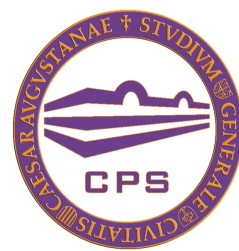




Universidad de Zaragoza  
Centro Politécnico Superior



Proyecto Fin de Carrera:

# ILUMINACIÓN DE PLACA VITROCERÁMICA MEDIANTE LA INSERCIÓN Y ESTIMULACIÓN DE GAS FLUORESCENTE

Departamento de Ciencia y  
Tecnología de Materiales y Fluidos



Autor: Luis Villarreal Calvo

Director: José Ignacio Peña Torre

Mención: Materiales

Diciembre 2010



# **ILUMINACIÓN DE PLACA VITROCERÁMICA MEDIANTE LA INTRODUCCIÓN Y ESTIMULACIÓN DE GAS FLUORESCENTE**

## **RESUMEN**

Debido al limitado número de proveedores de material vitrocerámico para fabricantes de placas de cocina, productos de distintos fabricantes presentan una estética similar. Es prioritario para la empresa expresar una idea de calidad acerca de las características internas, como la electrónica, que hacen destacar al producto; Por esta razón se investiga en su diferenciación estética.

El presente proyecto, dentro de los varios que tratan el tema de la estética, se centra en la iluminación de la placa vitrocerámica de inducción mediante el uso de gas fluorescente.

Primeramente son presentados los conceptos físicos mínimos necesarios para entender el proceso de la iluminación en tubos de descarga, los cuales se desarrollan en el *Anexo A*. Se selecciona un candidato entre los distintos tipos de lámparas de descarga y se describen las necesidades para la iluminación de lámparas de distintos tamaños existentes en el mercado. Tras este planteamiento se fabrica un modelo de pieza a partir del cual se busca información sobre la viabilidad de iluminar pequeños dibujos geométricos escarbados en la placa con gas neón directamente debajo.

La primera fase a optimizar para generar esta pieza es el escarbado del material vitrocerámico. Se analizan diversas tecnologías comparando tiempo, coste y calidad.

Se investigan dos tipos de láser disponibles; En el láser Nd:YAG se caracteriza la colocación de la muestra a la distancia focal correcta. En el láser Nd:YVO4 se optimizan los parámetros de escarbado (frecuencia, velocidad, distancia focal) realizando e interpretando matrices cuyos componentes son marcas láser con características individuales. En ambos láser se estudia y corrige la pérdida de eficiencia conforme aumenta la profundidad escarbada. Para la medición de profundidades escarbadas se utiliza un microscopio confocal y se analizan los datos de los perfiles de medida con el programa PLμ.

En una empresa de corte con agua se consultan las posibilidades de aplicación de esta tecnología al vidrio cerámico. La última tecnología examinada para el escarbado es el mecanizado con broca cubierta de diamante.

La segunda fase consiste en encontrar un producto que permita cerrar la placa escarbada con una segunda placa, este material debe presentar buenas características mecánicas y mantener gas a baja presión en su interior. Se analiza la unión con el uso de fundente comercial para materiales cerámicos, óxido de boro y resina epoxi. Se realizan pruebas de tracción, vacío dinámico y análisis con microscopio electrónico tanto de la estructura del corte como de la composición..

Para la conexión del hueco que ahora se encuentra en el interior de la pieza, al sistema de vacío, debe seleccionarse un tubo de vidrio, modificarlo geométricamente para su adaptación a la instalación y fabricar un soporte que lo mantiene en la posición adecuada.

Con todos estos resultados se crean piezas finales sobre las que se experimenta con la instalación de vacío diseñada a tal efecto, también se llena de gas una pieza en un taller especializado en tubos de descarga, que sirve como referencia.

Finalmente se realizan varios experimentos en el campo de la iluminación de gas neón.

El primer experimento valora la posibilidad de cubrir las necesidades para encender una lámpara de neón atrapando y manejando el campo residual de la placa de inducción con bobinas.

También se construye un prototipo básico con un tubo de descarga directamente bajo la placa.

En último lugar, se estimula la emisión de luz en la pieza de referencia con descargas eléctricas.





# **MEMORIA**



## ÍNDICE

### Resumen

Índice.....	1
1 Introducción.....	3
2 Enfoque y estudios previos.....	5
3 Preparación de la pieza	
3.1 Escarbado	
3.1.1 Láser Nd: YAG .....	9
3.1.2 Láser Nd:YVO4 .....	13
3.1.3 Tipos de muestras escarbadas con láser .....	16
3.1.4 Corte con agua .....	17
3.1.5 Punta de diamante .....	17
3.1.6 Resultados de escarbado .....	19
3.2 Unión de placas	
3.2.1 Requisitos .....	20
3.2.2 Fundente .....	21
3.2.3 Fabricación de material para unión .....	26
3.2.4 Óxido de boro .....	29
3.2.5 Araldit .....	30
3.2.6 Resultados de unión .....	32
3.3 Tubos de vidrio .....	33
3.4 Descripción y fabricación de la pieza final .....	36
4 Instalación de vacío	
4.1 Instalación básica (Vacío dinámico) .....	38
4.2 Resultados de vacío dinámico .....	41
4.3 Instalación completa .....	42
5 Iluminación	
5.1 Posibilidades en la placa de inducción .....	45
5.2 Prototipo básico con tubo de descarga.....	48
5.3 Iluminación de pieza final .....	49
6 Conclusiones y líneas futuras .....	50

## ANEXOS

### A ILUMINACIÓN DE UN TUBO DE DESCARGA

A.1 Procesos físicos .....	3
A.2 Curva tensión-intensidad en un tubo de descarga de gas .....	5
A.3 Efecto Avalancha Townsend .....	6
A.4 Curvas Paschen .....	7
A.5 Fluorescentes, vapor de sodio y neones .....	8
A.6 Mezcla Penning .....	9

### B TECNOLOGÍA LÁSER

B.1 Procesos físicos .....	14
B.2 Cavityad óptica .....	17
B.3 Curva de ganancia.....	18
B.4 Modos transversales .....	18
B.5 Modos de operación.....	18
B.6 Tipos de láser .....	19
B.7 Caracterización óptica de un láser .....	19
B.8 Interacción luz materia .....	20
B.9 Procesos de ablación láser .....	21
B.10 Características de los láseres empleados .....	22

### C HERRAMIENTAS Y PROCEDIMIENTOS DE TRABAJO

C.1 Vidrio cerámico .....	27
C.2 Microscopio óptico confocal .....	28
C.3 Corte con agua .....	31
C.4 Horno .....	32
C.5 Cortadora con disco diamantado .....	33
C.6 Lupa estereoscópica .....	34
C.7 Microscopio electrónico .....	35
C.8 Máquina de tracción Universal.....	39
C.9 Instalación de vacío .....	45
C.10 Colección fotográfica de otras herramientas y productos .....	47

### D ESTUDIOS (Gráficas, cálculos, datos)

D.1 Escarbado .....	53
D.2 Unión .....	65
D.3 Tubos de vidrio .....	70
D.4 Vacío .....	73

### E TRADUCCIÓN

E.1 Alemán (Deutsch) .....	79
E.2 Inglés (English) .....	85

Bibliografía .....	91
--------------------	----

Lista de figuras y tablas .....	93
---------------------------------	----

# 1 INTRODUCCIÓN

El grupo BSH en colaboración con la Universidad de Zaragoza desarrolla actualmente diversos proyectos en el campo de las placas de inducción. Una rama de investigación se centra en los materiales y, dentro de esta, existe una línea dedicada a la diferenciación estética del producto.

El interés de estudiar procesos que puedan llevar a una nueva estética en la placa viene marcado por la necesidad de diferenciar el producto, dado que apenas existen un par de grandes proveedores de material vitrocerámico que puedan cubrir las exigencias de este tipo de empresas. De esta situación resulta que todas las placas vitrocerámicas, tanto en inducción como resistivas, sean estéticamente similares, independientemente de factores como la empresa o la calidad.

Como se ve en la *Figura 1*, habitualmente pueden encontrarse dos tipos de estética:

- Placas color negro, las más frecuentes.
- Placas transparentes, pintadas en su base, resultando finalmente color blanco o metálico.

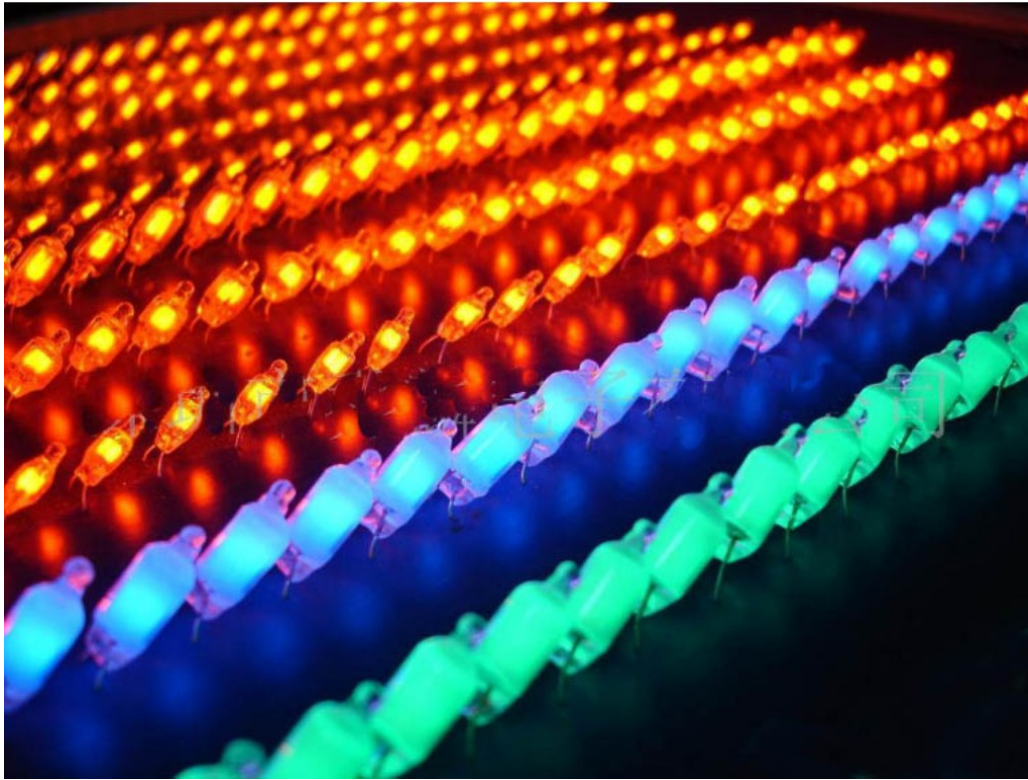
Desde el punto de vista del consumidor, cuando compra uno de estos productos, en su decisión valora tan sólo el aspecto estético, precio y un reducido número de características que suelen indicarse con el precio. Poco importa que una marca determinada haga grandes inversiones en electrónica y que con ello se consiga alta velocidad de respuesta, eliminación de fallos, detección de temperaturas, etc. Al llegar al mercado para el consumidor todas son similares y por esta razón debe buscarse una diferenciación asociada a calidad.



*Figura 1: Placas de inducción con vitrocerámica color metalizado y vitrocerámica negra*

Un grupo de estos proyectos son los que tratan la iluminación de la placa de inducción. El presente proyecto expone el estado del arte en el tema de la iluminación con gas y desarrolla a partir de estos puntos la creación de una pieza con ciertas características.

Las lámparas de descarga son habituales en la vida diaria: Los fluorescentes son una fuente de luz presente en cualquier edificio, los anuncios luminosos se encuentran en cada calle, las lámparas de vapor de sodio se utilizan en bombillas de bajo consumo, pequeñas luces de neón (*Figura 2*) actúan como reguladores de tensión o para proteger de sobretensiones, etc. Pueden encontrarse de alta o baja presión, de inducción, de menos de 1 cm y hasta de varios metros



*Figura 2: Lámparas de descarga de pequeño tamaño (Gases nobles)*

Los objetivos que busca desarrollar este proyecto se definen de la siguiente forma:

- 1) Entender los procesos físicos que llevan a la iluminación de un tubo de descarga, seleccionar un tipo de lámpara, un tamaño y describir las necesidades para encenderla.
- 2) Diseñar y fabricar una pieza en la que el gas pueda situarse de forma directa bajo la placa, obteniendo con ello formas geométricas o letras. Para ello se optimiza cada una de las fases que permite crear la pieza y posteriormente realizar vacío, introducir gas y estimular la emisión de luz.
- 3) A lo largo del estudio y experimentación, el autor busca adquirir experiencia y consolidar conocimientos acerca de las diversas herramientas, materiales, procesos físicos y tecnologías empleadas.

## 2 ENFOQUE Y ESTUDIOS PREVIOS

### 2.1 ENFOQUE

En el *Anexo A* se desarrollan en profundidad las bases físicas de la iluminación en tubos de descarga, de estas destacan algunas ideas:

- El gas es inicialmente aislante, aparecen leves intensidades al aplicar bajos valores de tensión, pero no hay una descarga autosostenida.
- Se necesita una tensión de ruptura, a partir de la cual el gas se vuelve plasma conductor.
- Tras la ruptura se requiere una tensión de mantenimiento y evitar la descarga en arco.
- La *Figura 5* muestra un electrón excitado emitiendo radiación al caer a un nivel de energía menor. La *Figura 6* ilustra cómo un electrón es arrancado del átomo y contribuye al mantenimiento de la descarga.

Descripción de las fases estudiadas para fabricar una pieza final (*Figura 4*) y trabajar con ella:

**Escarbado:** La primera fase consiste en escarbar el material vitrocerámico en forma de figuras geométricas o letras (*Figura 3*). Dos láser son estudiados como primera opción (Nd:YAG y Nd:YVO4). Se seleccionan los parámetros de utilización y se corrige la pérdida de eficiencia al profundizar. Otras tecnologías examinadas son corte con agua y mecanizado con muela cubierta de diamante.

