra, así los átomos más pesados producen mayor cantidad de electrones retrodispersados. Una imagen originada por los electrones retrodispersados revela diferencias en la composición química por diferencias de contraste.

La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra.

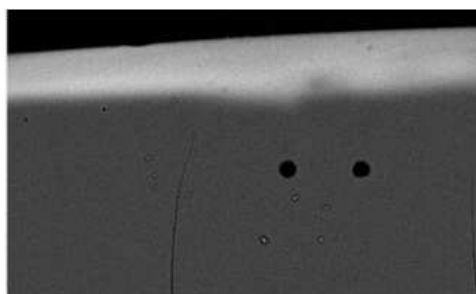


Figura 4. Imagen proporcionada por los electrones dispersados donde se aprecia el distinto color de la muestra indicando una distinta composición.

El espectro de rayos X emitido por la muestra en el proceso puede ser utilizado para hacer un microanálisis químico semicuantitativo mediante espectrometría de dispersión de longitudes de onda. Los electrones incidentes excitan los átomos de la muestra y provocan la emisión de rayos X cuya longitud de onda es característica de los elementos presentes en la muestra y cuya intensidad para una determinada longitud de onda es proporcional a la concentración relativa del elemento a esa longitud de onda.

La señal emitida por los electrones y radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. Las variaciones en la intensidad de la señal que se producen conforme la sonda barre la superficie de la muestra, se utilizan para variar la intensidad de la señal en un tubo de rayos catódicos que se desplaza en sincronía con la sonda. De esta forma existe una relación directa entre la posición del haz de electrones y la fluorescencia producida en el tubo de rayos catódicos. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra.

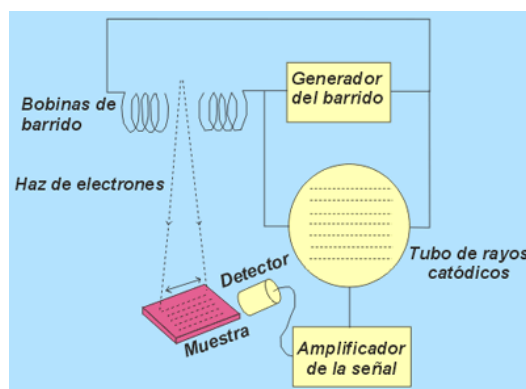


Figura 5. Diagrama de funcionamiento.

Muestras

Al trabajar en modo de alto vacío, existe el inconveniente de que las muestras deben ser conductoras para evitar que los electrones queden atrapados en la muestra apantallando posteriores barridos.

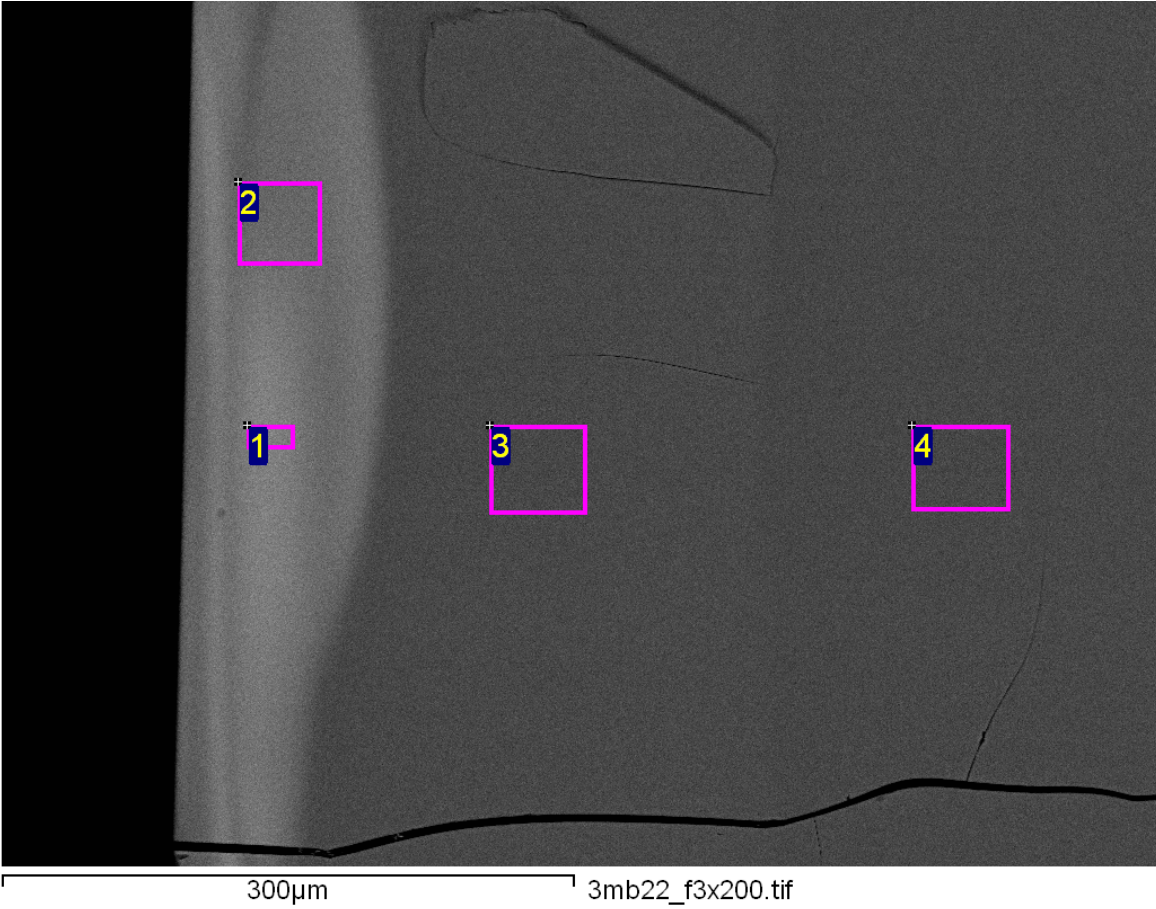
Para que la muestra adquiera características conductoras y se obtenga una imagen clara en el SEM, debe ser adherida a una cinta de carbón y fijada a un soporte con pasta de plata (o se encuentran embutidas en resina para observación metalográfica), posteriormente se debe recubrir con un metal, como oro, aluminio, plata o carbón mediante una ionizadora o evaporadora, esto evitará que se carguen con energía estática y se polaricen cuando sea irradiada.

Las muestras, para poder ser introducidas en el SEM deben de tener un tamaño máximo de 32mm.

ANEXO VI: INFORME DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

A continuación se muestran los resultados obtenidos con el microscopio electrónico de barrido.

El informe presenta los resultados tal y como el software del equipo los muestra.



Too many elements to fit on page (8 max.) Please consider using the copy to clipboard function.

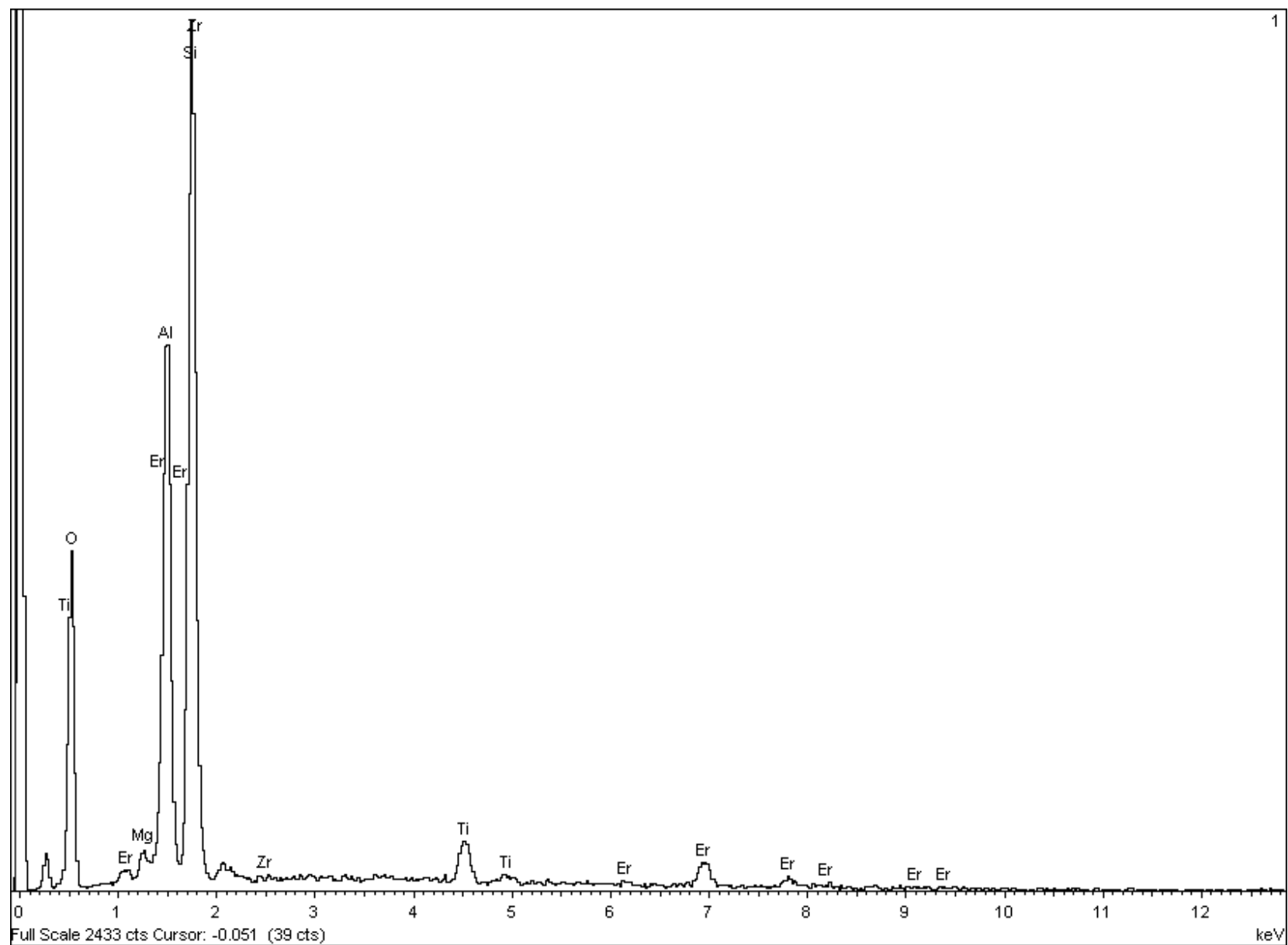
Project: C. Castro 5_08_09
Owner: EBSD
Site: Site of Interest 3

Sample: Muestra con un porcentaje catiónico teórico de 3,318% Er³⁺.
Type: Default
ID:

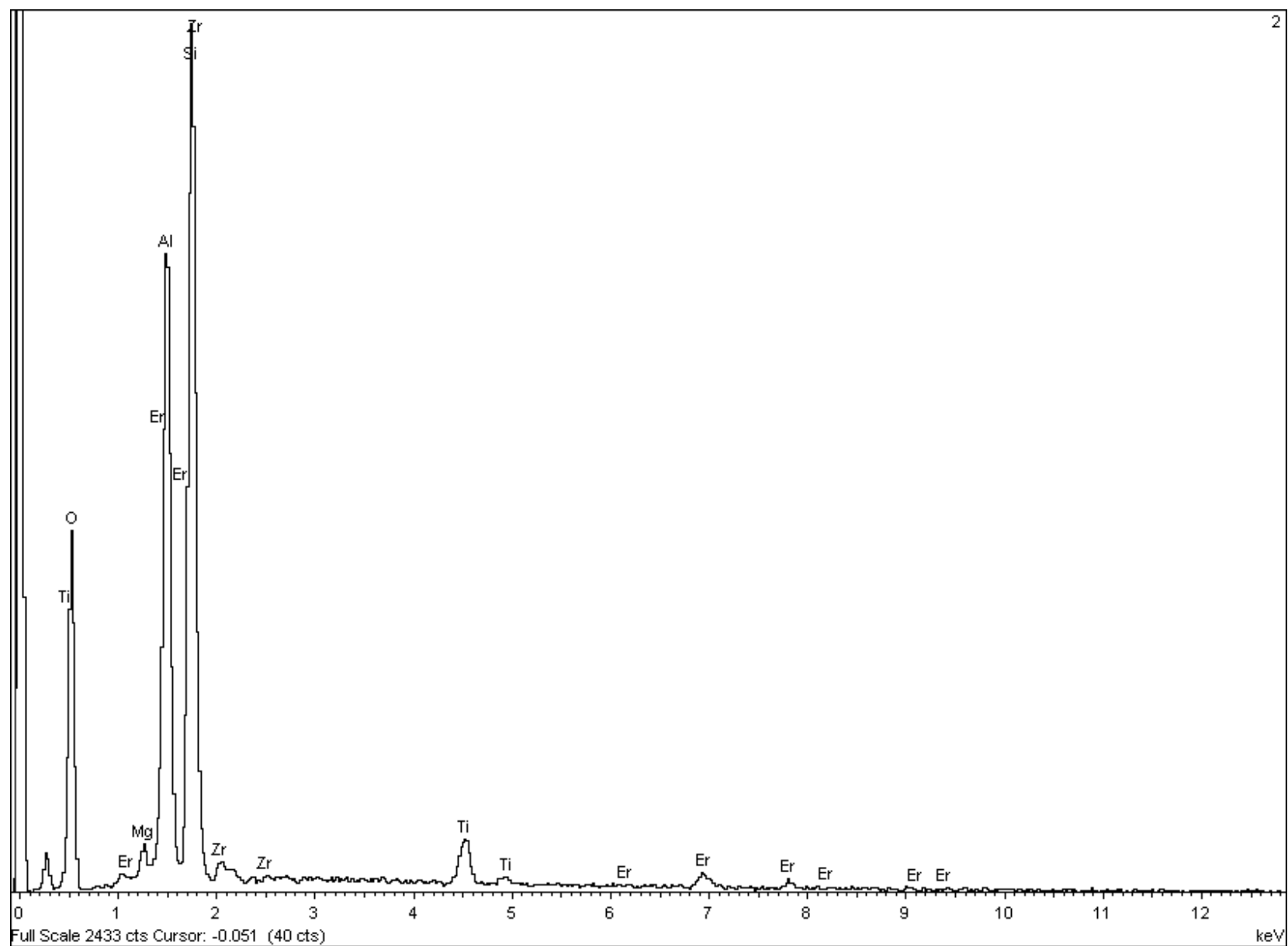
Processing option : All elements analysed

All results in atomic%

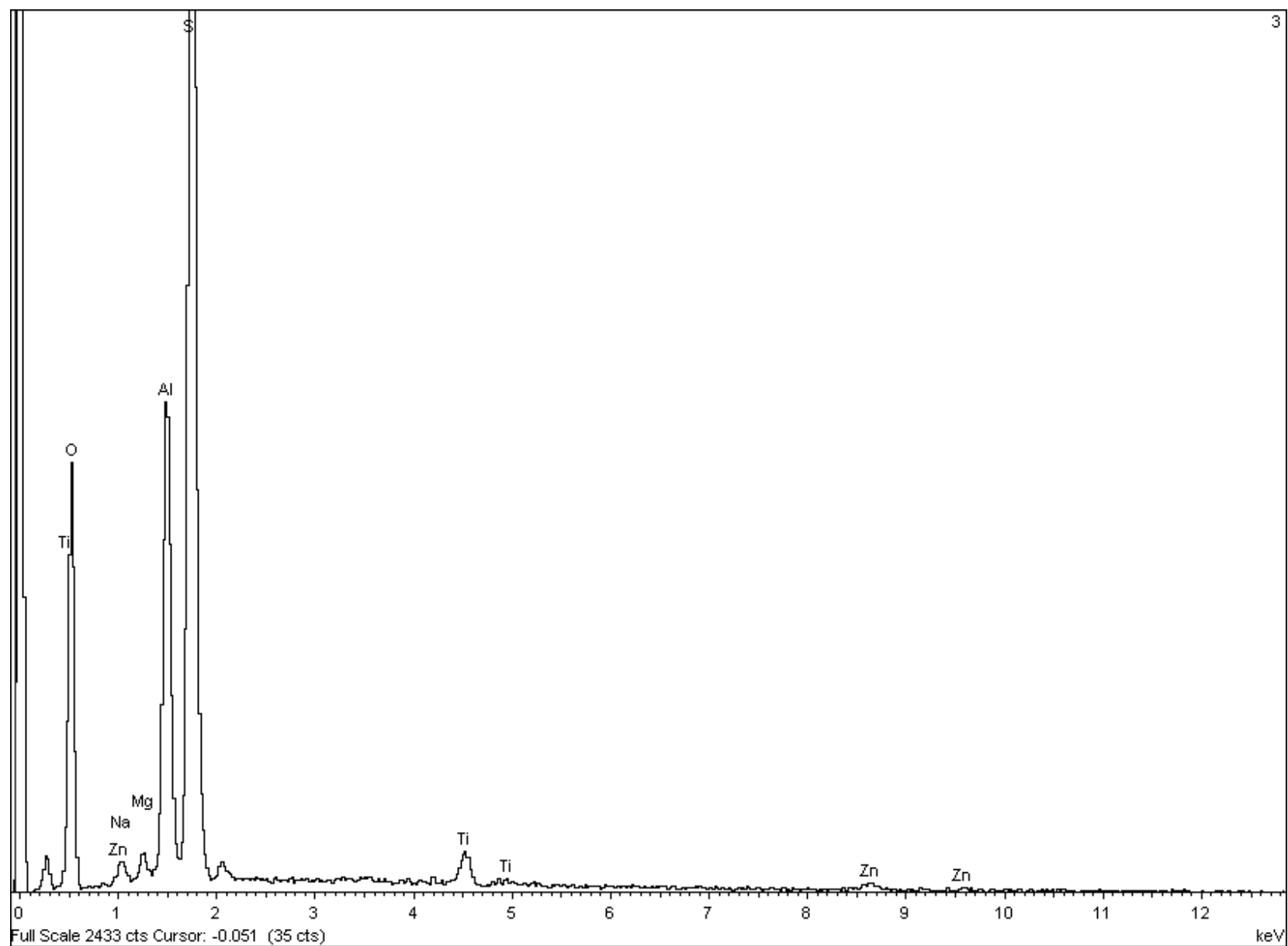
Spectrum In stats.	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Er
1	Yes	59.00		0.66	13.36	23.87	1.41	0.43	1.26
2	Yes	59.91		0.79	14.03	22.62	1.43	0.51	0.71
3	Yes	60.60	0.38	0.62	8.75	28.25	0.89	0.52	
4	Yes	60.51	0.39	0.55	8.93	28.29	0.72	0.61	
Max.		60.60	0.39	0.79	14.03	28.29	1.43	0.61	1.26
Min.		59.00	0.38	0.55	8.75	22.62	0.72	0.43	0.71



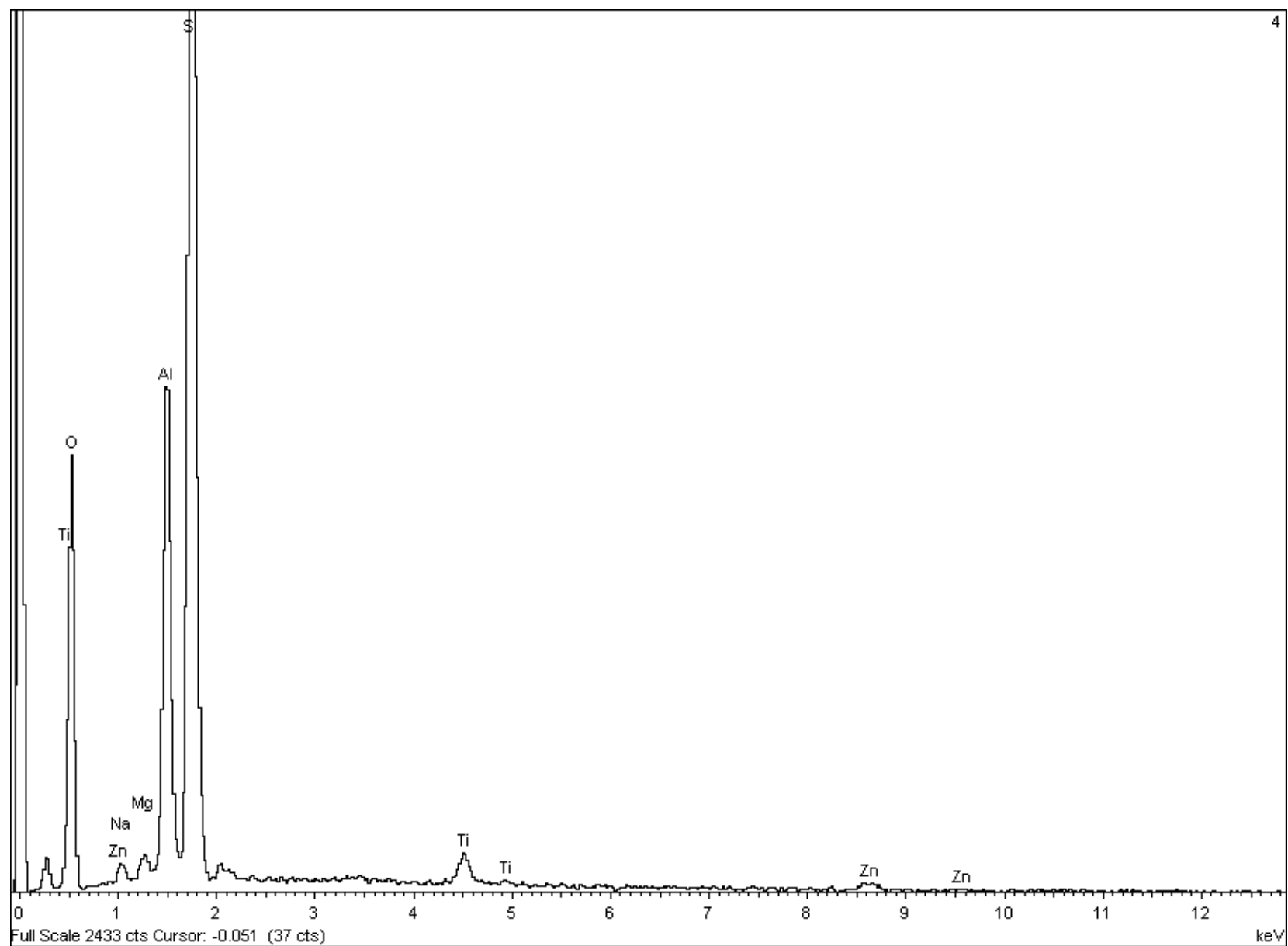
Comment:



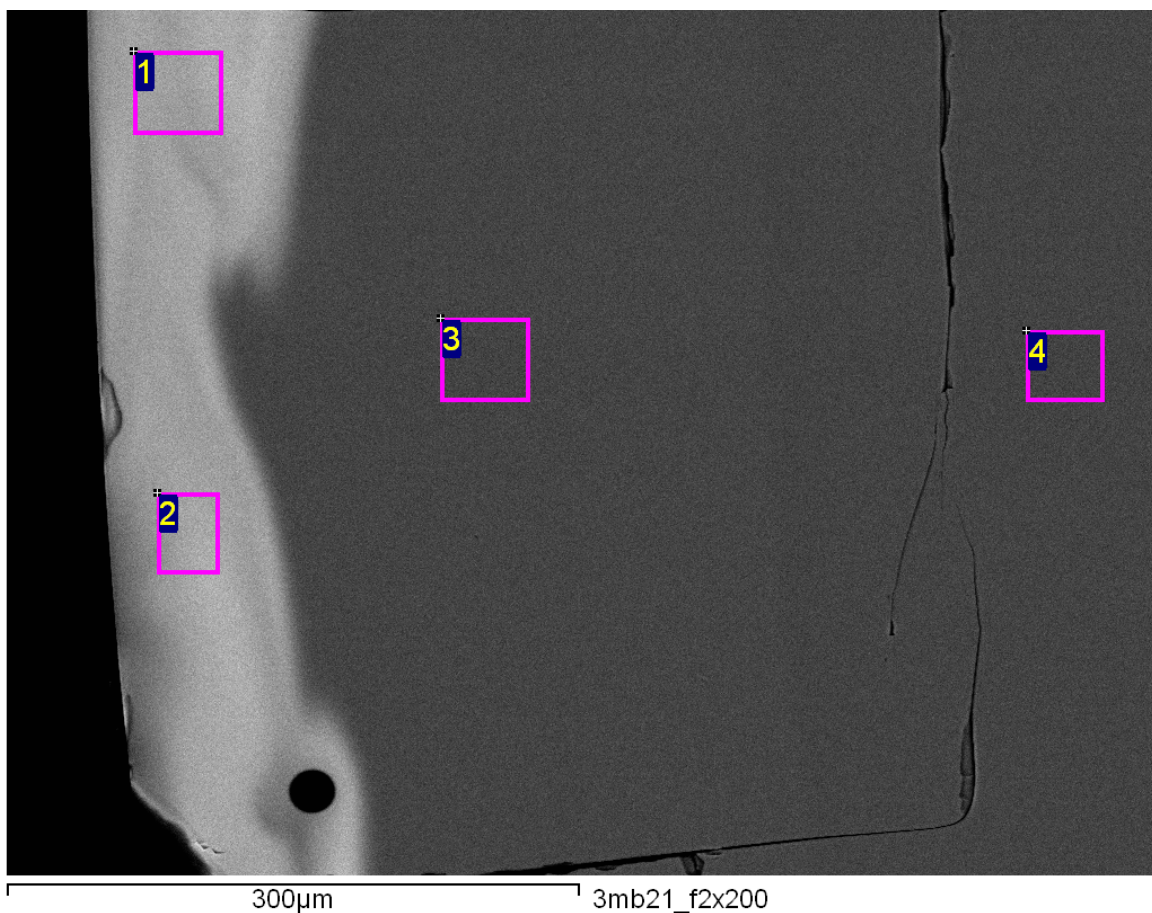
Comment:



Comment:



Comment:



Sample: Muestra con un porcentaje catiónico teórico de 3,318% Er^{3+} .

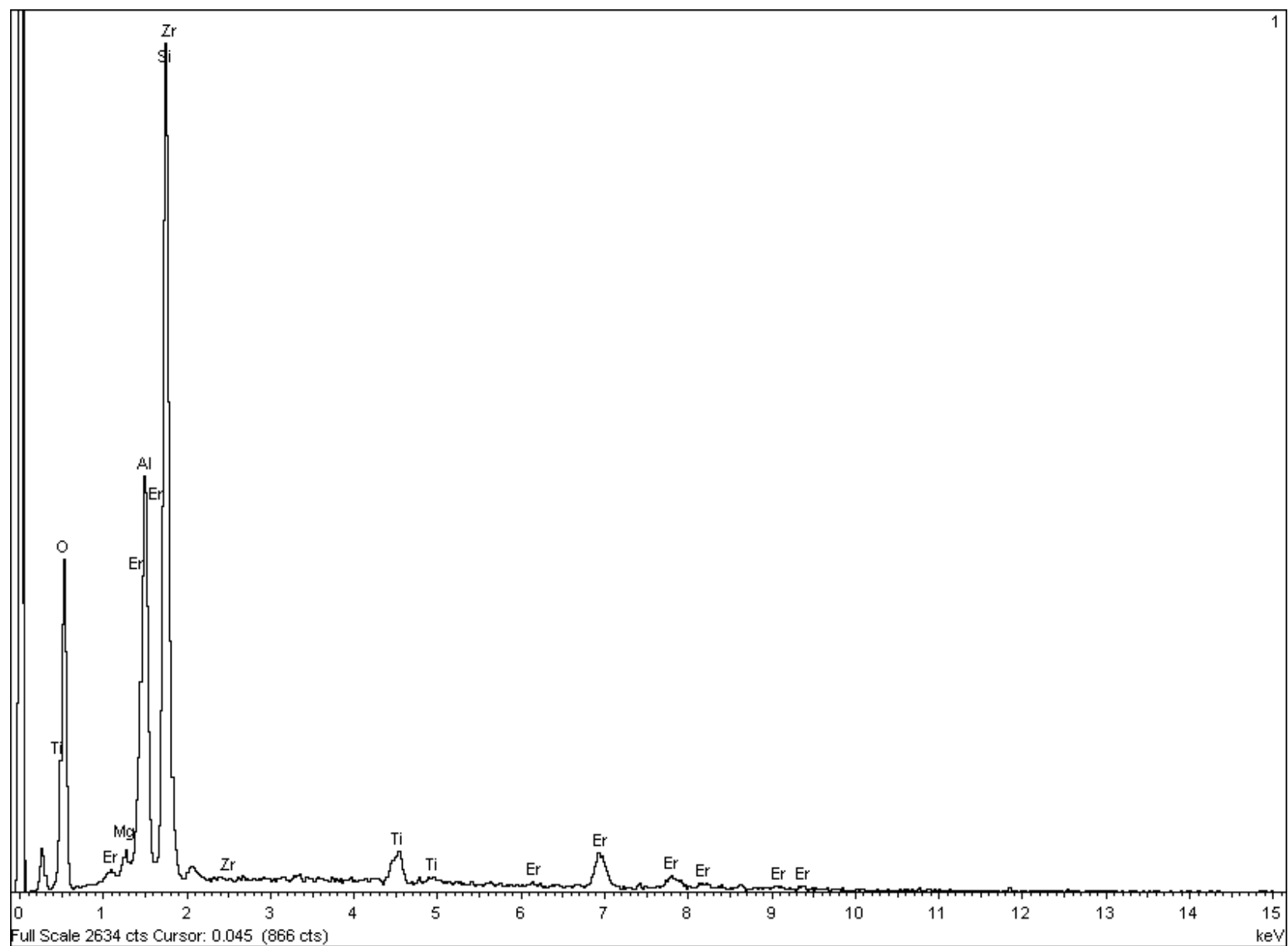
Type: Default

ID:

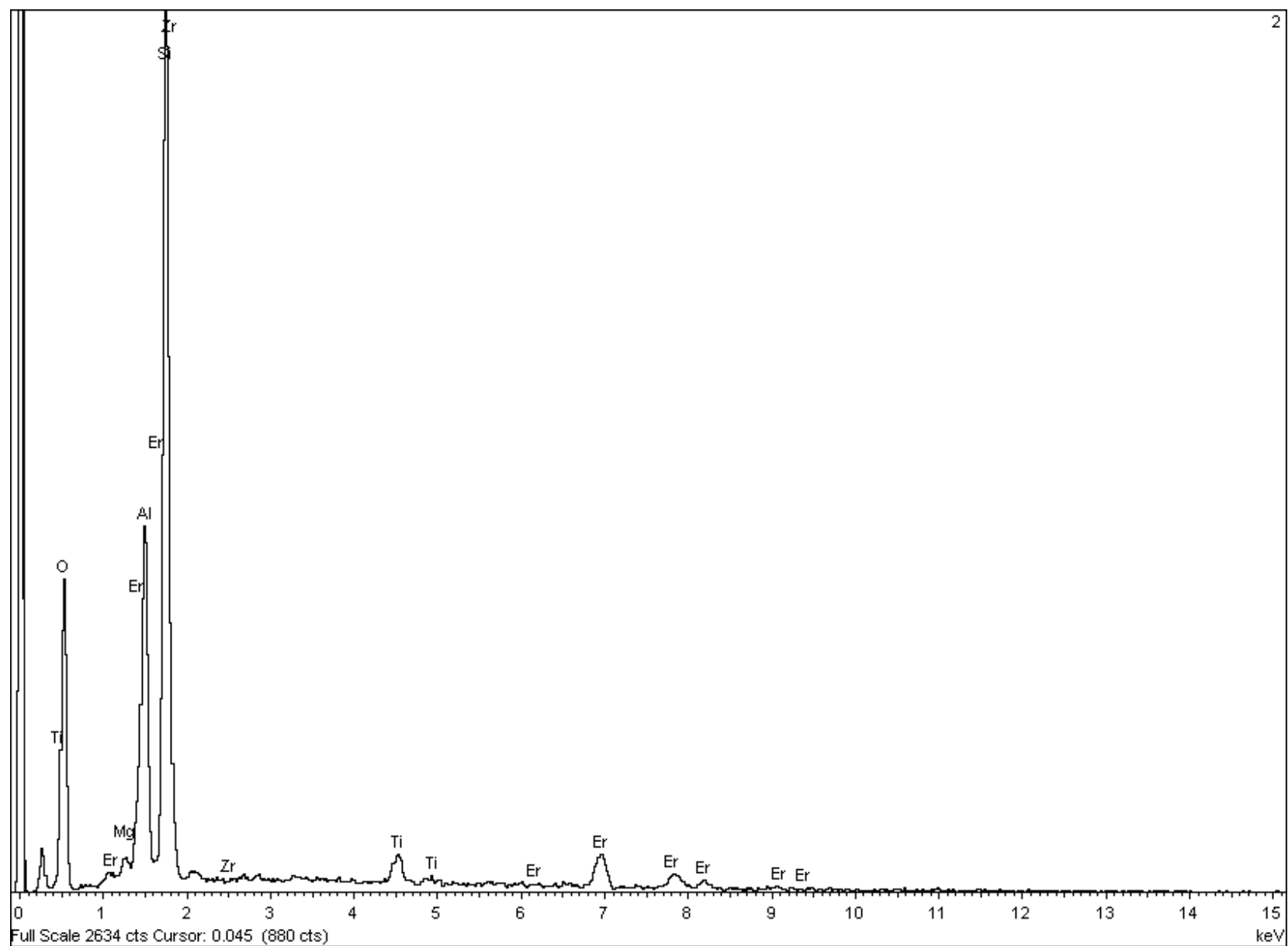
Processing option : All elements analysed

Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Er
1	Yes	60.15	0.58	10.88	25.07	1.06		0.46	1.80
2	Yes	58.72	0.45	9.68	27.91	0.96		0.23	2.03
3	Yes	61.03	0.46	9.02	27.76	0.88	0.61	0.25	
4	Yes	60.93	0.34	9.01	27.89	0.92	0.52	0.40	
Max.		61.03	0.58	10.88	27.91	1.06	0.61	0.46	2.03
Min.		58.72	0.34	9.01	25.07	0.88	0.52	0.23	1.80