**Unión:** Una vez escarbada la placa, debe cerrarse con otra para conseguir una cavidad en la que introducir el gas. El trabajo consiste en la búsqueda de un material de unión de buenas características mecánicas y capaz de mantener gas a baja presión en su interior (*Figura 3*). Son estudiados un fundente comercial, vidrios sencillos, óxido de boro y una resina epoxi bicomponente. Para evaluar su validez se realiza a las muestras corte, observación con lupa estereoscópica y microscopio electrónico, tracción y pruebas de vacío dinámico.

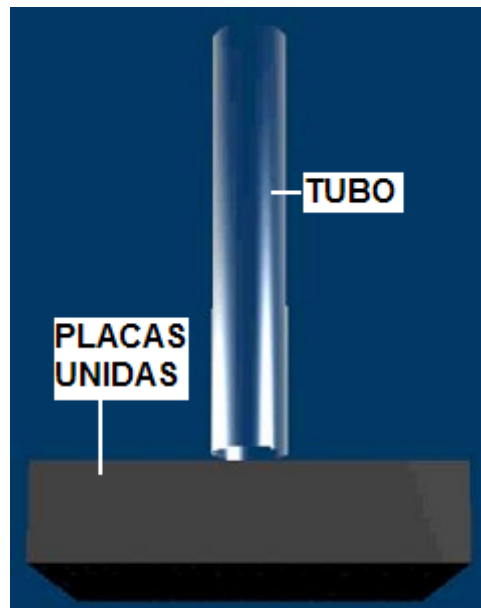


*Figura 3: Diseño inicial del hueco escarbado y unión de dos placas*

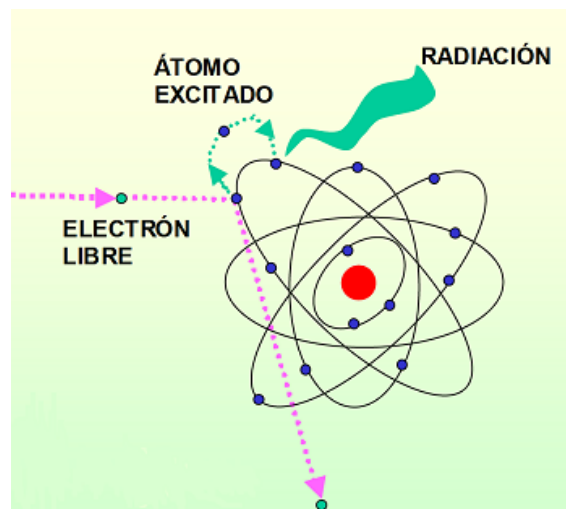
**Tubos de vidrio:** Necesarios para conectar el hueco a la instalación de vacío. Se selecciona el más adecuado, la forma de unirlo a la placa y las modificaciones geométricas funcionales que requiera.

**Instalación de vacío:** Se diseña una instalación con la que hacer vacío e introducir gas. Partes básicas son una bomba turbomolecular, medidor de presión, botella de gas y diversas llaves.

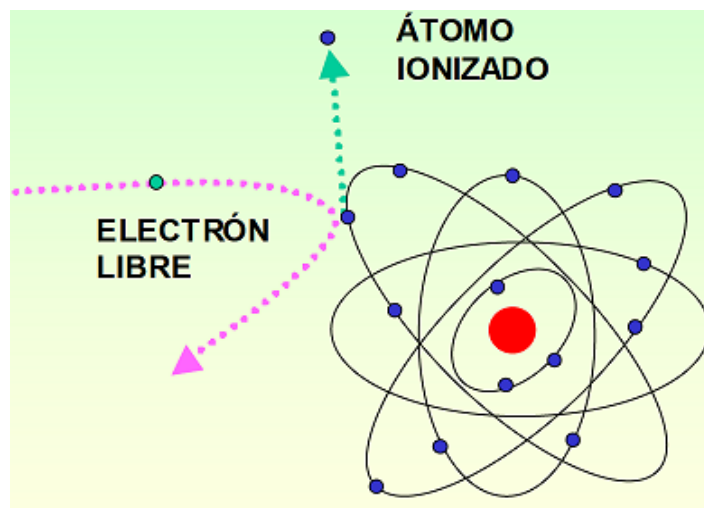
**Iluminación:** Se comprueban las posibilidades de iluminar luces en una placa de inducción haciendo hincapié en captar y usar el campo residual. También se fabrican prototipos colocando una lámpara de descarga directamente bajo la placa. Finalmente se aplican descargas eléctricas para iluminar la pieza final.



*Figura 4: Diseño inicial de la pieza final, con dos placas unidas que contienen un hueco escarbado en el interior, con el tubo se conectan el hueco y el sistema de vacío*



*Figura 5: Si el electrón no es arrancado del átomo, al desexcitarse emite radiación*



*Figura 6: Los electrones arrancados al átomo mantienen la descarga*



## 2.2 ESTUDIOS PREVIOS

### Tipos de lámpara de descarga

Existe amplia variedad de lámparas de descarga según su contenido: Neón, argón, vapor de sodio o los conocidos fluorescentes con su reactancia y cebador, que trabajan con vapor de mercurio.

Para el presente proyecto se descarta el uso de mercurio por su peligrosidad, así como porque emite en el rango ultravioleta y necesita de fósforos para poder dar luz visible.

Las lámparas de vapor de sodio se descartan por la luz amarilla que producen y porque necesitan varios minutos en calentar.

El proyecto se centra en las lámparas de neón, se pueden utilizar otros gases nobles para distintos colores, pero el neón ofrece una luz rojiza que la vitrocerámica negra transmite satisfactoriamente.

### Dimensiones

Una vez entendido el proceso de la iluminación (*Anexo A*) es posible plantearse qué tamaños de lámpara de descarga pueden interesar. Los dos valores de importancia son la tensión de ruptura y la tensión de mantenimiento, aproximable como un 30% menor que la tensión de ruptura en este tipo de gases. Se presentan a continuación los valores reales de dos tipos extremos de iluminación con gas neón accesibles en el mercado.

- 1) Neones utilizados en anuncios luminosos: Se alimentan gracias a un transformador que asume las funciones que en los tubos fluorescentes dan la reactancia y el cebador. Para muy pocos centímetros se necesitan altos voltajes (*Tabla 1*).
- 2) Las llamadas NE-2 y similares son pequeñas lámparas de neón con una tensión disruptiva entre 90 y 110 Voltios, la tensión de mantenimiento se sitúa alrededor de 60 Voltios. Estos valores tan bajos se consiguen gracias a que la distancia entre electrodos es mínima. Deben llevar una resistencia en serie para poder conectarse a tensión sin peligro de transición a la zona de plasma caliente.

*Tabla 1: Selección de transformadores para tubos de neón, argón o mezclas Penning*

Voltios / metros							
Tipos de Gas	Diámetro del tubo (Ø mm.)						
	8	10 / 11	12	13 / 14	15	18 / 20	22 / 25
Neón	1360	1220	1190	1050	925	755	656
75%Ne+25%Ar	1100	1005	965	850	738	595	530
50%Ne+50%Ar	985	900	860	750	646	515	457
25%Ne+75%Ar	860	798	756	650	554	437	383
Argón	738	675	650	550	460	340	310



$$\begin{aligned}
 &= m \times \text{voltios/m} + \text{(voltios)} \\
 &= 4 \text{ m } \text{Ø 15 (Neón)} + 3 \times \text{(voltios)} \\
 &= 4 \times 925 + 3 \times 300 = 4600 - 5000 \text{ voltios}
 \end{aligned}$$

Con la información contenida en la *Tabla 1* pueden calcularse las necesidades de tensión en los tubos empleados en anuncios luminosos (desde 20 cm), a continuación se presenta un ejemplo:

*Tubo de gas neón, con 8 mm de diámetro y 20 centímetros de longitud entre electrodos.*

$$0,2 \text{ m} \times 1360 + 3 \times 300 = 1107,2 \text{ V}$$

El voltaje necesario para tubos de neón destaca por su elevado valor incluso para pocos centímetros, por este motivo se decide en favor de las lámparas con menos de 2 cm entre electrodos. Este dato aplicado a la pieza a fabricar implica que el volumen interno tiene dimensiones del mismo orden.

### **Campos electromagnéticos y lámparas de descarga**

Las líneas eléctricas de alta tensión utilizan tubos de descarga con gas neón en las cercanías de los aeropuertos que, sin estar conectadas directamente a la red, producen luz gracias al campo electromagnético variable presente. Estas lámparas se sitúan a muy corta distancia de la línea y capturan el campo con un transformador, se denominan balisores.

Partiendo de este concepto, se solicita permiso a Red Eléctrica de España para comprobar si es posible encender una lámpara de descarga a corta distancia de una línea de alta tensión.

El resultado es que, bajo las líneas (a 5 metros de una línea de 400.000V), los tubos emiten luz, tanto los fluorescentes como los de neón (*Figura 3*). La distancia juega un papel importante, dado que el campo pierde intensidad exponencialmente cuando ésta aumenta. Los voltajes inducidos a nivel de suelo alcanzaban, en el mejor de los casos, 35 V entre los extremos de un voltímetro, a metro y medio de distancia entre ellos.

El tubo no está encendido porque no hay descarga autosostenida, emite luz pero no es capaz de iluminar la zona circundante. La luz obtenida no es visible durante el día.

En una placa de inducción, el campo disponible es bastante menor. En el apartado *Iluminación* se analiza cómo aprovechar el campo residual presente en una placa de inducción de forma indirecta.



*Figura 7: Lámparas de descarga emiten luz bajo línea de alta tensión*

### 3 PREPARACIÓN DE LA PIEZA

#### 3.1 ESCARBADO

La finalidad de este apartado es estudiar el mejor procedimiento para escarbar una figura geométrica en el vidrio cerámico utilizado en placas de inducción. El escarbado tiene una profundidad aproximada de 3 mm, frente a los 4 mm de espesor total que presenta el material. El análisis y optimización de los diversos procesos considera tiempo, coste y calidad.

##### 3.1.1 Láser Nd:YAG

El punto de partida es una tesis doctoral que estudia la interacción láser-materia [5].

Se trabaja sobre placas cortadas de vitrocerámica de tamaño 3,5 cm x 3,5 cm.

Las tareas a llevar a cabo para optimizar el escarbado con láser son:

- A) Seleccionar los parámetros a utilizar
- B) Focalizar correctamente el láser
- C) Optimizar los mm<sup>3</sup>/s escarbados

##### A) Nd:YAG Parámetros

Parámetros de utilización del láser, recomendados [5]:

- Intensidad 35 A(El máximo)
- Frecuencia (Pulsos/segundo): 5000 s<sup>-1</sup>
- Velocidad: 25 mm/s
- Anchura entre líneas 0.025mm
- Paso 5
- Límite 50
- Lente s80x80

Paso y límite tienen relación con el pulso inicial, el cual siempre es más potente.

Un láser puede concentrar energía en el tiempo y en el espacio; Al bajar la frecuencia es posible tener menos pulsos pero más potentes. Puede variarse la velocidad (distancia entre pulsos), de modo que una pasada con láser puede ser menos efectiva, pero más rápida, por tanto hay que combinar material arrancado por pasada con el tiempo necesario para realizarla.

A pesar de que la literatura [5] aconseja dichos valores, se experimenta variando frecuencia y velocidad, efectivamente se consigue menos profundidad o aparecen grietas (*Anexos B8 y B9*).

*Ejemplo: A velocidades 200 mm/s, 100 mm/s y 50 mm/s se observan grietas.*

##### B) Nd:YAG Focalización

Es importante colocar la muestra a la distancia focal. Un pequeño cambio ocasiona diferencias en el diámetro del haz láser en la superficie, al enfocar por encima o debajo de la superficie como se explica en el *Anexo B7*.

El procedimiento para situar la muestra a la distancia focal en este láser es manual moviendo la pieza en vertical (eje Z) en una mesa de precisión 0,5  $\mu\text{m}$ , hasta conseguir 10 cm desde la lente hasta la superficie del material, implicando posible error humano del orden de micras. Hay que evaluar en qué medida puede afectar este error y buscar, si es necesario, solución.

*Ejemplo: Enfocando a 200  $\mu\text{m}$  de distancia al plano focal el resultado (Anexo) es que  $D=30 \mu\text{m}$ , siendo  $D$  el diámetro del haz láser en la superficie, mucho mayor que el diámetro mínimo (19  $\mu\text{m}$ ).*

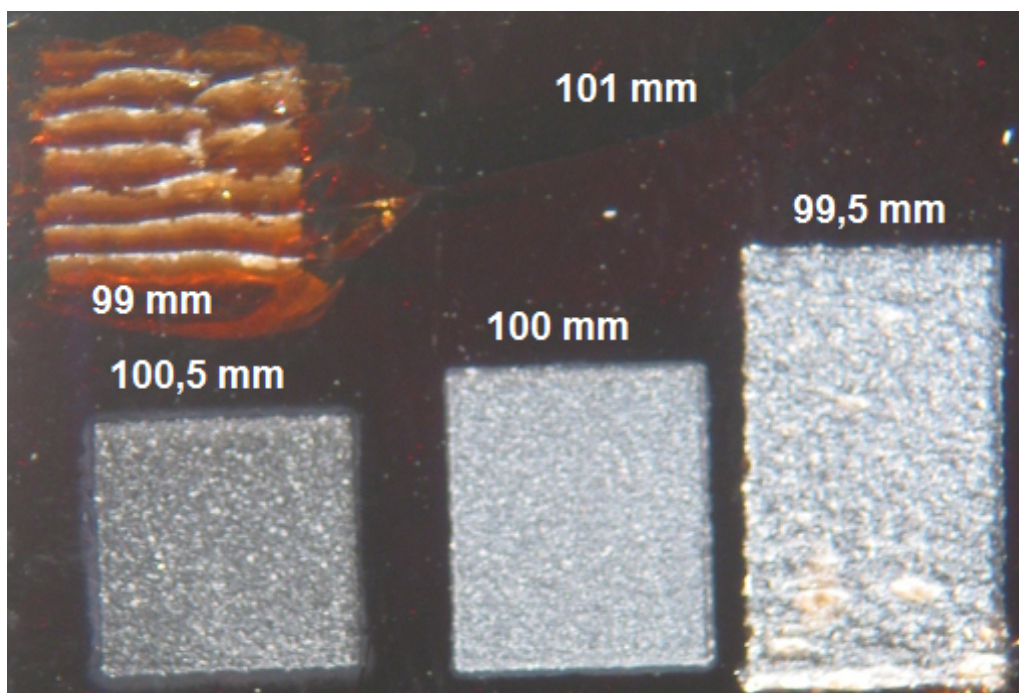
#### Experimento: Focalización Nd(YAG)

Se hacen pruebas variando la posición de la muestra cada 0.5 mm alrededor del plano focal (*Tabla 2 y Figura 8*), comprobando la gran variación en los resultados.