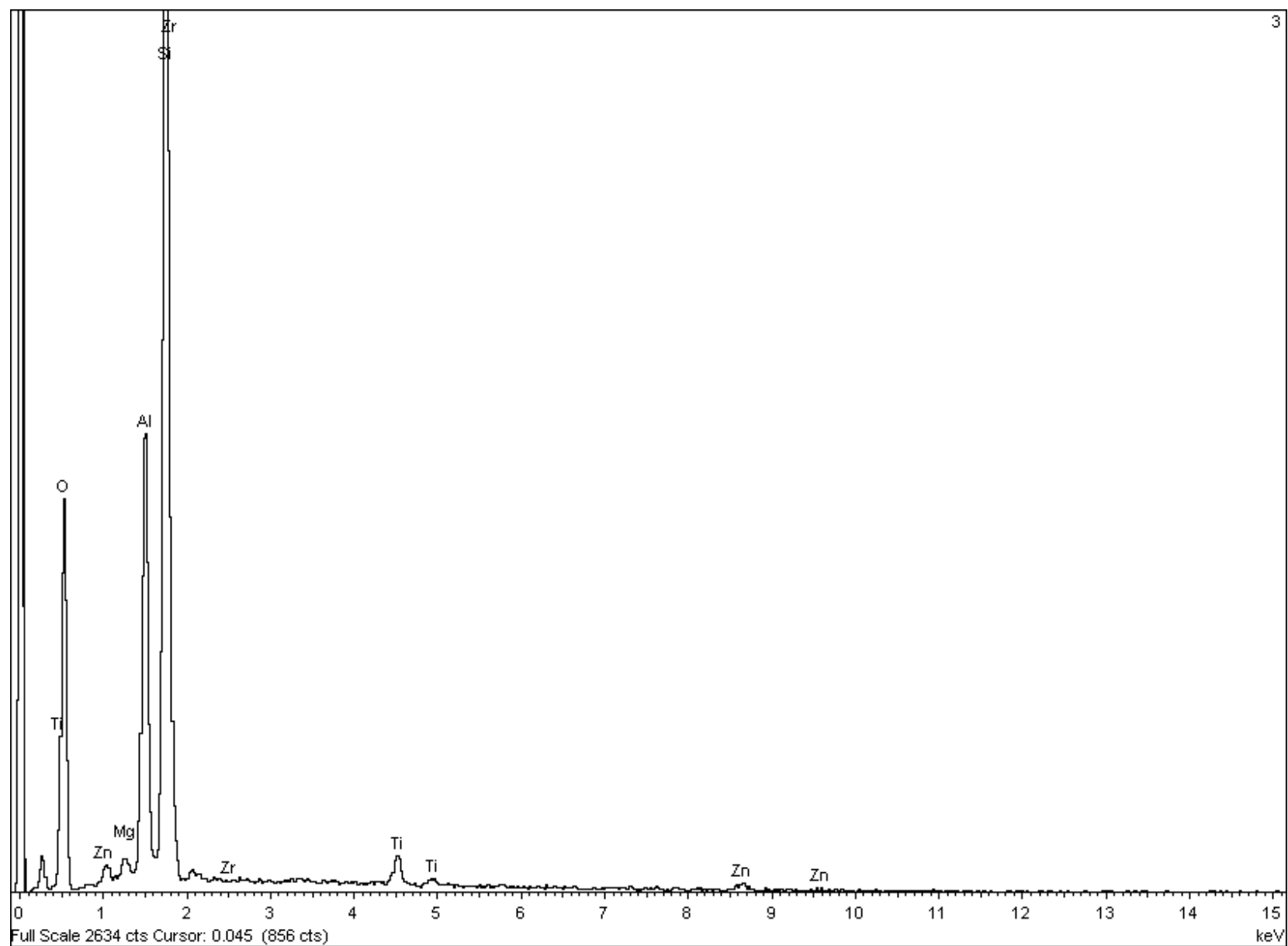
All results in atomic%



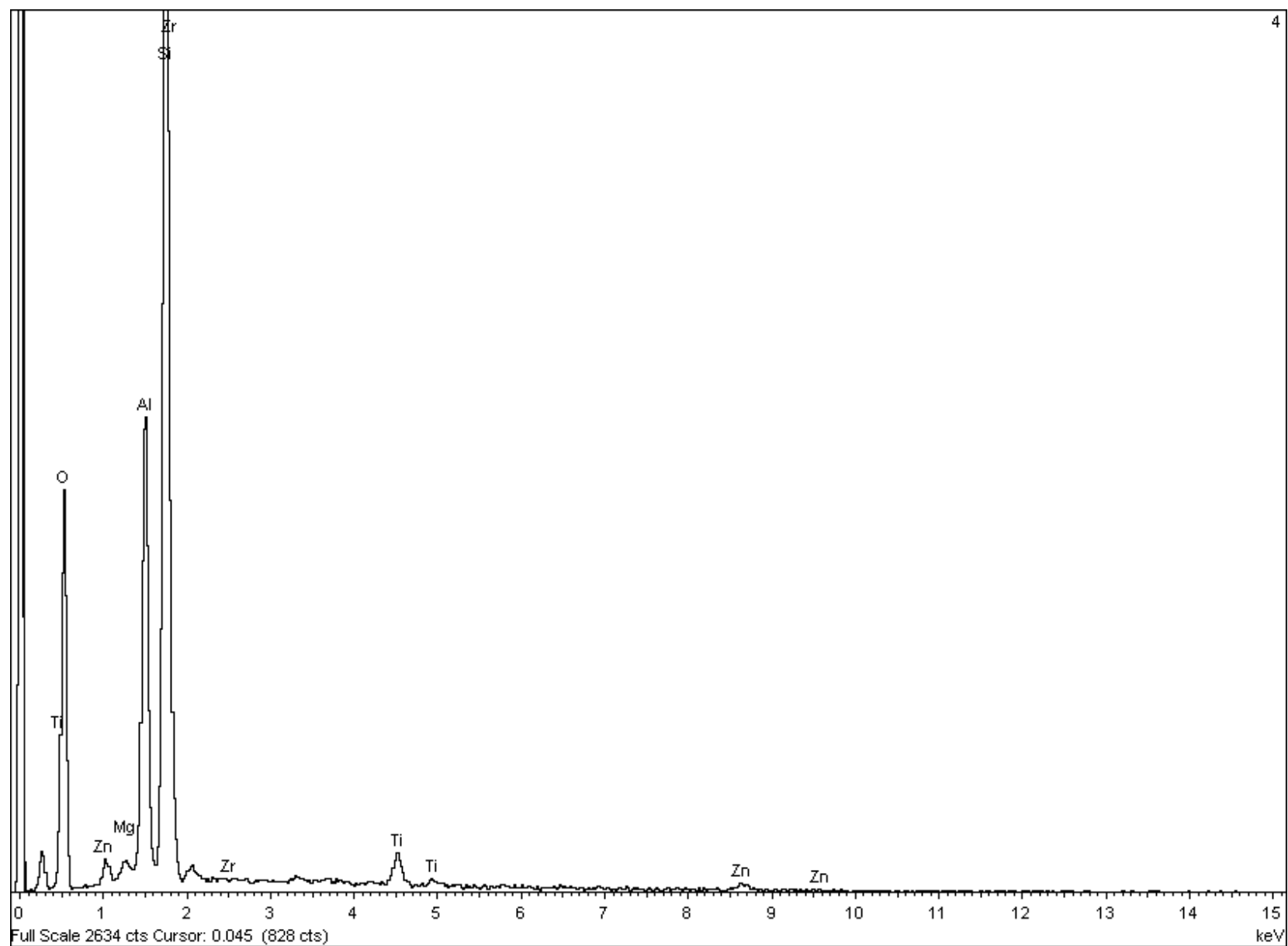
Comment:



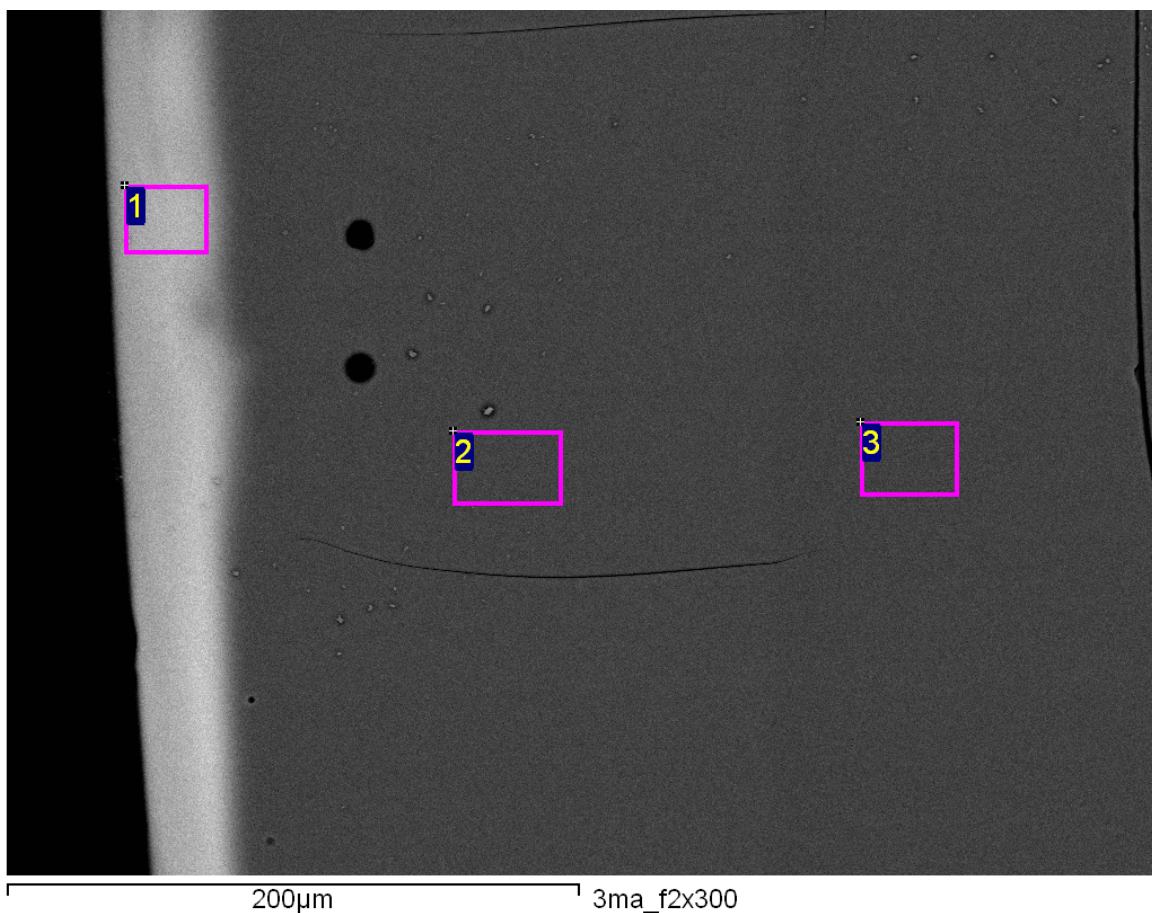
Comment:



Comment:



Comment:



Too many elements to fit on page (8 max.) Please consider using the copy to clipboard function.

Project: C. Castro 5_08_09

Owner: EBSD

Site: Site of Interest 2

Sample: Muestra con un porcentaje catiónico teórico de 3,318% Er^{3+} .

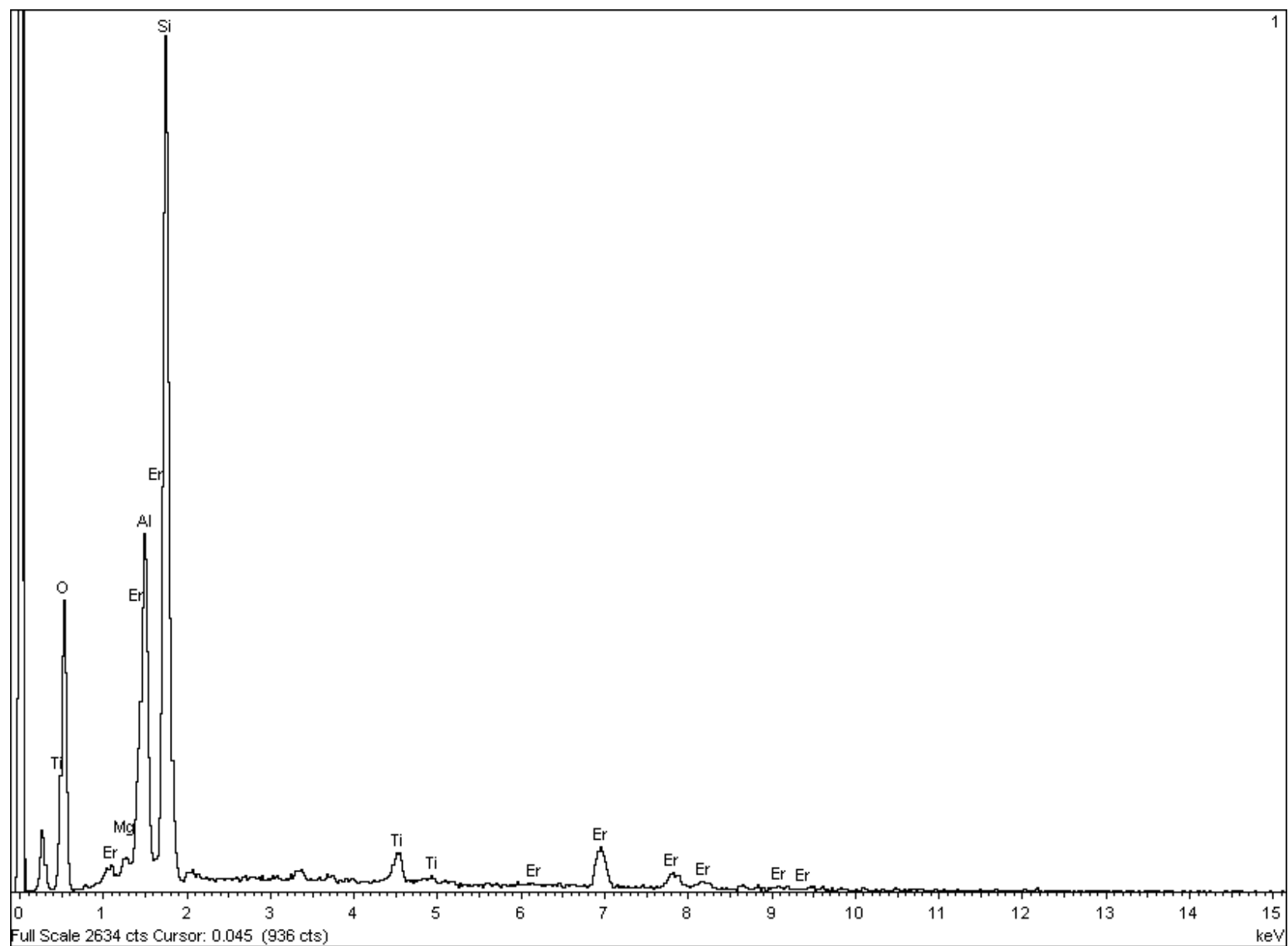
Type: Default

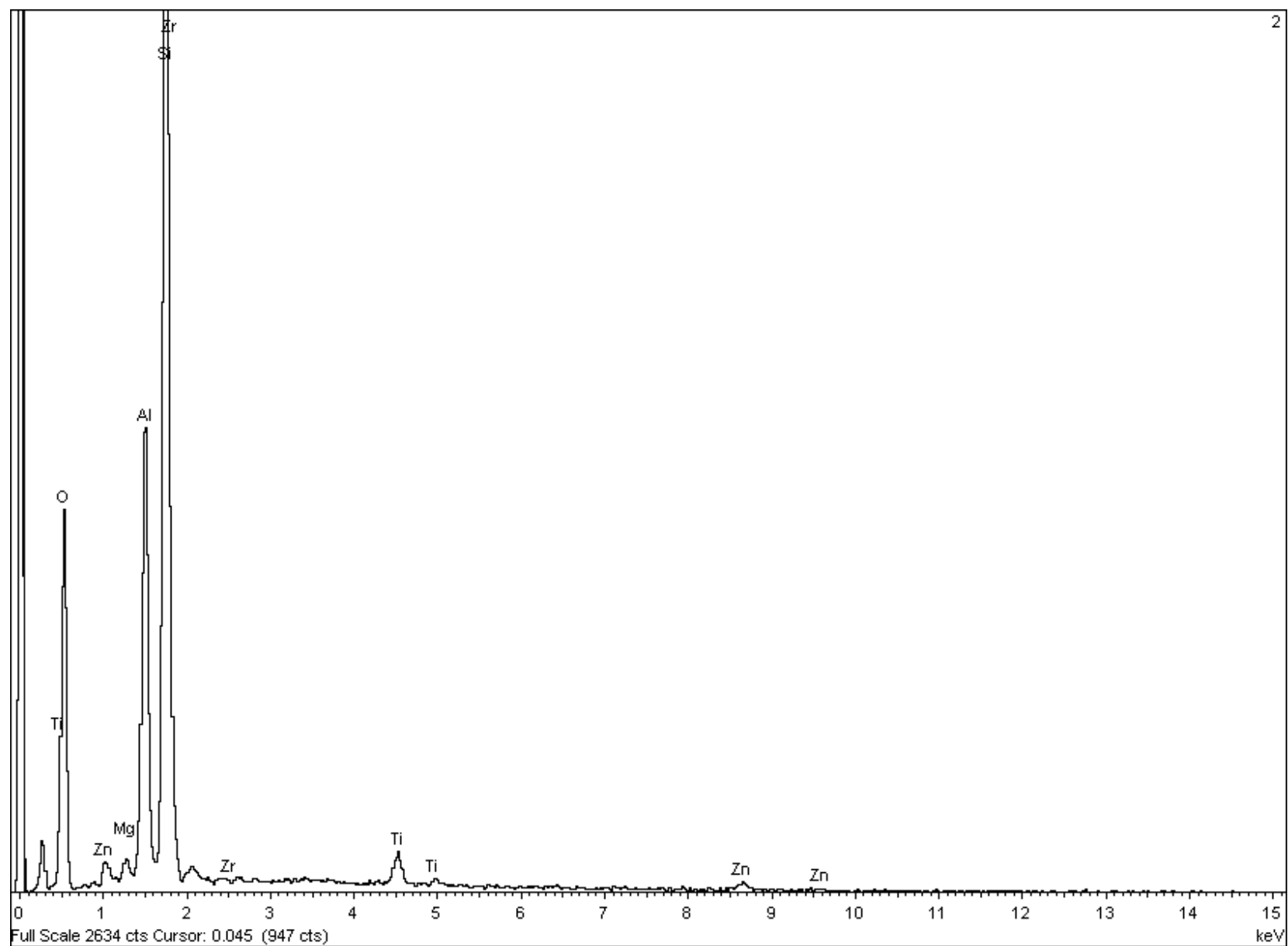
ID:

Processing option : All elements analysed

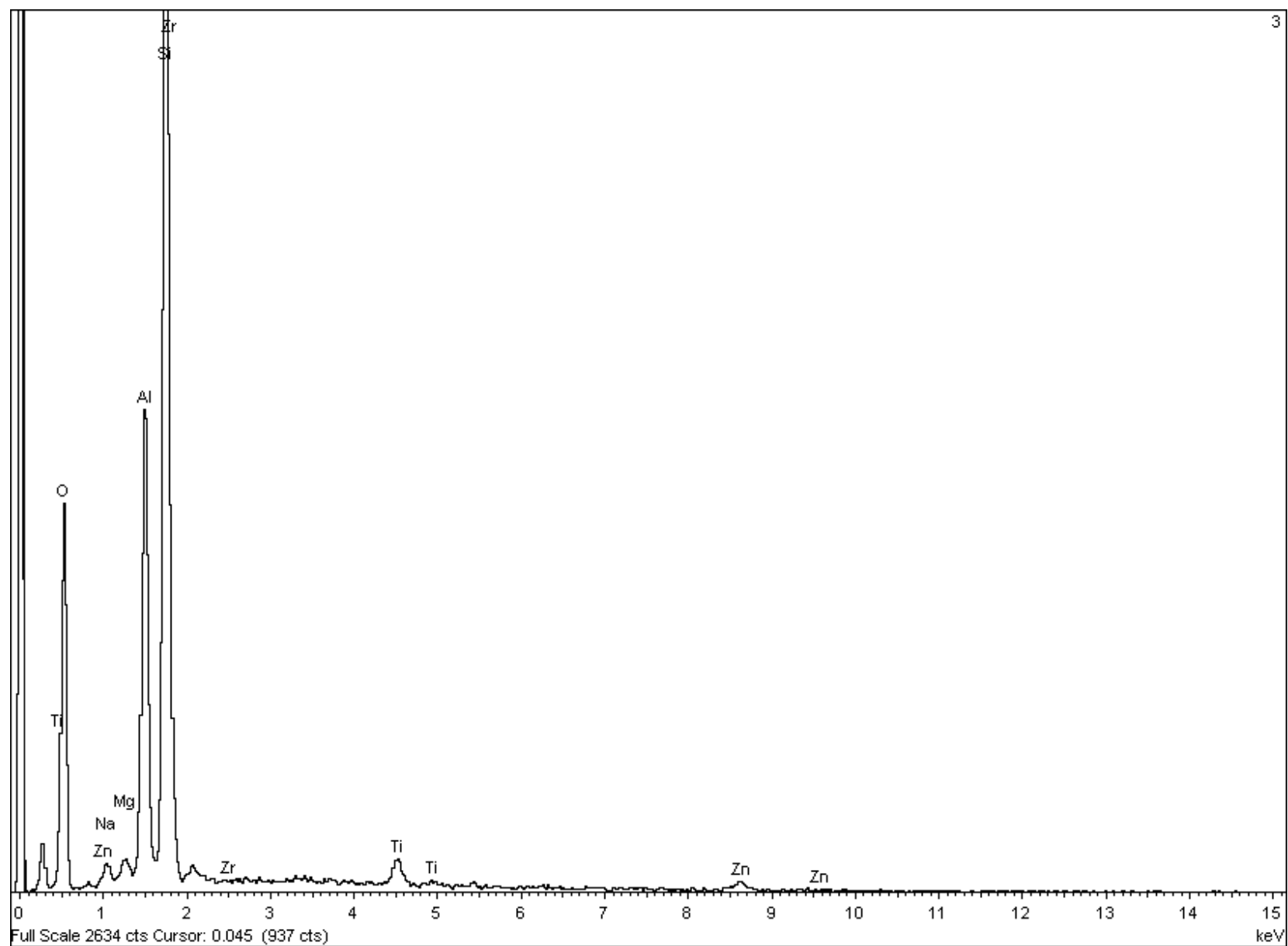
All results in atomic%

Spectrum	In stats.	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Er
1	Yes	57.69		0.55	10.15	27.99	1.10			2.52
2	Yes	60.31		0.56	9.13	28.13	0.89	0.59	0.39	
3	Yes	59.85	0.54	0.47	9.28	28.27	0.74	0.50	0.34	
Max.		60.31	0.54	0.56	10.15	28.27	1.10	0.59	0.39	2.52
Min.		57.69	0.54	0.47	9.13	27.99	0.74	0.50	0.34	2.52