La interacción láser-material viene acompañada de sonido, el cual es interesante identificar con las distintas posiciones a las que se coloca la pieza, pasando de un sonido agudo a uno grave conforme se acerca la pieza a la lente y sin sonido cuando el plano focal se encuentra bajo la superficie.

*Tabla 2: Efectos del láser al variar la distancia muestra-lente alrededor de la distancia focal*

DISTANCIA MUESTRA-LENTE [mm]	99	99,5	100	100,5	101
SONIDO	No sonido	Muy grave	Intermedio	Intermedio	Agudo
ESCARBADO	Grietas	Máximo	Poco	Poco	Ninguno
ACABADO	Roto	Basto	Fino	Fino	Ninguno



*Figura 8: Efectos del láser al variar la distancia muestra-lente alrededor de la distancia focal*

El máximo escarbado pero peor acabado se logra al situar el plano focal ligeramente bajo la superficie, por lo que a partir de este punto se considera apropiada una distancia focal entre 99,5 y 100 mm, aceptándose error dentro de ese rango. El sonido es un apoyo que asegura la correcta ablación láser. Se ha confirmado que 0.5 mm de variación en la posición de la muestra cambian totalmente el resultado. Es un dato importante dado que la intención es escarbar las muestras hasta 3 mm, aumentando consecuentemente la distancia entre la lente y la superficie trabajada.

### C) Nd:YAG Optimización del escarbado

La meta del apartado es comprobar la pérdida de eficiencia y mostrar los pasos para evitarla.

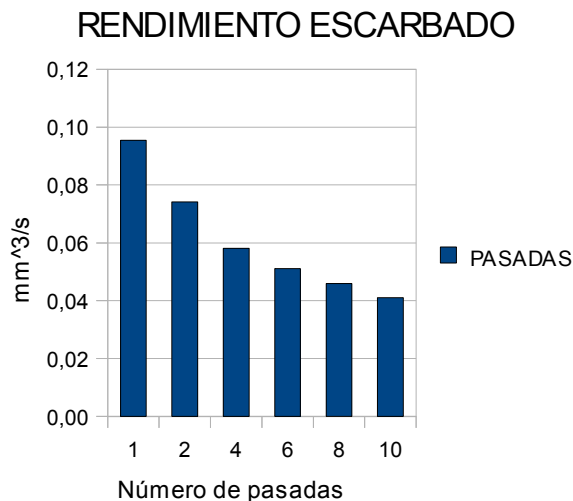
#### Experimento: escarbado Nd:YAG

Se utiliza el *Procedimiento confocal* descrito en Anexo C.2 para medir la profundidad escarbada al realizar 1, 2, 4, 6, 8 ó 10 pasadas en distintas muestras.

La *Tabla 3* y la *Figura 11* muestran los datos calculados con Excel a partir de la información extraída con el programa PL $\mu$  de los perfiles realizados. Algunos aparecen como ejemplo en el *Anexo D1*. La tabla indica la profundidad y volumen arrancado en una *pasada media*, el número de *pasadas medias* y tiempo para escarbar 3 mm. La última columna expone la eficiencia [ $\text{mm}^3/\text{s}$ ].

*Tabla 3: Eficiencia láser dependiendo del número de pasadas*

Nº PASADAS	Pasada media [ $\mu\text{m}$ profundidad]	Pasadas medias para 3 mm	Tiempo [min] para 3 mm	$\text{mm}^3/1$ pasada media	$\text{mm}^3/\text{s}$
1	153,58	20	53	15,358000	0,095391
2	119,43	25	66	11,943000	0,074180
4	93,49	32	75	9,349000	0,058068
6	82,28	36	96	8,228000	0,051106
8	73,98	40,5	108	7,398000	0,045950
10	66,12	45,37	120	6,612000	0,041068



*Figura 9: Rendimiento del láser en función del número de pasadas realizadas*

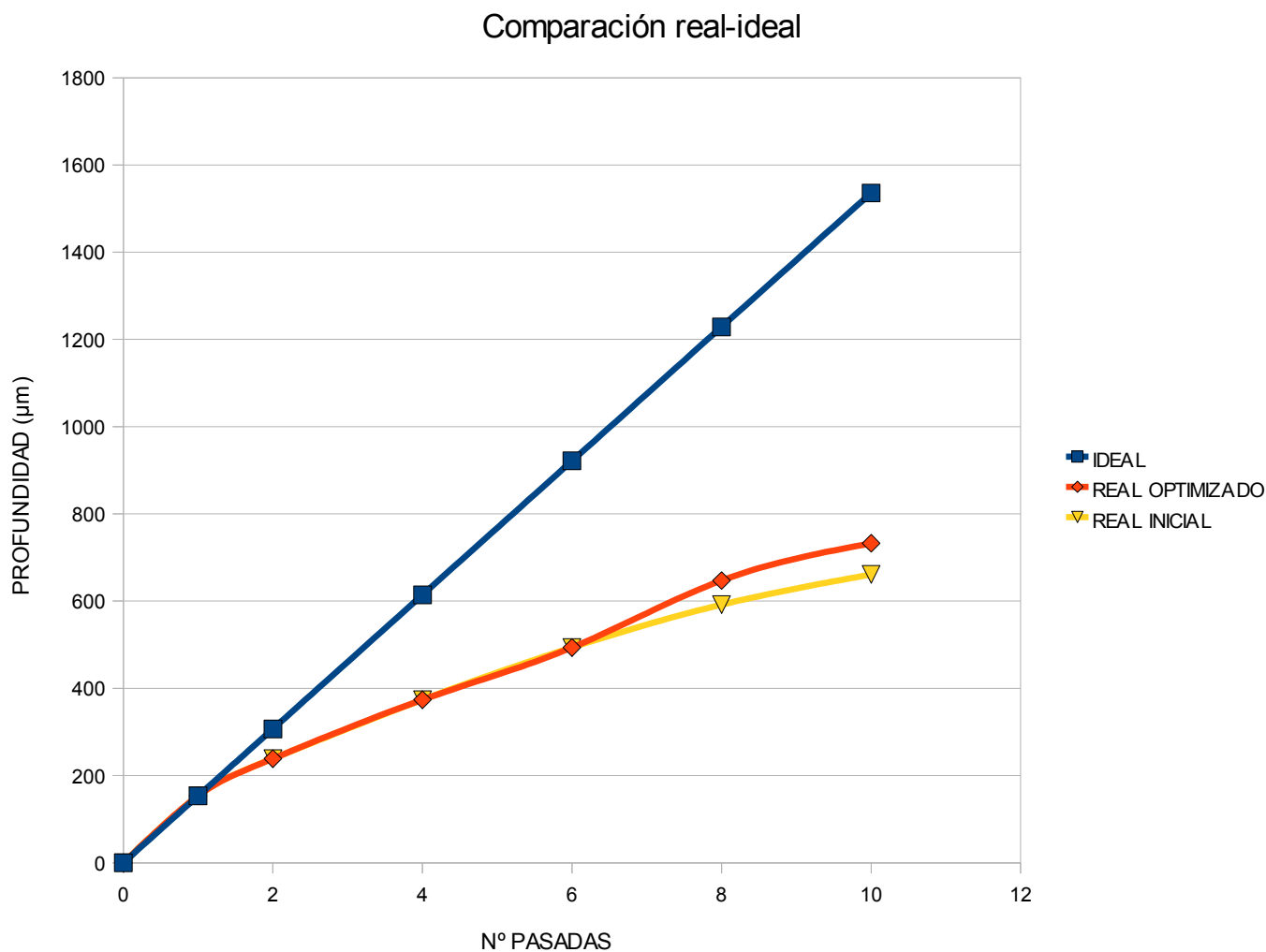
La pérdida de eficiencia es evidente. Al aumentar la profundidad aumenta la distancia entre la superficie trabajada y la lente, por lo tanto no se mantiene la distancia focal y baja la eficiencia.

La solución ideal es acercar la pieza cada pasada, lo cual implica mover la distancia muestra-foco 153.58  $\mu\text{m}$  manualmente con una ruleta calibrada cada 0.5  $\mu\text{m}$ . Con la consiguiente acumulación de error, dado que cada recolocación es manual.

Sin embargo, en el caso de mover la pieza cada seis pasadas hay que variar la distancia muestra-foco 493.68  $\mu\text{m}$   $\sim$  0,5 mm, justamente una vuelta en la ruleta graduada. (*Tabla 3* en color amarillo).

La solución real adoptada consiste en mover la pieza 0,5 mm cada seis pasadas (16 minutos). El error cometido tanto de la distancia a mover ( $493.68\text{ }\mu\text{m}$ ), como por hacerlo de manera manual, se corrige con los resultados del apartado anterior y atendiendo al sonido. Con 36 pasadas se alcanzan los 3 mm de profundidad, esto son 6 movimientos de la pieza.

Se comparan en la *Figura 10* los resultados reales de profundidad con 10 pasadas, o enfocando a las 6 pasadas, con aquellos que deberían resultar idealmente si se mueve la muestra cada pasada, lo que coincidiría con que no se perdiera eficiencia. La diferencia en profundidad es bastante fuerte, por lo que un láser automatizado que moviera la lente cada pasada aumentaría ampliamente la eficiencia.



*Figura 10: Comparación entre la profundidad alcanzada idealmente reenfocando el láser cada pasada, la alcanzada en el caso real aplicando diez pasadas sin reenfoque y en el caso intermedio en el que se reenfoque cada 6 pasadas*

### 3.1.2 Láser Nd: YVO4

El punto de partida, como en el punto anterior, se basa en una tesis doctoral que estudia la interacción láser-materia [5].

Se trabaja sobre placas cortadas de vitrocerámica de tamaño 3,5 cm x 3,5 cm.

Las tareas a llevar a cabo para optimizar el escarbado con láser son:

- A) Seleccionar los parámetros a utilizar.
- B) Focalizar correctamente el láser.
- C) Optimizar los mm<sup>3</sup>/s escarbados.

#### A) Nd:YAG Parámetros y B) Distancia focal

Se valora en este apartado la importancia de la distancia focal y se busca una velocidad [mm/s] y una frecuencia óptima [KHz]. El manual del fabricante indica que los resultados más interesantes se producen entre 20 KHz (Máxima energía de pulso) y 30 KHz (Máxima potencia de salida), aunque la mayor potencia de pico se obtiene para 10 KHz.

En todos los casos se emplea una distancia de 25 μm entre las líneas y una potencia 100%.

Para actuar sobre la superficie del material hay que focalizar en 0 y seleccionar la posición del eje Z=8 mm, resultado de sumar el grosor de placa (4 mm), con el de otra que actúa como mártir.

Esta herramienta tiene algunas ventajas frente al láser tipo Nd:YAG: Dispone de mayor automatización pudiendo enfocar automáticamente a la distancia deseada, tiene la posibilidad de realizar matrices de manera más sencilla y un mayor campo que el láser Nd:YAG.

#### Experimento: Matrices

Pueden programarse varias marcas láser con distintas características en los lugares indicados. Gracias a esta opción es viable solicitar marcas cuadradas (5 mm x 5 mm) colocadas espacialmente en forma de matriz (*Figura 11*).

Son consideradas mejores marcas aquellas en las que se retira más material. Debe valorarse que una marca menos profunda puede ser más eficiente si se ha realizado a mayor velocidad. Su influencia se determina objetivamente en el siguiente punto al medir con confocal.

Los valores a combinar en cada matriz se eligen dependiendo de los mejores resultados obtenidos en las ya realizadas. También son repetidos los valores de mayor interés.

En el *Anexo D.1* se exponen todas las matrices estudiadas, se recorren valores de frecuencia entre 5 y 100 KHz, velocidades entre 25 y 800 mm/s, enfoque tanto variando el valor del eje Z, como automático entre -2 y +2 mm alrededor de la distancia focal.

Los mejores resultados se obtienen entre 20 y 30 KHz, enfocando en la superficie y con velocidades entre 50 y 150 mm/s.