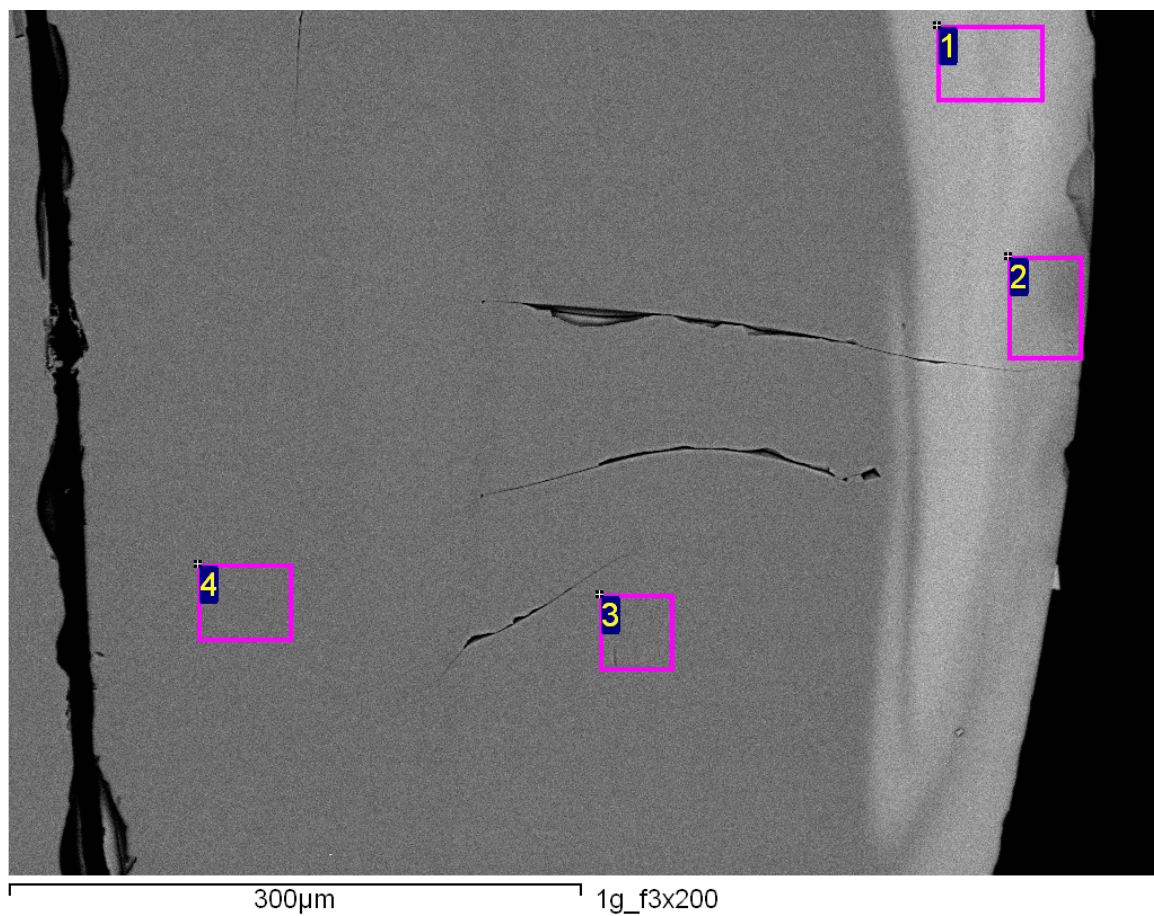




Comment:



Comment:

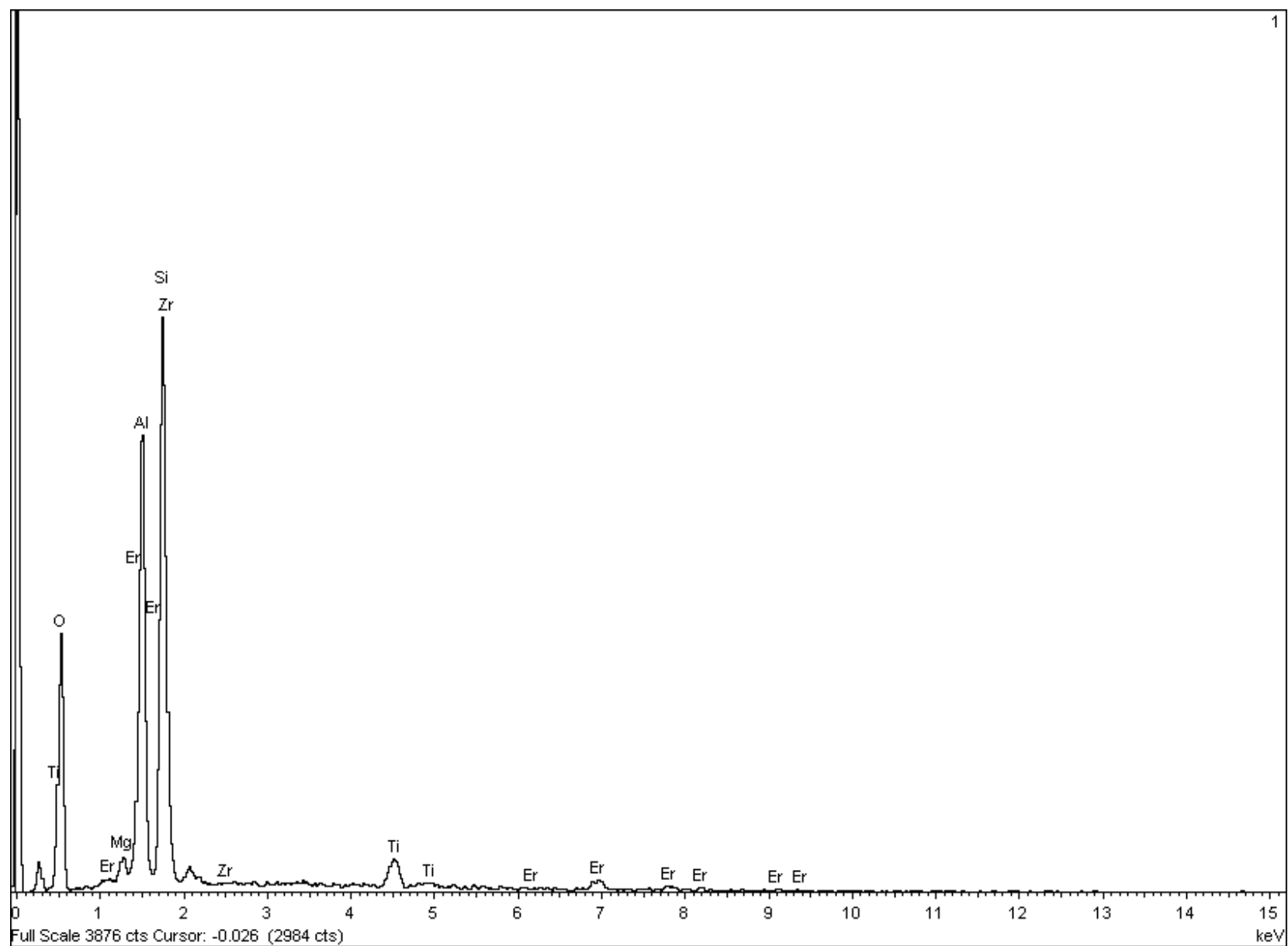


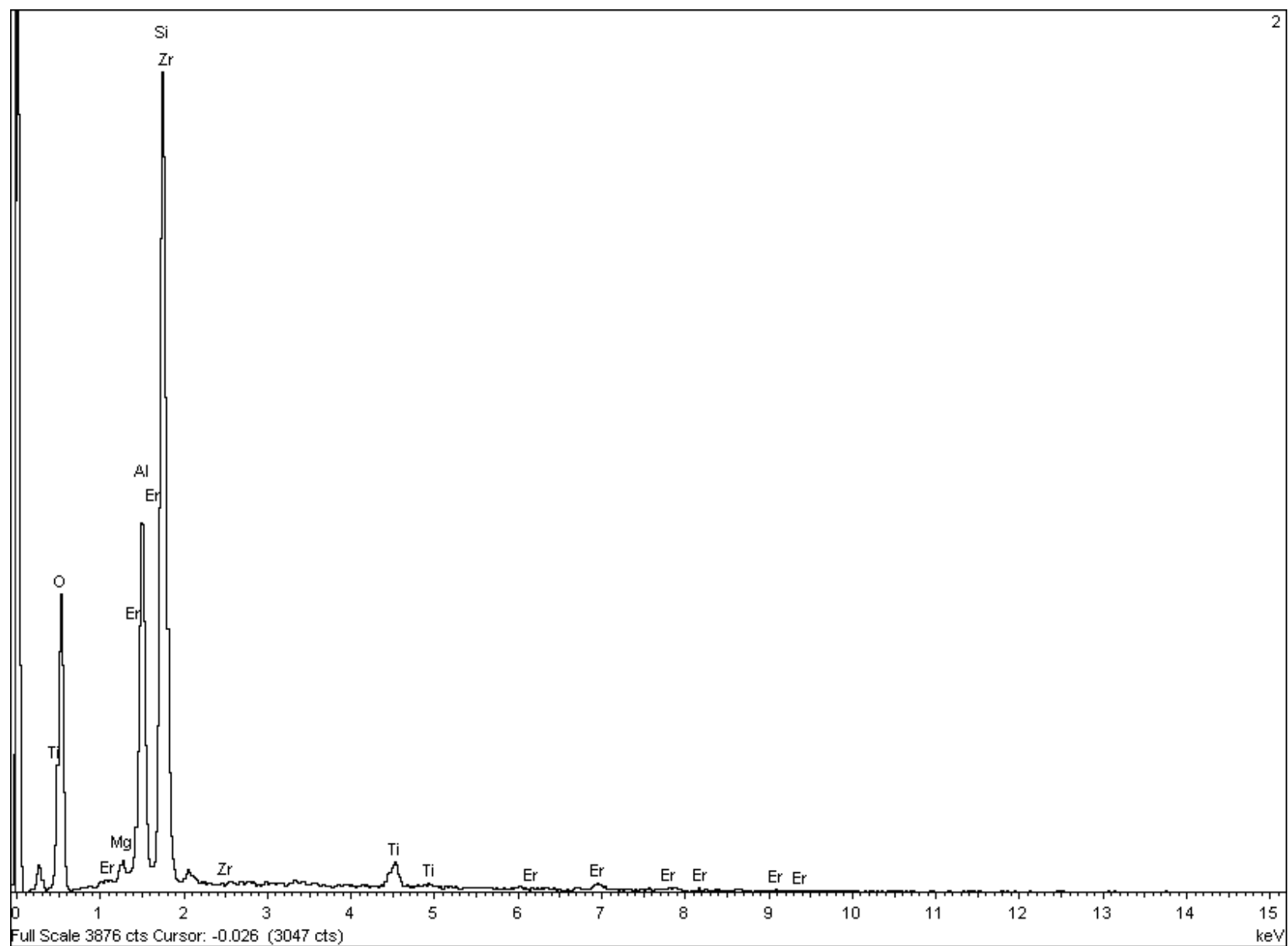
Sample: Muestra con un porcentaje catiónico teórico de 0,995% Er^{3+} .