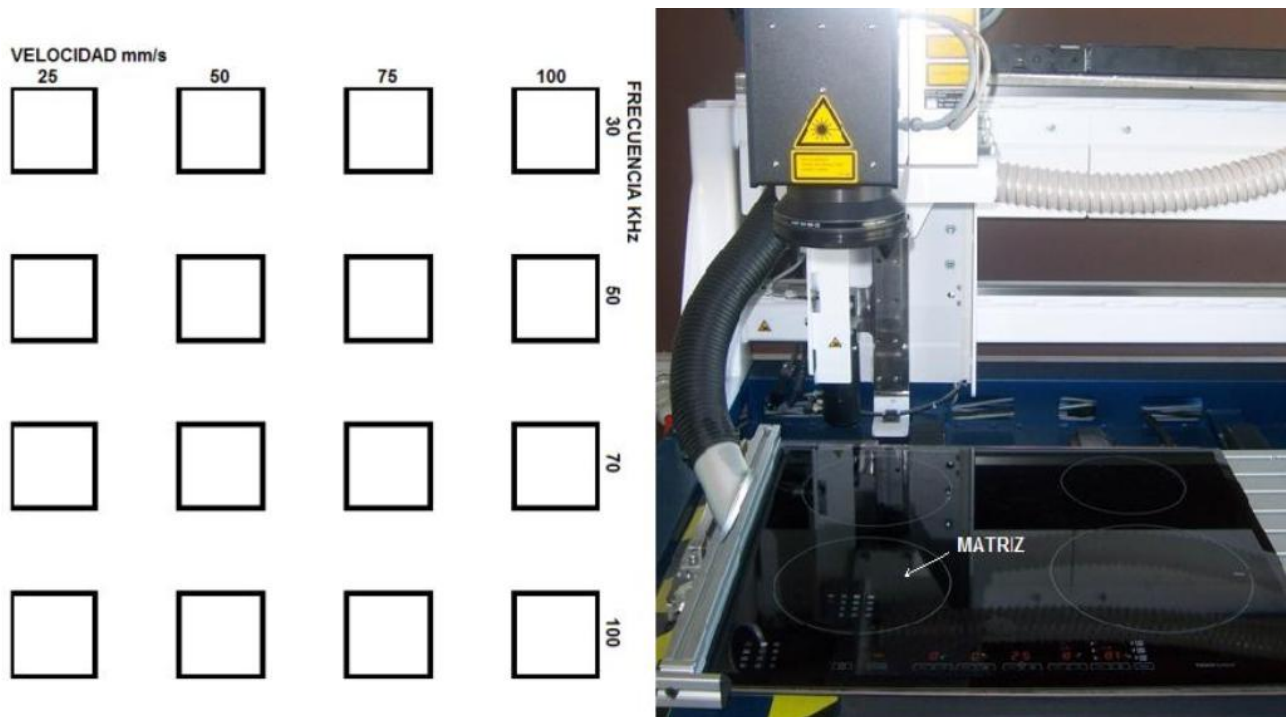


Figura 11: Esquema de matriz láser y foto de la situación real con el láser Nd:YVO4

Con los candidatos a ser los mejores parámetros de escarbado con láser Nd: YVo4 se realiza una última matriz (Tabla 4) que se empleará en el punto siguiente para, análogamente a como se hizo con el Nd:YAG, calcular el rendimiento de escarbado. Esto permitirá también una evaluación objetiva del parámetro velocidad.

Tabla 4: Matriz 9 con los parámetros de las mejores marcas escarbadas, a las que se aplica el Procedimiento confocal

30 KHz, enfoque en 0, Z=8mm	MATRIZ 9 (4X6)
Filas: VELOCIDADES [mm/s]	40 50 90 150
Columnas: N° PASADAS	1 2 4 6 8 10

### C) Nd:YVO4 Optimización del escarbado

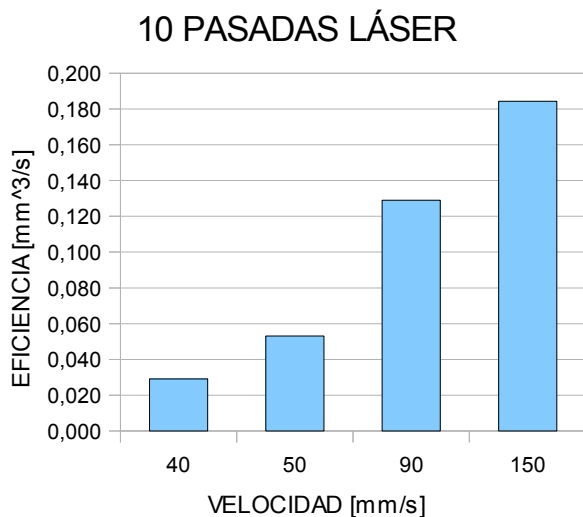
Se aplica a las marcas de la matriz 9 el *Procedimiento: Confocal* explicado en *Anexo C2*.

El número de muestras estudiadas (Componentes de la matriz) es de 24, pueden encontrarse algunos de los perfiles como ejemplo en el *Anexo D1*.

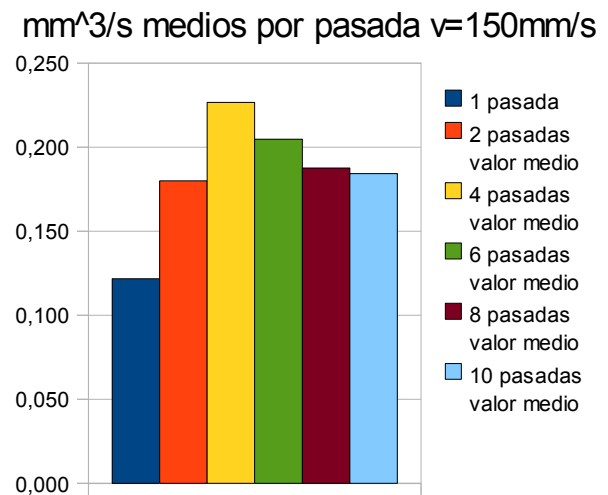
Cálculo de la eficiencia media: El volumen total arrancado en una muestra se divide por el número X de pasadas realizadas en esa muestra ( $X=1, 2, 4, 6, 8$  ó  $10$ ). El tiempo necesario para realizar una pasada  $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ , depende de la velocidad elegida (*Anexo C2*). Con tiempo y volumen se calcula la eficiencia media en cada caso y se realizan las gráficas. Todas las gráficas se muestran en el *Anexo D1*, en la *Figura 12* se ve la realizada para 10 pasadas.

En todos los casos, excepto para una sola pasada, el resultado más eficiente [ $\text{mm}^3/\text{s}$ ] se logra a la velocidad de  $150\text{ mm/s}$ . Mayores velocidades se mostraron improductivas (Matriz 8 realizada con láser Nd:YVO4 del *Anexo D1*)





*Figura 12: Eficiencia en muestras con 10 pasadas láser aplicadas, en función de la velocidad*



*Figura 13: mm³/s según el nº de pasadas, muestras realizadas a 150 mm/s*

La *Figura 13* agrupa la profundidad de pasada media a 150 mm/s para distinto número de pasadas, en la barra de color amarillo se encuentra el valor óptimo (4 pasadas). Esto implica que las mejores pasadas no son la primera o la segunda, al contrario que con el láser Nd:YAG.

La mayor eficiencia con 4 pasadas se puede explicar si el punto de enfoque ideal no es cero (superficie), si no más profundo, por lo que el mejor rendimiento se da cuando varias  $\mu\text{m}$  ya han sido escarbadas. Durante el estudio las variaciones de colocación de la pieza alrededor de la distancia focal han sido del orden de mm, por lo que no ha sido observado anteriormente.

Tras la evaluación de los perfiles de la matriz 9 con el programa PL $\mu$  y los cálculos realizados con Excel los parámetros de trabajo seleccionados son los siguientes:

- Velocidad 150 mm/s.
- Frecuencia 30 KHz.
- Enfoque inicial en 0, eje Z=8 mm.
- Reenfoco (Automático) cada 4 pasadas, bajando la lente 241,83  $\mu\text{m}$  ~ 0,25 mm.

Ejemplo: Completar un agujero de 2 cm x 2 cm con 3 mm de profundidad requiere ~ 88 minutos.

### 3.1.3 Tipos de muestras escarbadas con láser

Con la optimización de procesos con láser Nd:YAG y Nd:YVO4 se crean varias muestras.

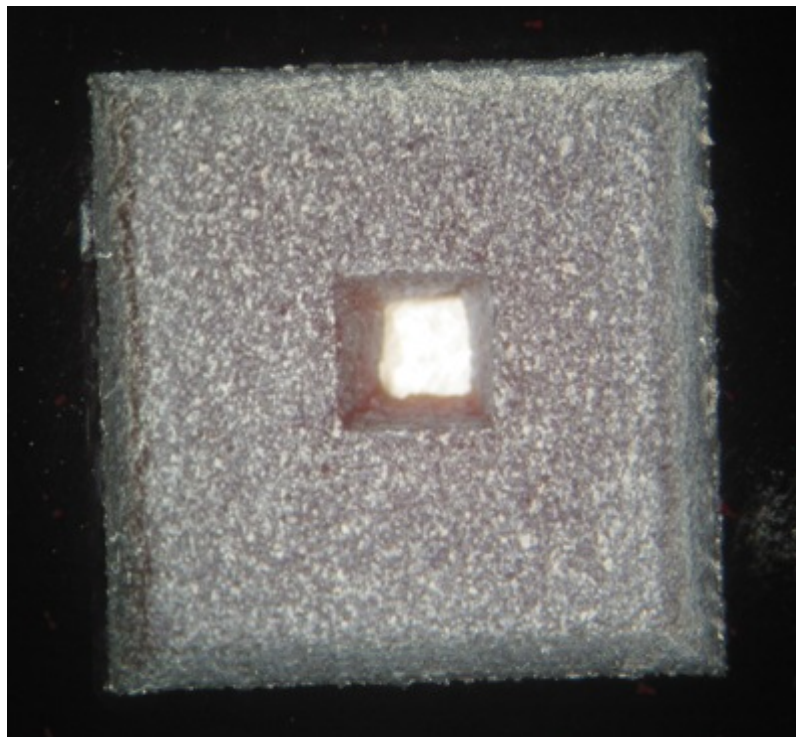
Dado que no es necesaria una profundidad concreta se alcanzan profundidades de  $\sim 2$  mm en lugar de los 3 planteados en un principio.

Se decide que la forma de los escarbados con láser debe ser cuadrada, con el objetivo de disponer de la misma superficie de unión desde el lateral del cuadrado hasta el borde de la placa.

Otra de las necesidades que el láser cubre es la de realizar un pequeño agujero pasante, a través del cual debe realizarse el vacío e introducción de gas. Es más rápido hacerlo sobre la placa ya escarbada, dado que en esa zona el grosor es menor. Dichos agujeros se realizaron tanto circulares, diámetro 2 mm, como de forma cuadrada, con lado de 2 mm. Los agujeros de forma redonda presentan mayor conicidad, consecuencia de la conicidad del haz y el hecho de que el láser realiza la forma redonda mediante pasadas rectas. La forma cuadrada se adapta mejor a la realización con pasadas rectas. Aunque se intenta solucionar la conicidad aplicando el láser desde ambas caras de la placa, se focaliza en el interior de la vitrocerámica, generando grietas internas.

Posteriormente, para evitar posibles taponamientos de este agujero, se aumentan sus dimensiones a 3 mm de lado o diámetro (*Figura 14*), en este caso la forma circular no presenta tantos problemas gracias a que las pasadas son más largas.

Para experimentos que se desarrollan en el apartado 3.3 *Tubos* son necesarios agujeros tanto ciegos como pasantes de forma circular con 5,3 ó 6,3 mm de diámetro.



*Figura 14: Muestra escarbada con láser 20 mm x 20 mm con agujero pasante*

### **3.1.4 Corte con agua**

En el *Anexo C3* está descrita esta tecnología. Para investigar si podía tomar parte en el proyecto, se contacta con la empresa Cortenfrío, que expone buenos resultados de corte en materiales de diversa índole: Aceros de gran grosor, espumas, piedra, cartón, etc. No hay problema en cortar con precisión una placa vitrocerámica. Es más complejo, sin embargo, escarbar con esta tecnología un material, deben controlarse muchos parámetros y en este caso no se ha conseguido.

La aplicación de corte conduce a un posible cambio en el planteamiento de la pieza, si bien interesa tener piezas finales de poco grosor (8 mm: 4 mm cada placa), una alternativa a es unir tres placas de material vitrocerámico (12 mm), presentando la placa intermedia un corte circular completo (En lugar de un escarbado), consiguiendo de esta manera una cavidad interior.

Siendo esta una alternativa interesante, es favorable investigar antes otras posibilidades debido al elevado precio de esta tecnología cuando se necesita un número bajo de piezas.

### **3.1.5 Punta cubierta de diamante**

El mecanizado con fresas cubiertas de diamante es una alternativa interesante con materiales duros.

El primer punto a solucionar para conseguir mecanizar muestras vitrocerámicas es conseguir una fresadora. Se plantean estas necesidades a un taller de mecanizado pero mecanizar vitrocerámica genera polvo de gran dureza que acaba mezclándose con el líquido refrigerante y, al atravesar los conductos recorridos por este, perjudica al equipo erosionando elementos internos.

Como segunda opción se intenta, sin éxito, que empresas dedicadas al trabajo del vidrio, cuyas fresadoras (en el caso de disponer de ellas) estarían preparadas, realizaran las muestras.

Finalmente se opta por utilizar una máquina Dremel y las fresas seleccionadas según indica el *Anexo D1*. El control manual conlleva un resultado de peor calidad que el láser o el que se obtendría en una fresadora automatizada.

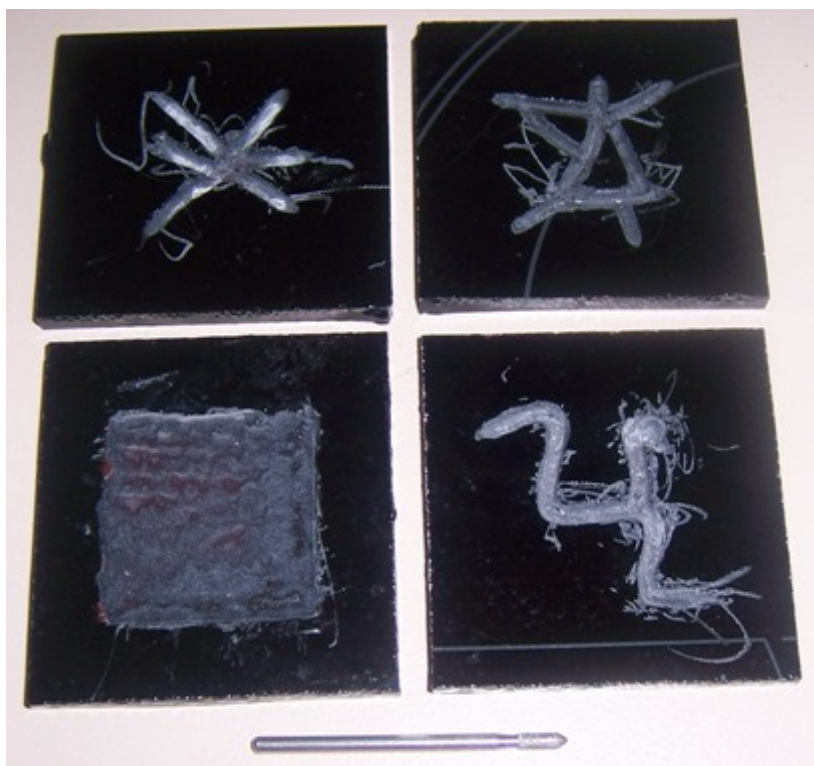
Para evitar el calentamiento de punta y muestra se colocan sobre una bandeja con agua.

La primera muestra realizada busca una forma cuadrada (*Figura 15*), con el objetivo de comparar con otras muestras realizadas con láser. Con este tipo de fresa se arranca gran cantidad de material en poco tiempo, siendo una gran ventaja, pero la definición de la forma geométrica cuadrada resulta burda. Otra diferencia con el láser es que, debido a la realización manual, la superficie trabajada queda abrupta y basta. No obstante estos problemas podrían solucionarse con una fresadora.

Tras descartar por esta razón las formas geométricas como anillos o cuadrados, se elaboran dibujos mediante líneas, similares a estrellas o letras. (*Figura 15*)

Es necesario resaltar el principal problema surgido en este caso, consistente en el gran desgaste de la fresa en poco tiempo. En una hora se realizan cuatro piezas pero la broca utilizada queda inutilizada. (*Figura 16*)

Es posible dar una pasada de acabado a la superficie trabajada utilizando láser como se demuestra en *Anexo D1*.



*Figura 15: Punta de diamante y muestras escarbadas*



*Figura 16: Detalle de la muela de diamante desgastada*

### 3.1.6 Resultados de escarbado

La vitrocerámica ha demostrado gran dificultad para su escarbado, la mayor limitación es el no poder acceder al material en verde, momento en el que se podría trabajar más eficientemente. A continuación se exponen los resultados de mayor interés de los métodos de escarbado estudiados:

*Tecnología láser:* Se ha mostrado precisa y ha conseguido un buen acabado.

Optimización de uso del láser Nd:YAG

- Distancia focal aceptable entre 99,5 y 100 mm, valoración del sonido de ablación.
- Subir la pieza 0,5 mm cada 6 pasadas para mantener la distancia focal.
- Parámetros de velocidad y frecuencia utilizados según tesis doctoral [5].

Optimización de uso del láser Nd:YAG Nd:Yvo4:

- Proceso más automatizado que Nd:YAG.
- Parámetros optimizados a través de la realización de matrices:  
150 mm/s , 30 KHz, enfoque en la superficie de la muestra.
- Bajar lente 0,25 mm cada 4 pasadas de forma automática para mantener distancia focal.

El rendimiento es de 0,2266 mm<sup>3</sup>/s con Nd: YVO4 mientras con Nd:YAG en el mejor caso, no aplicable por la pérdida de tiempo (enfocar cada pasada), se obtendrían 0,0953 mm<sup>3</sup>/s.

Se han realizado con láser aquellas muestras en las que se busca una figura concreta (ej. cuadrado).

*Corte con agua:* Se propone un cambio en el diseño de la pieza utilizando tres placas unidas, realizando en la placa intermedia un corte de la forma deseada, por ejemplo, un círculo. Es un proceso de coste elevado para un bajo número de piezas.

*Punta de diamante:* Resultados rápidos pero con poca definición geométrica, interesaría disponer de una fresadora preparada para vidrio. Ha sido el procedimiento elegido en dibujos que no necesitaban precisión (ej. estrella).

La *Tabla 5* resume las ventajas e inconvenientes de cada método estudiado, en color amarillo se destacan algunos de los problemas cuya solución se expone en la última fila.

*Tabla 5: Ventajas e inconvenientes escarbado*

	LÁSER	CORTE CON AGUA	PUNTA DIAMANTE
VENTAJAS	Precisión	Precisión	Tiempo
	Acabado	Tiempo	
	Temperatura	Temperatura	
INCONVENIENTES	Tiempo	Precio	Desgaste de herramienta
		Sólo corte	Temperatura*
			Precisión **
			Acabado**
SOLUCIONES	¿Otras longitudes de onda ?	Nuevo diseño pieza	* Refrigeración
A los inconvenientes en amarillo	¿Material en verde ?		** Fresadora

## 3.2 UNIÓN DE LAS PLACAS VITROCERÁMICAS

### 3.2.1 Requisitos del material de unión

El material ideal debería cumplir el máximo número de las siguientes condiciones:

- Resistencia mecánica suficiente para su manipulación y trabajo.
- Fácil aplicación.
- No fluir al interior del hueco escarbado.
- Soportar las operaciones de vacío e introducción de gas.
- Mantener gas a baja presión.
- No liberar partículas que contaminen el gas o interaccionar con él.
- Ser capaz de soportar ciclos térmicos y picos de temperatura de hasta  $\sim 350^{\circ}\text{C}$ .

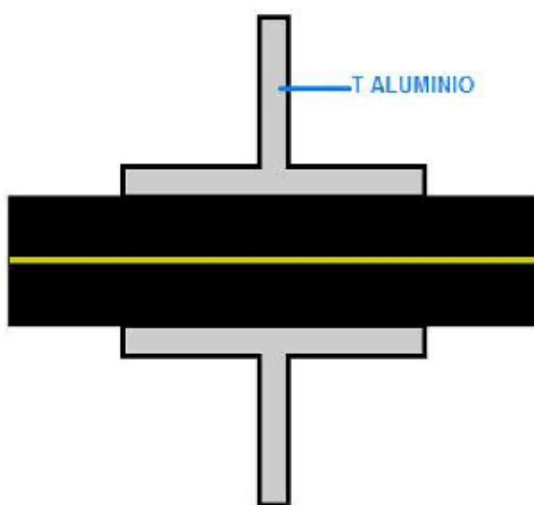
Para el desarrollo del proyecto es suficiente con que realice una unión resistente y sea capaz de mantener gas a baja presión sin contaminarlo. Con estas condiciones puede obtenerse una primera pieza. La búsqueda de un material más cercano al ideal puede ser objeto de otro proyecto.

Las necesidades mecánicas no son elevadas en los tubos de descarga, el vidrio que los forma resiste manipulaciones y golpes suaves. Este tipo de tubos tiene la ventaja de que se cierran mediante la fusión del propio vidrio, quedando sellados sin materiales adicionales.

Se experimenta también sobre la posición ideal de pegado de las placas, dado que presentan una cara rugosa y una lisa y existen varias combinaciones.

Hay que tener presentes las exigencias habituales que la empresa BSH hace a los materiales utilizados en unión de piezas,  $6 \text{ Kg/cm}^2$  a tracción de forma constante. En una muestra de tamaño  $3,5 \text{ cm} \times 3,5 \text{ cm}$  se deben exigir  $735 \text{ N}$ .

Las muestras consisten en dos placas vitrocerámicas cortadas de tamaño  $3,5 \text{ cm} \times 3,5 \text{ cm}$  y unidas con un producto de unión objeto del estudio a las que se aplica alguno de los procedimientos descritos en *Anexos C5 a C8*. La Figura 17 ilustra una muestra preparada para tracción.



*Figura 17: Esquema de una muestra preparada para el procedimiento tracción*

Los materiales de unión examinados son un fundente comercial, una mezcla de óxidos basada en silicio, óxido de boro y Araldit. El *Anexo C10* muestra sus fotos.



### 3.2.2 Fundente

Se denomina habitualmente como fundente a aquel producto que en la obtención de cerámicas se mezcla con el resto de materias primas, previo al cocido de la pieza, para variar propiedades como el punto de fusión. En el caso de empresas que trabajan con artículos cerámicos, se denomina con este mismo nombre a productos comerciales utilizados para unir piezas.

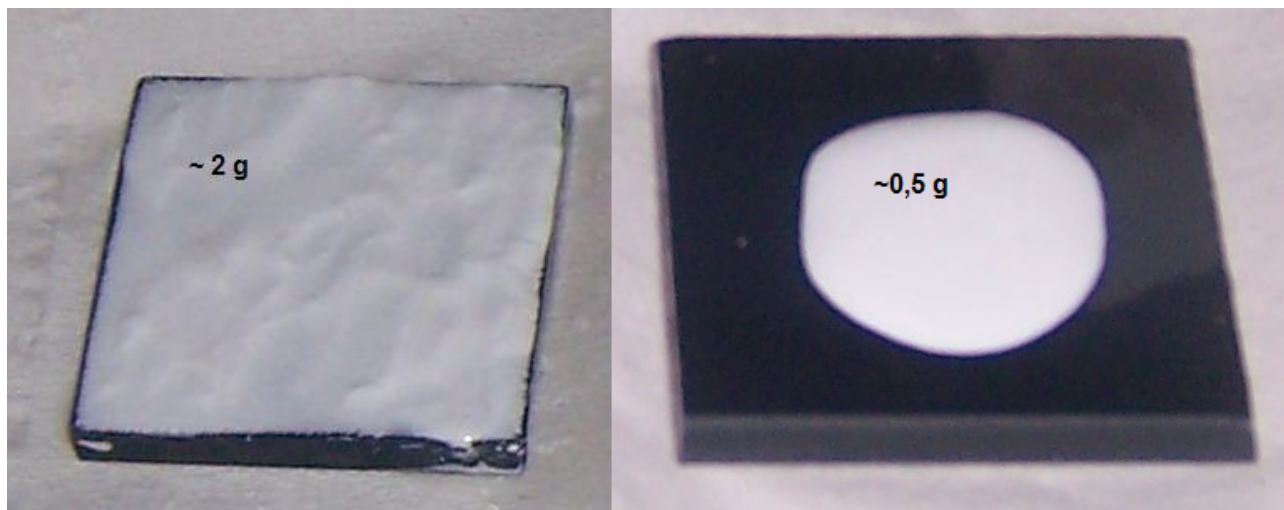
Para elegir un fundente adecuado, este debe fundir a una temperatura inferior a aquella que produciría daños en la vitrocerámica (a 800°C aparece recristalización). Se encuentra disponible un bote de fundente cuya temperatura de fusión indicada es de 560°C, pero en un principio no se dispone de características acerca de su composición.

La unión se logra con el *Procedimiento Térmico (Anexo C4)*.

El fundente es un polvo fino y de compleja aplicación. Se realiza una mezcla con etanol para conseguir fluidez y tener la posibilidad de extender bien la capa. El etanol evapora en segundos, quedando el fundente aplicado uniformemente. Si las placas se unen antes de que evapore, quedan adheridas. Son necesarios guantes, mascarilla y campana extractora ante la posibilidad de que contenga plomo (Fotos en *Anexo C10*). Los experimentos tienen en cuenta la cantidad de fundente y la posición de las placas.

#### Experimento fundente 1: Procedimientos Corte y lupa estereoscópica

Algunas de las placas de vitrocerámica utilizadas para preparar muestras presentan una marca láser rectangular de 10 pasadas (indicadas) con el objetivo de comprobar si el fundente entra en ellas (*Anexo D2*). A las muestras se les aplican distintas cantidades de fundente (*Figura 18*): ~0,5 g o bien ~2 g de material con varias gotas de etanol. En las muestras 9 y 10 se espera a que evapore el etanol para colocar la segunda placa sobre el fundente seco.



*Figura 18: Distintas cantidades de fundente aplicadas en las muestras*

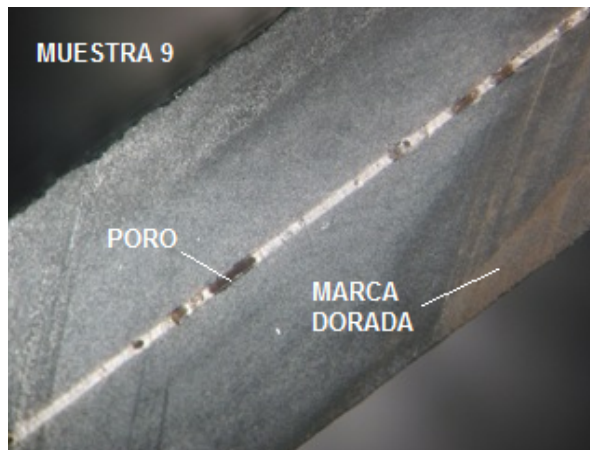
La *Tabla 6* describe todas las muestras cuyo material de unión es fundente comercial y cortadas según describe el *Anexo C5* para analizar la estructura final del material de unión.

*Tabla 6: Muestras con fundente cortadas y examinadas con lupa estereoscópica*

MUESTRA N°	1	2	3	4	5	6	7
CARAS EN CONTACTO	Rugosa-lisa	Rugosa-lisa	Rugosa-rugosa	Rugosa-rugosa	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Lisa-lisa
CANTIDAD FUNDENTE [g]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
VELOCIDAD CORTE (Máx 4)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
MUESTRA N°	8	9	10	11	12		
CARAS EN CONTACTO	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Lisa-lisa		
CANTIDAD FUNDENTE [g]	0,5	2 seco	2 seco	2	2		
VELOCIDAD CORTE (Máx 4)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5		
NOTAS			Marca láser			Marca láser	

De las fotografías (*Anexo D2*) de las muestras descritas en la *Tabla 6* se obtiene la información expuesta a continuación. Entre paréntesis aparecen los números de las muestras asociadas a cada idea. Se les aplican los *Procedimientos de los Anexos C6 y C7*:

La menor distancia entre placas, así como la distribución más uniforme del material de unión se da al unir dos caras lisas (N° 1 a 8). En el caso de unir las placas con el fundente todavía húmedo de etanol se posibilita un manejo más cómodo de las piezas, porque se consigue así una primera adhesión (N° 9 a 12). Aparecen zonas sin fundente (poros), que por su borde suave y redondeado se considera que no provienen del desprendimiento de material durante el corte. La opción más probable es que se deban a la contracción térmica (*Figura 19*). En las muestras en que se utilizan 2 g de fundente, aparecen menos poros y de tamaño menor (N° 9 a 12). La porosidad en estos casos (N° 9 a 12) parece cerrada. El fundente se acumula cerca de los bultos de la cara rugosa. Tiene su explicación en que en esos puntos hay menos fundente, enfría antes y estira al contraer de la zona circundante (N° 1 a 4). El fundente no entra en las cavidades escurbadas con láser (N° 10, 12) (*Anexo D2*).



*Figura 19: Muestra 9 donde se aprecian poros y marca dorada debida al desgaste del disco de corte, foto obtenida con lupa estereoscópica*

#### Experimento fundente 2: Tracción

En la *Tabla 7* se detallan las muestras unidas con fundente a las que se les ha aplicado el procedimiento de tracción (*Anexo C8*). Entre paréntesis aparecen los números de las muestras asociadas a cada idea. Las gráficas completas de carga y elongación se encuentran en el *Anexo D2* (Excepto de la muestra n° 13).



*Tabla 7: Detalles y resultado de muestras con fundente traccionadas*

MUESTRA N°	13	14	15	16
CARAS EN CONTACTO	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Lisa-lisa	Rugosa-lisa
CANTIDAD FUNDENTE [g]	2	2	0,5	0,5
BALANCEADA	Sí	Sí	SÍ	No
VELOCIDAD MORDAZA [mm/min]	1	0,001	0,001	0,001
CARGA SOPORTADA [N/cm <sup>2</sup> ]	65,63	79,91	134,69	340,09

El mejor resultado en cuanto a carga lo dan muestras con poco fundente y dos caras lisas (N° 15). La muestra n°13 rompe en poco tiempo (26 s), debido a la alta velocidad de mordaza se decide utilizar 0,001 mm/min a partir de este punto (N° 13). En todos los casos se superan los requerimientos de fábrica de 60 N/cm<sup>2</sup> (N° 13 a 16). Una vez rota la muestra, la placa superior queda con el fundente pulverizado (*Figura 20*), porque la mordaza realiza tracción vertical hacia arriba (N° 13 a 16).



*Figura 20: Muestra con fundente n°14 , a la izquierda aparece la placa situada superiormente durante la tracción*

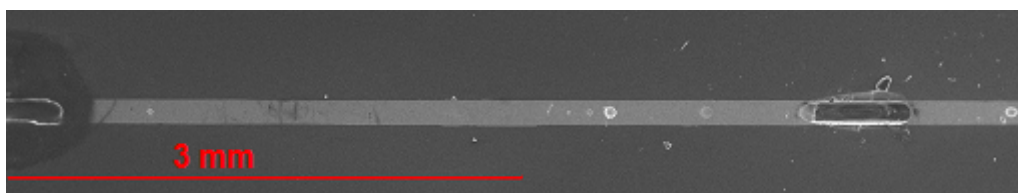
### Experimento fundente 3: Análisis con el microscopio de barrido electrónico (SEM)

Se prepara la muestra cortada n° 11 con el Procedimiento descrito en el Anexo C7 que la dispone para la observación con microscopio de barrido electrónico. Una vez preparada se denomina muestra n°18, se detalla en la *Tabla 8*. Las *Figuras 21, 22* revelan la morfología de la capa de fundente en el corte, apreciándose que:

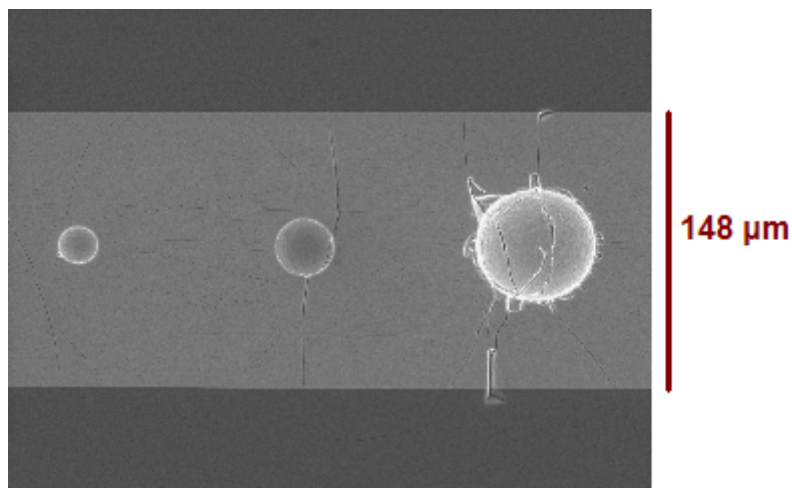
*Tabla 8: Muestra de fundente analizada con SEM*

MUESTRA N°	18
CARAS EN CONTACTO	Lisa-lisa
CANTIDAD FUNDENTE	Abundante, húmedo

Hay presencia de grietas, pero sólo las más finas proceden, según el personal de laboratorio, del proceso de corte, porque la muestra ha sido pulida. Se evidencian grietas grandes y profundas que, en algunos casos, discurren por el fundente y pasan también a la vitrocerámica. Estas grietas de mayor tamaño tienen su origen, posiblemente, en la contracción durante el enfriamiento. Las esquirlas sueltas que se aprecian en la *Figura 21* proceden de la manipulación posterior al pulido, ya que los ultrasonidos lo hubieran limpiado si fuera anterior. Existen huecos originados por la contracción del fundente al enfriar ya observados con la lupa estereoscópica, pero además se hallan poros más pequeños, aparentemente originados por burbujas de gas (*Figura 22 detalle de burbuja*). La frontera entre fundente y vitrocerámica muestra una adhesión perfecta. El grosor de la capa de fundente es de 148 µm.



*Figura 21: Capa de fundente vista con secundarios, muestra 11*



*Figura 22: Imagen tomada con electrones secundarios a la muestra 11, ampliación de un poro*

La composición se analiza en tres puntos (señalados en la *Figura 23*) a distintas distancias de la frontera vitrocerámica-fundente. También es útil para comprobar la difusión en la muestra embutida en resina. Asimismo se analiza la composición en dos puntos del fundente en polvo (*Figura 24*), que no ha sido sometido al procedimiento térmico habitual.

Debe tenerse en cuenta que ciertos elementos pueden aparecer en el análisis de composición aunque el fundente no los contenga. En este tipo de pruebas pueden aparecer Cu o Zn debido al portamuestras, C procedente de carburos desprendidos en el pulido o de la preparación de las muestras, etc.

De las *Figuras 23 y 24* se deducen, por tanto, los siguientes puntos:

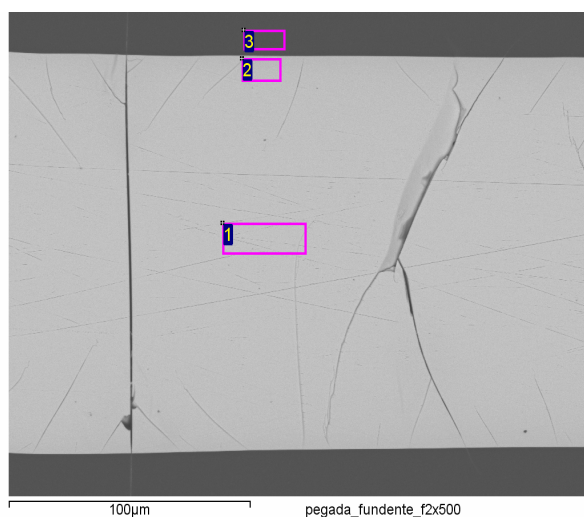
Aparece Zn incluso cuando no hay portamuestras, tiene su origen, por tanto, en el fundente.

En la vitrocerámica aparecen Al, Ti. Según indica el Anexo C1 estos elementos son nucleantes utilizados para el paso del vidrio a material vitrocerámico.

En la muestra hay contenido en Si, procedente de la sílice. No es un dato sorprendente, dado que es un producto para unir materiales cerámicos, en los cuales es común encontrarla.

Comparando las figuras, el contenido de Al es mucho menor en la muestra en polvo (*Figura 24*) que en la procesada térmicamente (*Figura 23*). En la ya procesada la cantidad aumenta en los puntos más cercanos a la vitrocerámica, cuyo contenido es alto. Lo mismo ocurre con el Si. Estos resultados pueden deberse a la difusión de Al y Si desde la vitrocerámica al fundente, aunque el estudio de puntos concretos implica también variaciones en los porcentajes.

El principal resultado del análisis de composición es el contenido en plomo del fundente. El plomo es un elemento tóxico indeseado en las materias primas de trabajo.

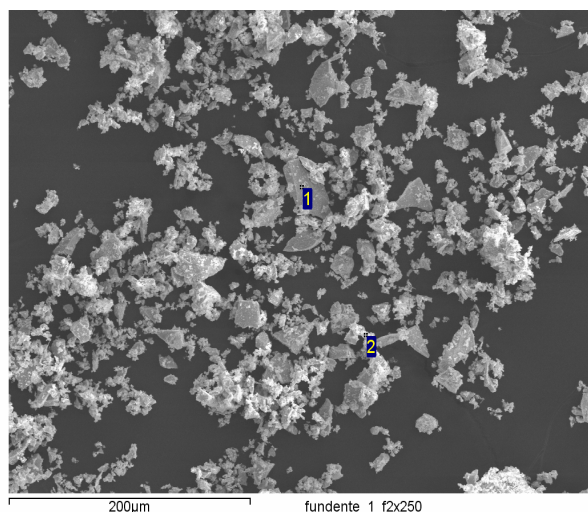


Processing option : All elements analysed

Spectrum	In stats.	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Zn	Zr	Pb
1	Yes	65.25				11.12		4.26		19.37
2	Yes	61.50			2.30	14.24		3.66		18.30
3	Yes	61.14	0.48	0.51	8.94	27.02	0.84	0.68	0.37	
Max.		65.25	0.48	0.51	8.94	27.02	0.84	4.26	0.37	19.37
Min.		61.14	0.48	0.51	2.30	11.12	0.84	0.68	0.37	18.30

All results in atomic%

Figura 23: Imagen tomada con electrones retrodispersados y tabla de composición en 3 puntos de la muestra 11



Processing option : All elements analysed

Spectrum	In stats.	O	Al	Si	Pb
1	Yes	78.47		7.37	14.15
2	Yes	77.05	0.72	7.88	14.35
Max.		78.47	0.72	7.88	14.35
Min.		77.05	0.72	7.37	14.15

All results in atomic%

Figura 24: Imagen tomada con electrones secundarios y tabla de composición en 2 puntos del material en polvo

### 3.2.3 Fabricación de un material para unión

Se pretende crear un producto que pueda utilizarse para unir las placas de material vitrocerámico. La idea es aprovechar los componentes químicos disponibles en el laboratorio para conseguir un producto que funda a una temperatura aceptable ( $< 800^{\circ}\text{C}$ ).

La materia prima base para crear el vidrio es la sílice, cuyo punto de fusión es excesivamente alto ( $1710^{\circ}\text{C}$ ) y que intentará rebajarse con otros componentes.

#### Experimento vidrio 1

En este primer experimento, con el objetivo de tomar contacto con los materiales y herramientas, se añade óxido de boro para rebajar el punto de fusión de la sílice. La *mezcla A* se fabrica por una aproximación consistente en una proporción en peso de ambos según su punto de fusión. El óxido de boro ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) tiene una temperatura de fusión de  $450^{\circ}\text{C}$  y el óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) de  $1710^{\circ}\text{C}$  [7]. Con la balanza de precisión (Foto en *Anexo C10*) se miden 10 gramos de *Mezcla A*.

*Mezcla A:* Cálculo proporcional  $0,1 \times 1710 + 0,9 \times 450 = 576^{\circ}\text{C}$   
10% de Óxido de Silicio y 90% de Óxido de Boro.

Al mismo tiempo se experimenta con ambos componentes individualmente. Las muestras (*Tablas 9 y 10*) se realizan colocando el producto sobre una placa y siguiendo el *Proceso Térmico (Anexo C4)*. Ocasionalmente se utiliza etanol o agua para obtener mayor fluidez al aplicar el producto.

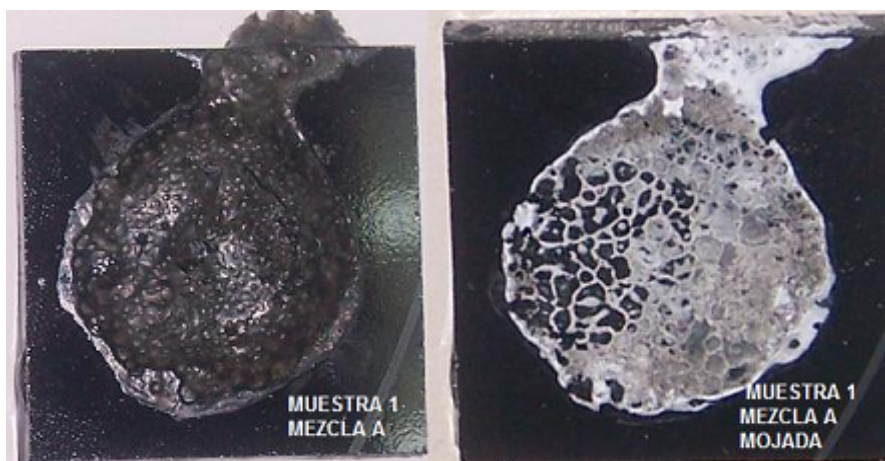
En la muestra 11 se utiliza la *mezcla A* para unir dos placas.

*Tabla 9: Muestras de distintos productos colocados sobre una placa, siguiendo el Proceso C4*

Nº MUESTRA	1	2,3,4	5	6,7	8	9	10
PRODUCTO ANALIZADO	Mezcla A	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{B}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$
DISOLVENTE	Etanol	Ninguno	Ninguno	Etanol	Etanol	Agua	Agua

*Tabla 10: Muestra de mezcla A uniendo 2 placas, siguiendo el Proceso Térmico del Anexo C4*

Nº MUESTRA	11
PRODUCTO ANALIZADO	Mezcla A
DISOLVENTE	Etanol



*Figura 25: Muestra 1 (Mezcla A) antes y después de mojarse*



De las muestras contenidas en las *Tablas 9 y 10*, cuyas imágenes más representativas se recogen en las *Figuras 25 y 26*, se extraen las siguientes ideas. Entre paréntesis se indica el número de las muestras relacionadas con cada idea:

No se aprecian efectos en el  $\text{SiO}_2$  con temperaturas de hasta  $650^\circ\text{C}$  (Nº 5, 8, 10).