Processing option : All elements analysed

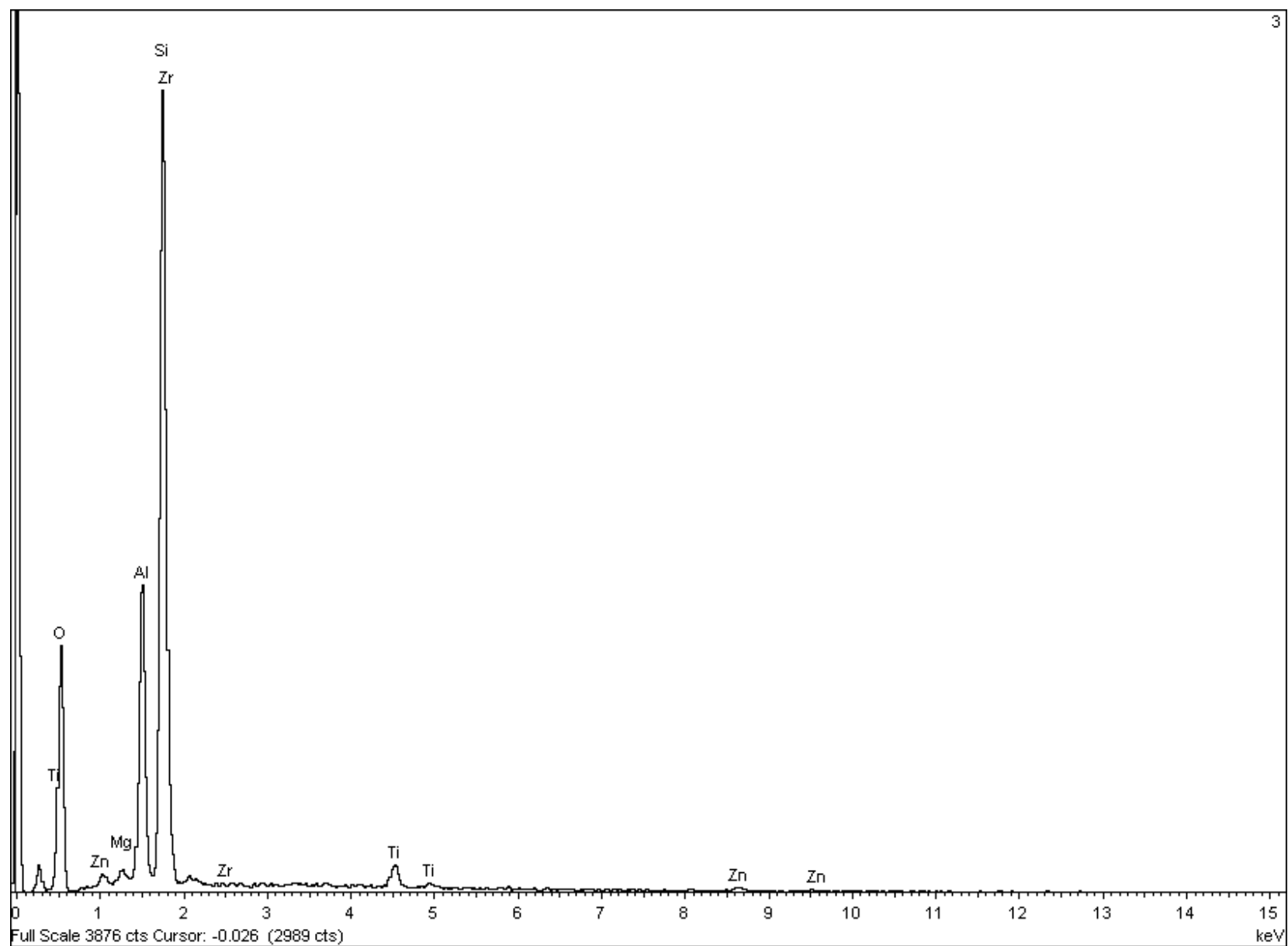
Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Er
1	Yes	60.23	0.86	14.68	21.61	1.24		0.58	0.79
2	Yes	61.89	0.61	10.08	25.72	0.91		0.43	0.37
3	Yes	60.45	0.42	9.24	28.06	1.06	0.51	0.25	
4	Yes	59.85	0.48	9.22	28.58	0.86	0.67	0.34	
Max.		61.89	0.86	14.68	28.58	1.24	0.67	0.58	0.79
Min.		59.85	0.42	9.22	21.61	0.86	0.51	0.25	0.37

All results in atomic%

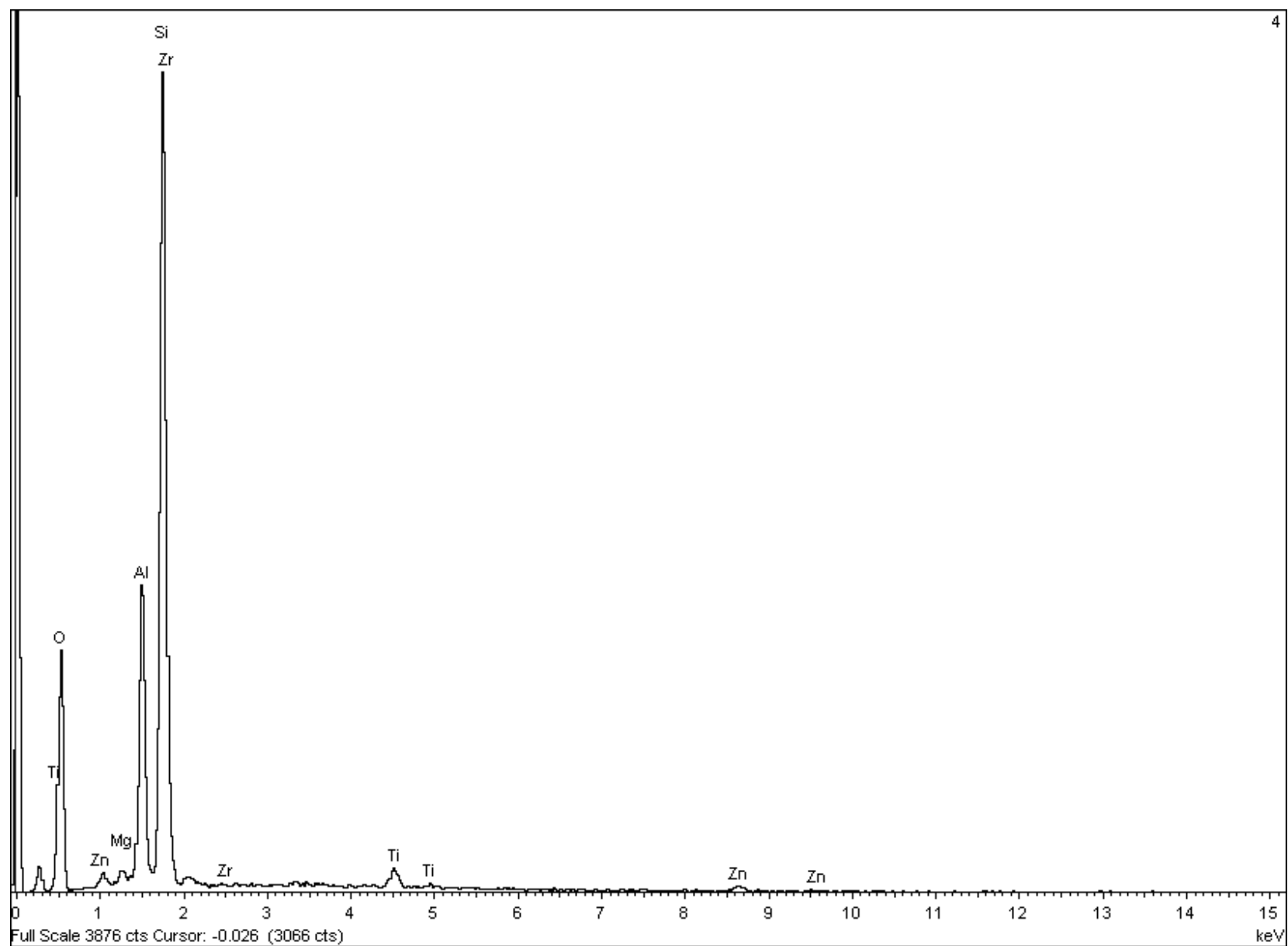




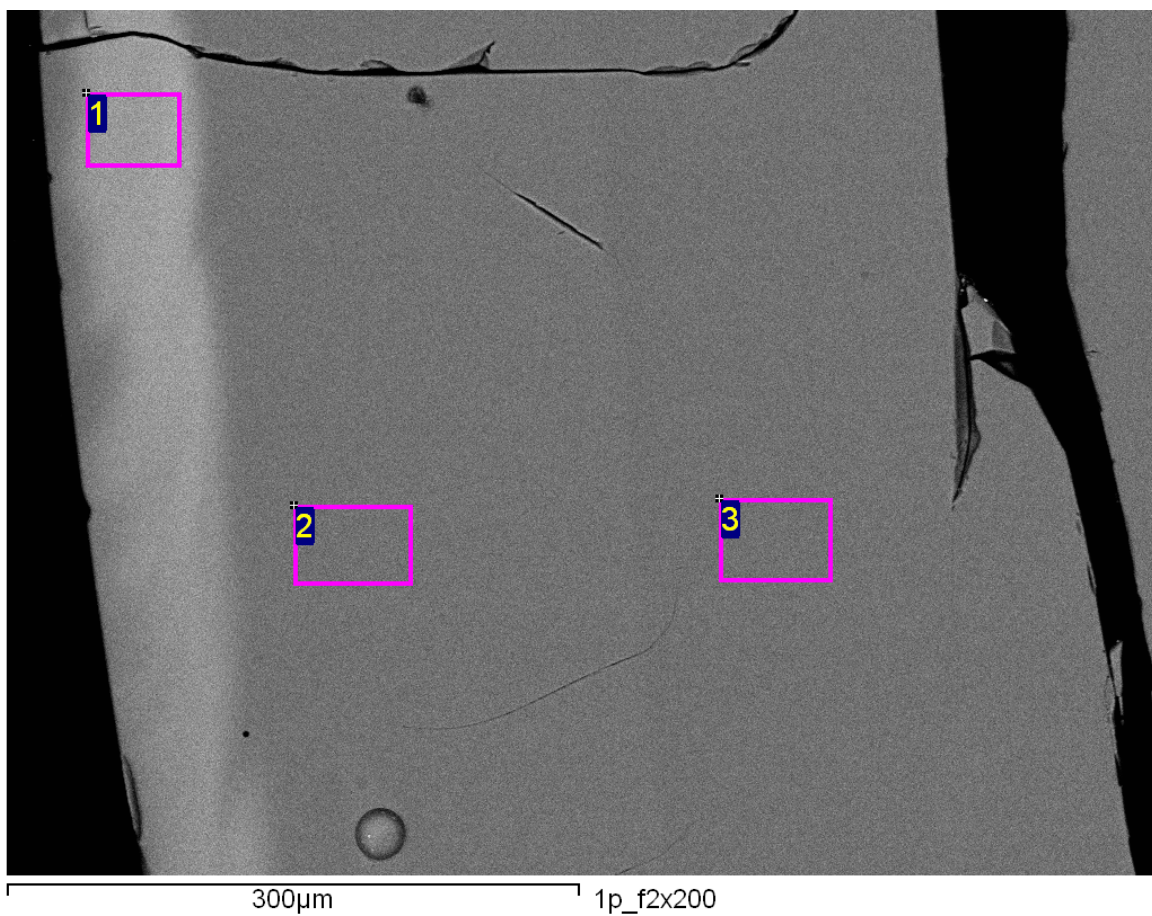
Comment:



Comment:



Comment:



Too many elements to fit on page (8 max.) Please consider using the copy to clipboard function.

Project: C. Castro 5_08_09

Owner: EBSD

Site: Site of Interest 5

Sample: Muestra con un porcentaje catiónico teórico de 0,995% Er^{3+} .