La *Mezcla A* es densa, difícil de aplicar y no ha fundido correctamente (Nº1, 11).

El  $\text{B}_2\text{O}_3$  interacciona con el alcohol provocando que quede negro, frágil y con evidencia de burbujas. (Nº 1,6,11) (*Figura 25*). Puede evitarse precalentando la muestra  $100^\circ\text{C}$  durante 15 minutos y subiendo a continuación a  $700^\circ\text{C}$  durante una hora (Nº7) (*Figura 26*).

El  $\text{B}_2\text{O}_3$  interacciona con el agua, acabando este de color blanco. (Nº1, 2,3,4,6,7,9). Colocado en seco da el mejor resultado, parece que puede dar una unión resistente y tiene apariencia dorada similar al fundente aunque aparecen grietas (Nº2,3,4).

Al unir dos placas, la superior puede desplazarse durante el proceso térmico (Nº 11), la solución se indica en el *Anexo C4*.



*Figura 26: Muestras de estudio individual de los componentes de la mezcla A, se indica el número de muestra y el disolvente en el caso de que se utilice*

### Experimento vidrio 2

Es preciso buscar información concreta sobre componentes de un vidrio que pueda generarse a partir de las materias primas disponibles en el laboratorio. En una web especializada en vidrios [8] se escoge un vidrio patentado (*Figura 27*), entre los disponibles (*Anexo D2*), imponiendo la condición de temperatura de fusión menor a  $700^\circ\text{C}$  y disponibilidad de sus componentes. Este vidrio se denomina *Mezcla B*.

Con balanza de precisión se pesan 5 gramos de *Mezcla B*. Las muestras realizadas se exponen en la *Tabla 11*.

*Mezcla B*: 38,8%  $\text{SiO}_2$  32,5%  $\text{B}_2\text{O}_3$  28,7%  $\text{Na}_2\text{O}$   $T_{\text{liq}}$   $593^\circ\text{C}$  Todos los porcentajes en peso.

## Wt % by analysis

Glass #	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	T <sub>liq</sub> , °C
26617	15.2	36.7	48.1	912
26618	20.2	31.4	48.4	892
26619	24.3	27.0	48.7	862
26620	26.4	24.7	48.9	845
26621	10.9	47.1	42.0	899
26622	15.0	45.0	40.0	860
26623	20.1	42.3	37.6	830
26624	26.2	38.1	35.7	742
26625	38.8	32.5	28.7	593
26626	18.0	27.0	55.0	820
26627	20.0	30.0	50.0	876

*Figura 27: Ejemplo de vidrios con componentes y propiedades*

*Tabla 11: Unión de dos placas con Mezcla B, procesado en horno*

Nº MUESTRA	1	2,3	4	5
PRODUCTO ANALIZADO	Mezcla B	Mezcla B	Mezcla B	Mezcla B
DISOLVENTE	Etanol	Ninguno	Etanol	Ninguno
Tª ALCANZADA [°C]	650	650	700	700
PRECALENTADO 1h 100°C	No	No	Sí	Sí

A pesar de que se indica (*Figura 27*) una temperatura de fusión de 593°C, no ha sido posible fundir correctamente la *Mezcla B*.

Se plantea fundir *Mezcla B* a gran temperatura ( > 1710°C) y una vez frío triturar de nuevo para obtener un polvo más homogéneo. Debido a que los mejores resultados obtenidos en el apartado se han logrado con óxido de boro se profundiza más en este material de unión. Se descarta, por tanto, seguir trabajando con la *Mezcla B*.

### 3.2.4 Óxido de boro

Tras los resultados alcanzados en el apartado 3.2.3, se realiza una serie de estudios centrados en el óxido de boro. Se realizan muestras a las que se aplican los *Procedimientos descritos en los Anexos C4 a C8*. Las características de cada muestra se detallan en la *Tabla 12*.

Las placas utilizadas en las muestras 4 y 5 presentan una marca láser de tamaño 2 cm x 2 cm de una pasada en la superficie de unión, para comprobar sus efectos. La muestra 5 (Figura 28) se somete, además, a un choque térmico consistente en introducir la pieza ya unida en el horno a 300°C durante 30 min. y seguidamente sumergirla en agua a temperatura ambiente (previo a la tracción).

Los datos de carga de la *Tabla 12* se extraen de las gráficas de tracción (*Anexo D2*).

*Tabla 12: Muestras óxido de boro, cortadas o traccionadas*

Nº MUESTRA	1	2	3	4	5
PRODUCTO ANALIZADO	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
DISOLVENTE	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno	Ninguno
PROCEDIMIENTO	Corte	Tracción	Tracción	Tracción	Tracción
OTROS		Rompe por la T	Problemas en El agarre	Marca láser	Marca láser y choque térmico
CARGA ROTURA [N/cm <sup>2</sup> ]		> 149,79	> 136,57	114,28	110,2



*Figura 28: Muestra 5, se observa la zona cuadrada marcada con láser*



*Figura 29: Muestra 1 con óxido de boro cortada y observada con lupa*

De los datos de la *Tabla 12* y las *Figuras 28 y 29* se extraen los siguientes conceptos. Entre paréntesis se menciona el número de las muestras relacionadas:

El corte muestra una capa fina y uniforme pero con huecos (nº 1) (*Figura 29*).

La marca láser perjudica a la unión, pudiendo distinguirse (*Figura 28*) una vez traccionadas la parte marcada y no marcada. La parte marcada rompe por el óxido, mientras en la zona no marcada rompe el material vitrocerámico (nº 4, 5). Los resultados en muestras sin marca láser (nº 2,3) superan el valor de carga de las marcadas.

La carga soportada a tracción cubre los requisitos (60 N/cm<sup>2</sup>) en todos los casos (nº 2, 3, 4, 5).

### 3.2.5 Araldit Standard ®

Adhesivo bicomponente, es una resina epoxi que endurece cuando se mezcla con el agente endurecedor. Sus especificaciones técnicas indican que soporta una carga de 350 Kg/cm<sup>2</sup> si bien no se exponen las condiciones para este resultado.

La idea de valorar el Araldit surge del consejo de varios profesionales (Taller de vidrio, empresa de gases a presión) como material capaz de sellar gas. También por los buenos resultados previos en carga en las muestras de tracción. Como desventaja, no soporta temperaturas superiores a 65 °C.

Varios son los productos similares considerados para producir la unión y el sellado, sin embargo, al igual que Araldit, ninguno cumple todas las características deseadas (*Apartado 3.2.1*)

Se pueden agrupar en dos tipos según sus características:

- Alta temperatura (T<sup>a</sup> máxima ~300°C), no especialmente preparados para sellar gas: *Nural 30, Gasket sellador alta temperatura, Nonfire alta temperatura, etc.*
- Especializados en sellar tuberías de gas (T<sup>a</sup> máxima ~150°C): *SWAK Anaerobic Pipe Thread Sealant, Trabasil gas, Gastop High force Adhesivo, etc.*

#### Experimento Araldit: Fluidez

Se unen dos muestras escarbadadas cuyo material vitrocerámico es transparente, observándose la distribución final del Araldit una vez endurecido (*Tabla 13*).

*Tabla 13: Muestras realizadas con material vitrocerámico transparente*

Nº MUESTRA	1	2
PRODUCTO ANALIZADO	ARALDIT®	ARALDIT®
PROCEDIMIENTO	Fluidez	Fluidez

El Araldit se vuelve más fluido a los pocos minutos de ser aplicado. Si se distribuye bordeando la zona escarbada se introduce parcialmente. En el caso de dejar una distancia de seguridad alrededor del escarbado, existe el riesgo de que el gas se introduzca entre las placas en la zona sin producto.

#### Experimento Araldit: Corte, lupa estereoscópica y SEM

En este experimento el interés se centra en la morfología. La *Tabla 14* describe la muestra de la que se han obtenido las *Figuras 31 y 32* realizadas con electrones secundarios y la 30 obtenida con lupa estereoscópica.

*Tabla 14: Muestra unida con Araldit observada con microscopio electrónico*

Nº MUESTRA	3
PRODUCTO ANALIZADO	ARALDIT®
PROCEDIMIENTOS	Corte, lupa, SEM

Se aprecia en dichas figuras la existencia de poros o burbujas, pero la porosidad es cerrada. Una porosidad cerrada favorece la realización de vacío y el mantenimiento de gas a baja presión. La frontera entre materiales presenta adhesión uniforme y suave.



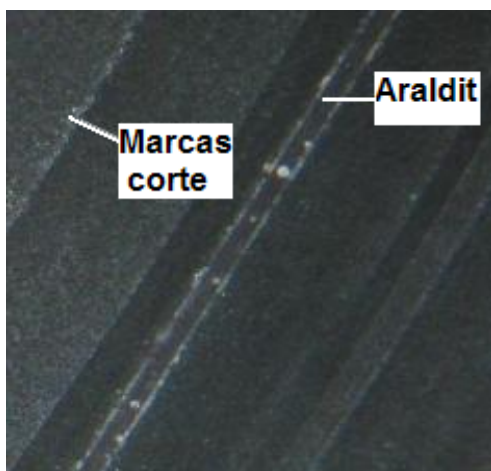


Figura 30: Muestra 3 con araldit, foto con lupa estereoscópica

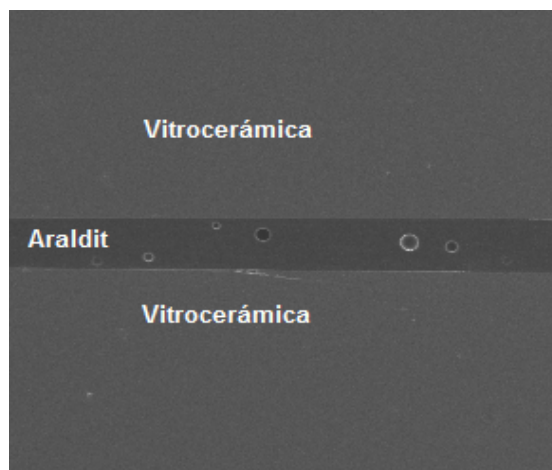


Figura 31: Muestra 3 con araldit, foto con SEM, se observan burbujas

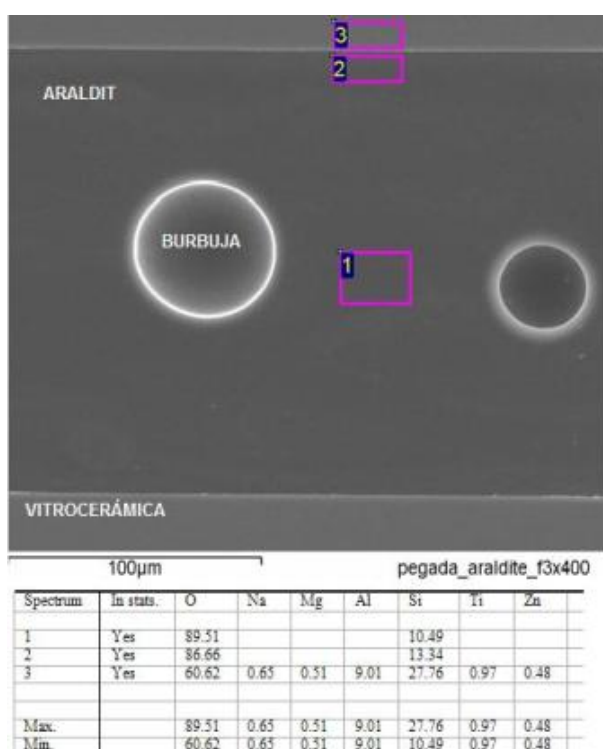


Figura 32: Muestra 3 analizada con SEM, foto y tabla con composición

### Experimento Araldit:Tracción

Se aplica el procedimiento de tracción descrito en el Anexo C8 a las muestras que aparecen en la Tabla 15. Las gráficas se encuentran en el Anexo D2. Los resultados obtenidos con Araldit superan a los de cualquier otro material de unión estudiado.

Tabla 15: Muestras tracción Araldit

Nº MUESTRA	4	5
PRODUCTO ANALIZADO	ARALDIT®	ARALDIT®
PROCEDIMIENTO	Tracción	Tracción
CARGA ROTURA [N/cm2]	750	502,5

### 3.2.6 Resultados de unión

Se ha buscado un material que cumpliera los requisitos mínimos para poder realizar la pieza, como son soportar carga mecánica y mantener gas a baja presión.

En la *Tabla 16* se resumen las características de cada material de unión y se citan resultados de vacío dinámico que se exponen en el punto 4.1.

Todos los materiales han dado valores de resistencia a tracción satisfactorios respecto a las exigencias iniciales ( $60 \text{ N/cm}^2$ ).

*Fundente:* El contenido en plomo es lo más destacado en este material, su toxicidad es una gran desventaja a la hora utilizarlo.

*Mezcla de óxidos:* No ha sido posible desarrollar una mezcla de óxidos basada en el óxido de silicio que permitiera una unión de calidad a una temperatura no dañina para el material vitrocerámico.

*Óxido de boro:* Ha generado uniones resistentes, no obstante se observan grietas.

*Araldit:* Ha mostrado los mejores resultados en carga, además de que por sus características es el producto más prometedor para poder mantener el gas a baja presión, la capa de unión es fina y la frontera entre vitrocerámica y Araldit se muestra uniformemente adherida. Posteriormente se comprobará la validez de este supuesto en los experimentos realizados con la bomba de vacío turbomolecular.

*Tabla 16: Resultados con los productos de unión*

PRODUCTO	FUNDENTE	MEZCLA A	MEZCLA B	ÓXIDO BORO	ARALDIT
TIEMPO	5 h (Horno)	5 h (Horno)	5 h (Horno)	5 h (Horno)	3 días (Secado)
CARGA A TRACCIÓN	Buena	No	No	Buena	Muy buena
VACÍO	No	-	-	No	Sí
OTROS	Plomo				

### 3.3 TUBOS DE VIDRIO

Durante el desarrollo de la pieza final, uno de los pasos más importantes es que sea posible realizar vacío en la cavidad e introducir gas. Se parte de que a la placa vitrocerámica se le realiza una perforación por la que acceder a esta cavidad. Un tubo de vidrio permite conectar la pieza al sistema de vacío.

En las empresas de tubos de neón los materiales a unir son vidrio con vidrio. Controlando la temperatura de ambos es viable fundir la zona sin que la contracción al enfriar los quiebre. Es distinto cuando se une vitrocerámica y vidrio. Al unir el tubo de vidrio directamente mediante fusión a una placa vitrocerámica precalentada, este se quiebra debido a la distinta contracción térmica. Los diversos tubos analizados se encuentran detallados en la *Tabla 17*. Los tubos de cuarzo se componen casi en su totalidad de sílice. El Pirex se compone aproximadamente de un 70% sílice, 10% óxido de boro, 8% óxido de sodio, 8% óxido de potasio, y 1% óxido de calcio.

*Tabla 17: Tipos de tubo disponibles*

Nº	Producto	Diámetro Exterior	Diámetro Interior
1	Tubo de cuarzo verdoso	6 mm	4 mm
2	Tubo Pirex	5 mm	3.5 mm
3	Tubo de cuarzo transparente	4 mm	2 mm
4	Tubo de cuarzo verdoso	6 mm	4.5 mm
5	Tubo de cuarzo transparente	6 mm	4 mm

#### Experimento: Corte

El corte de tubos de vidrio se realiza habitualmente con un pequeño soplete o bien marcando con lima triangular y aplicando un golpe seco. Las pruebas de la *Tabla 18* buscan el mejor corte sin soplete.

*Tabla 18: Optimización del corte de los tubos*

HERRAMIENTAS	VENTAJAS	INCONVENIENTES
Cortatubos de cobre	Recorre toda la periferia del tubo	No marca por la dureza del vidrio
Lima triangular + golpe seco	Sup. cortada limpia y suave	Corte no perpendicular al eje del tubo
Cortadora de placas de vidrio	Especial para vidrio	Excesiva velocidad, tubos rotos
Cortadora Minitom velocidad 2	Corte perpendicular al eje del tubo	Sup. Cortada esquilada
Cortadora Minitom velocidad 4	Corte perpendicular al eje del tubo	Sup. Cortada esquilada

De estos experimentos se concluye que la velocidad de la cortadora Minitom no varía el resultado y se elige la máxima (4). Si se usa una lima triangular el corte es suave pero no perpendicular al eje del tubo. Pueden corregirse pequeñas puntas lijando con papel lija fino (p360 3m 314). Los mejores resultados de corte aparecen con Pirex (Tubo 2)

#### Experimento: Unión de tubos

El siguiente paso es unir los tubos a la placa para conectar hueco y sistema de vacío. Estas pruebas (*Tablas 19, 20*) se realizan en paralelo a las de unir dos placas.

*Tabla 19: Optimización de la unión de tubos*

MUESTRAS	Una muestra por cada tipo de tubo			Con tubos 1, 5, 2	
MATERIAL	Vidrio fundido	Fundente (2 g)	Fundente (0,5 g)	Araldit (0,5 g)	Araldit (0,2 g)
RESULTADO	Rompe el tubo por diferente dilatación térmica			Caen los tubos	

Se fabrica una estructura que permite a los tubos permanecer en pie (*Figura 33*).



*Figura 33: Estructura soporte de los tubos*

*Tabla 20: Optimizacion del pegado de tubos con estructura soporte*

MUESTRAS	Tubos 1, 5, 2	Tubos 1, 2	Tubos 1, 5, 2	Tubos 1, 2
MATERIAL	Araldit	Araldit	Araldit	Araldit
CANTIDAD [g ]	0,5	0,2	0,5	0,2
PLACA	Cara rugosa	Cara rugosa	Cara lisa	Cara lisa
TAPONAMIENTO	Parcial	Parcial	Sí	Sí

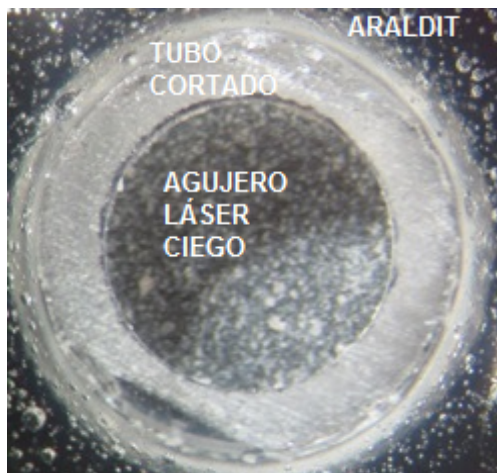
Las muestras se cortan para observar si el Araldit tapona el tubo (*Anexo D3*).

La *Tabla 20* es repetida aplicando presión al tubo contra la placa evitándose el taponamiento.

En otras muestras (*Tabla 21*) el tubo se introduce en una perforación (láser o con broca), del diámetro del tubo, con una fina capa de Araldit en el exterior del tubo (*Figura 34*).

*Tabla 21: Muestras con tubo introducido en perforación previo a aplicar araldit*

MUESTRAS	Tubo tipo 2	Tubo tipo 2
MATERIAL	Araldit	Araldit
CANTIDAD [g]	0,5	0,5
PLACA	Perforada	Perforada
PERFORACIÓN	Cara lisa	Cara rugosa
TAPONAMIENTO	Ninguno	Ninguno



*Figura 34: Agujero láser ciego, con tubo introducido y luego cortado*

El mejor resultado se obtiene introduciendo el tubo en una perforación del mismo diámetro. Cuando no hay perforación se coloca el tubo con presión sobre la cara rugosa para evitar el taponamiento. Se descartan:

El tubo tipo 3 por ser el más complicado de cortar, pegar y el que más se ha taponado.

El tubo tipo 4 ya que es quebradizo por tener la pared más fina.

Los tubos 1 y 5 pueden ser considerados iguales, descartamos el 5.

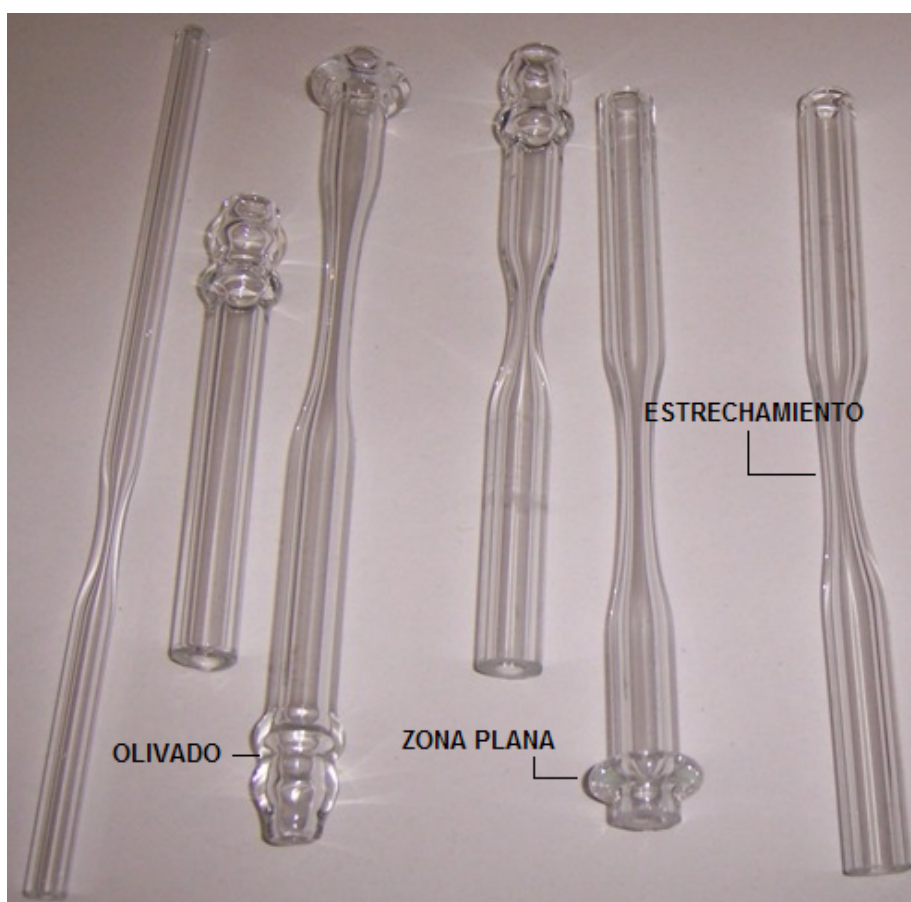
En los experimentos de vacío dinámico se utilizará tipo 1 debido a que su diámetro coincide con el tubo de goma disponible.

Para piezas finales se adquiere tubo de Pirex (tipo 6, diámetro exterior 10 mm, interior 5 mm)

### Geometría del tubo

Se hicieron varias modificaciones al tubo (tipo 6) utilizado en las piezas finales, estas fueron desarrolladas en el taller de vidrio de la Universidad de Zaragoza.

- Olivado: Engrosamiento al final del tubo que permite mejor adaptación al tubo de goma.
- Estrechamiento: Una zona más fina permite un cierre rápido de la pieza con soplete.
- Zona plana: Consigue mayor y mejor superficie de pegado y solidez.



*Figura 35: Modificaciones a la geometría del tubo*

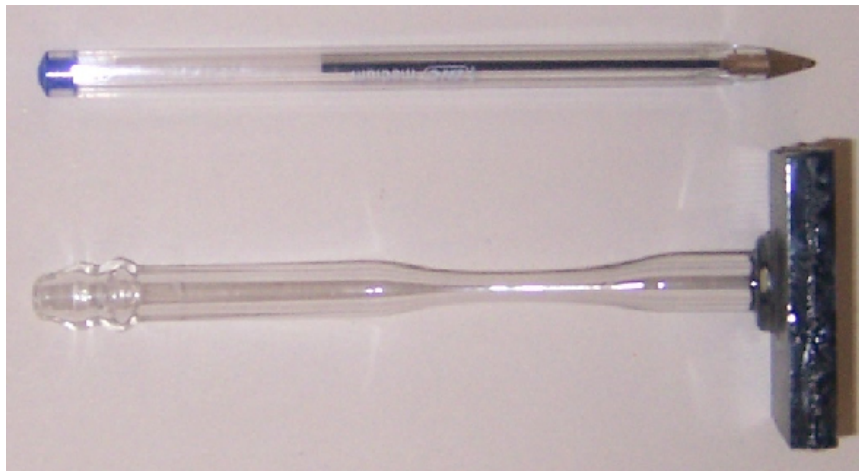


### 3.4

### PIEZA FINAL

Tras los estudios realizados en capítulos anteriores, se procede a la realización de varias piezas que cumplen el diseño propuesto (*Figuras 36 a 39*).

- El escarbado se ejecuta con láser (cuadrados) o punta de diamante (dibujos irregulares).
- La unión entre placas y con el tubo de vidrio se efectúa con Araldit.
- Los tubos de vidrio son modificados combinando olivado, estrechamiento y zona plana.
- El tubo se introduce en una perforación de su mismo diámetro, realizada con broca o láser.
- Se crean piezas más básicas, sin modificaciones en el tubo. Estas cierran con los distintos materiales de unión. El objetivo es evaluar la capacidad de mantener el gas a baja presión aplicando los experimentos de vacío dinámico expuestos en el *Apartado 4.1* que buscan confirmar que la elección de Araldit en las piezas finales ha sido la correcta.



*Figura 36: Pieza final*



*Figura 37: Varias piezas finales*

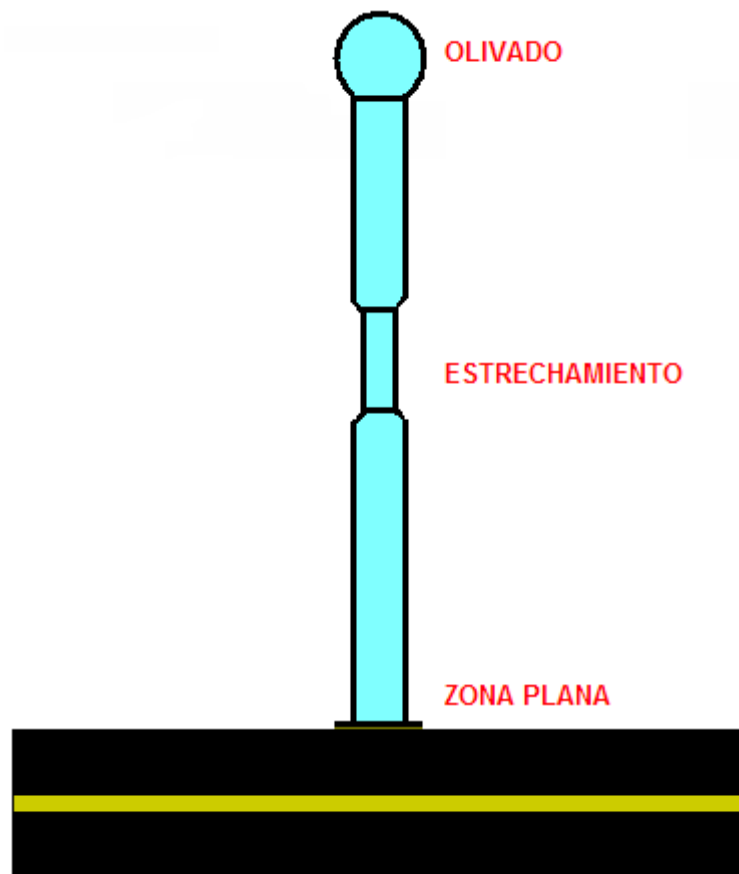


Figura 38: Esquema pieza final exterior