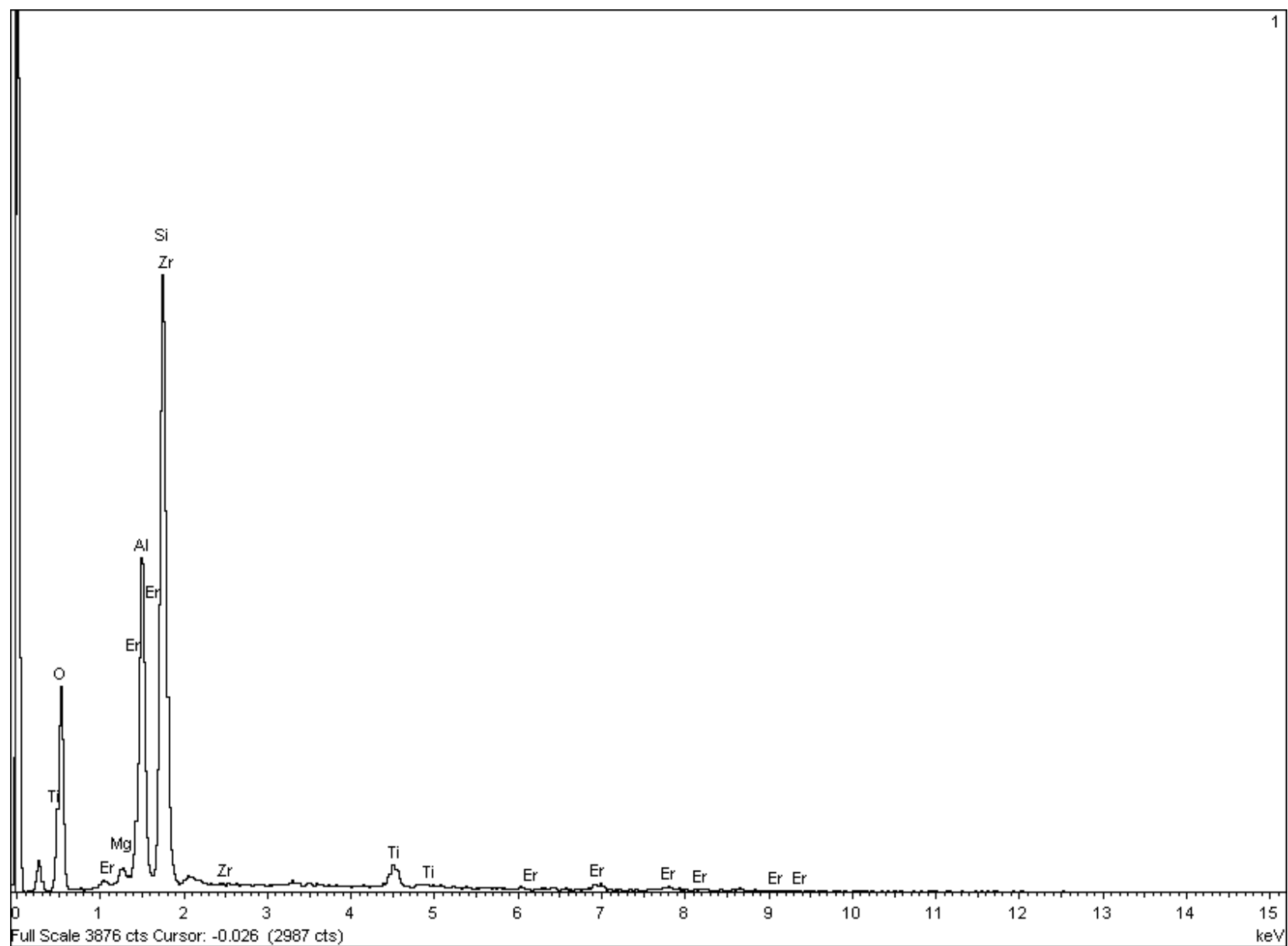
Type: Default

ID:

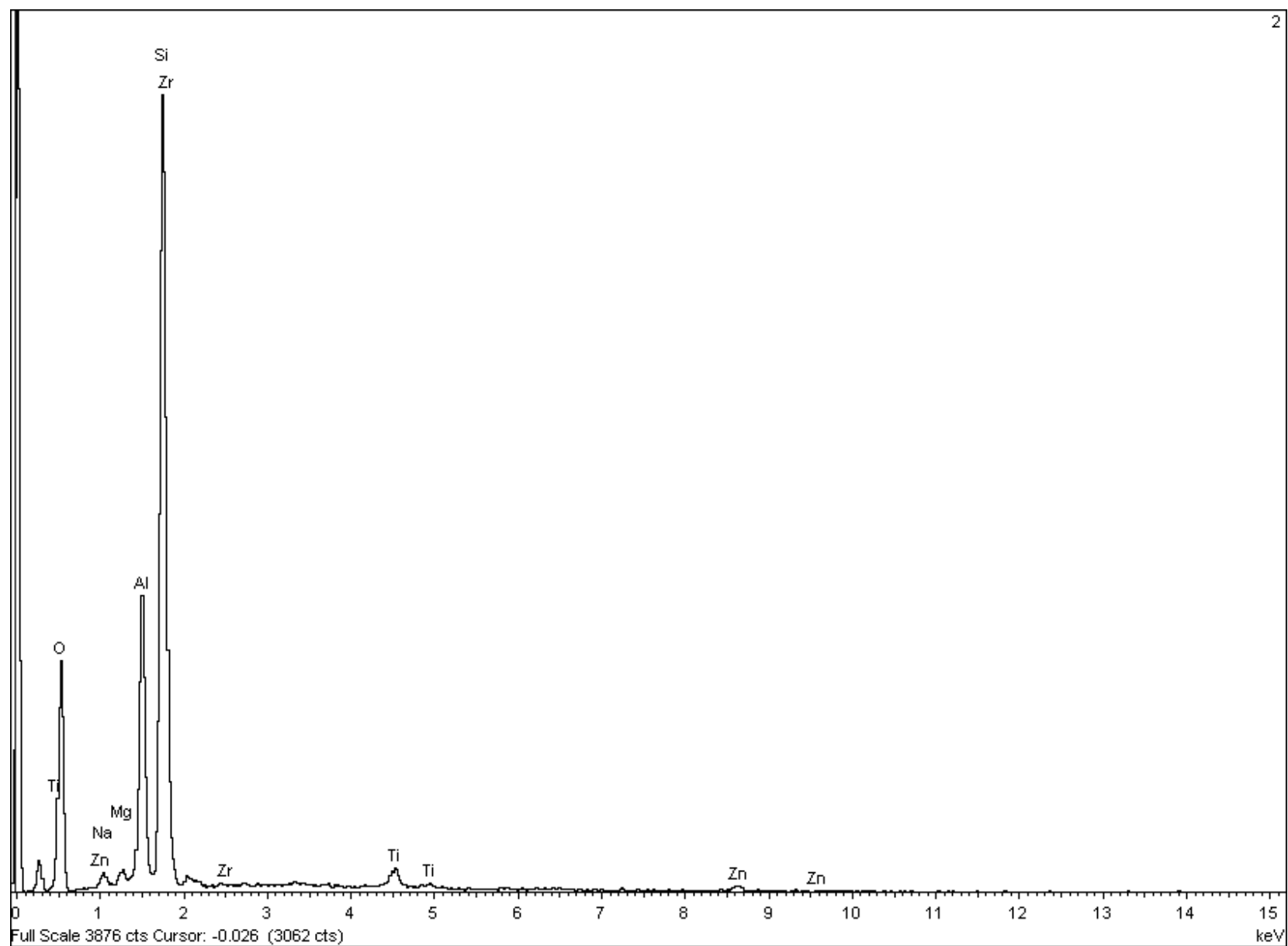
Processing option : All elements analysed

All results in atomic%

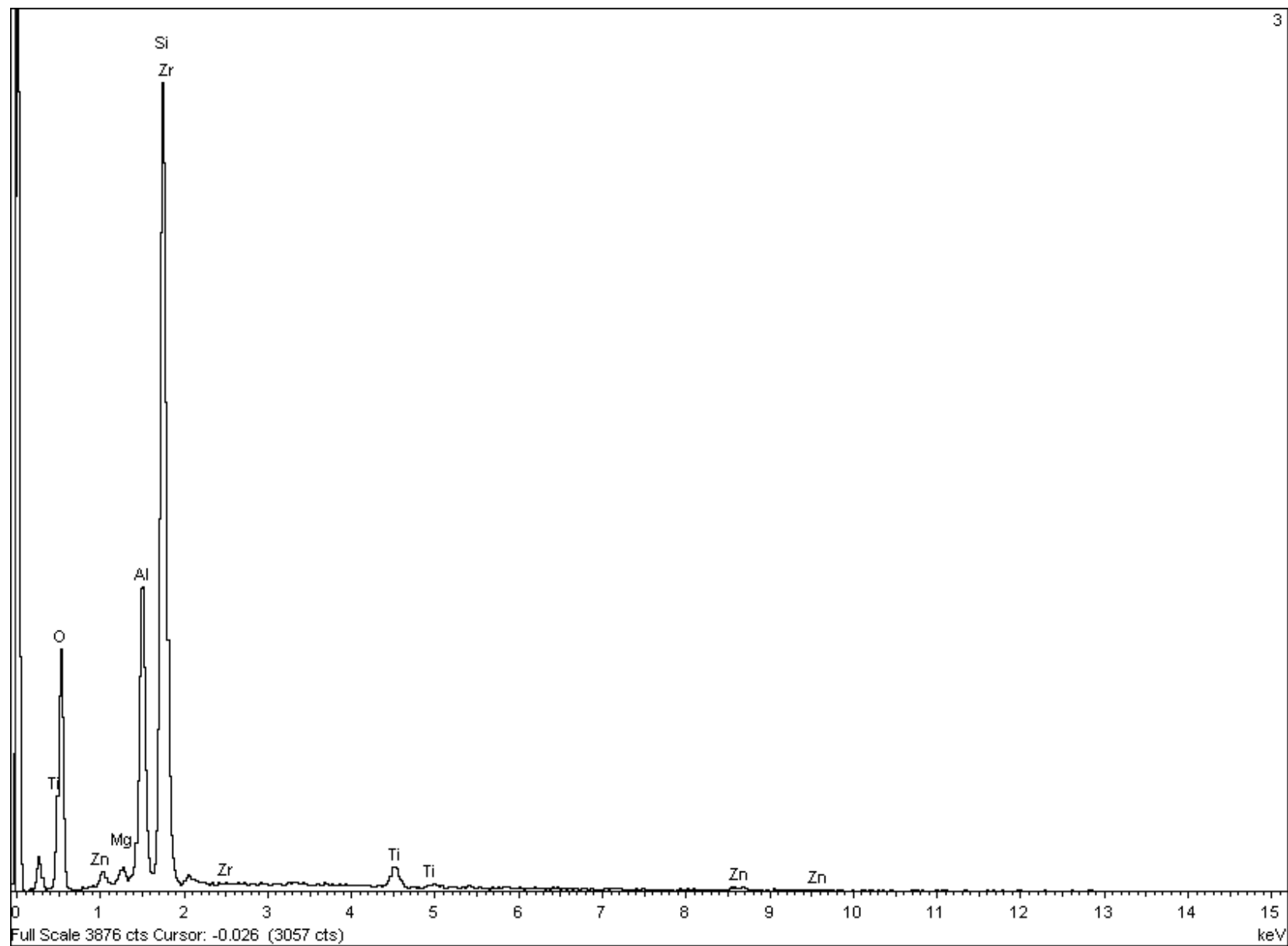
Spectrum	In stats.	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Er
1	Yes	58.52		0.70	12.03	26.78	1.10		0.34	0.53
2	Yes	59.00	0.55	0.54	9.35	28.74	0.83	0.63	0.36	
3	Yes	59.82		0.58	9.20	28.66	0.97	0.40	0.37	
Max.		59.82	0.55	0.70	12.03	28.74	1.10	0.63	0.37	0.53
Min.		58.52	0.55	0.54	9.20	26.78	0.83	0.40	0.34	0.53



Comment:



Comment:



Comment: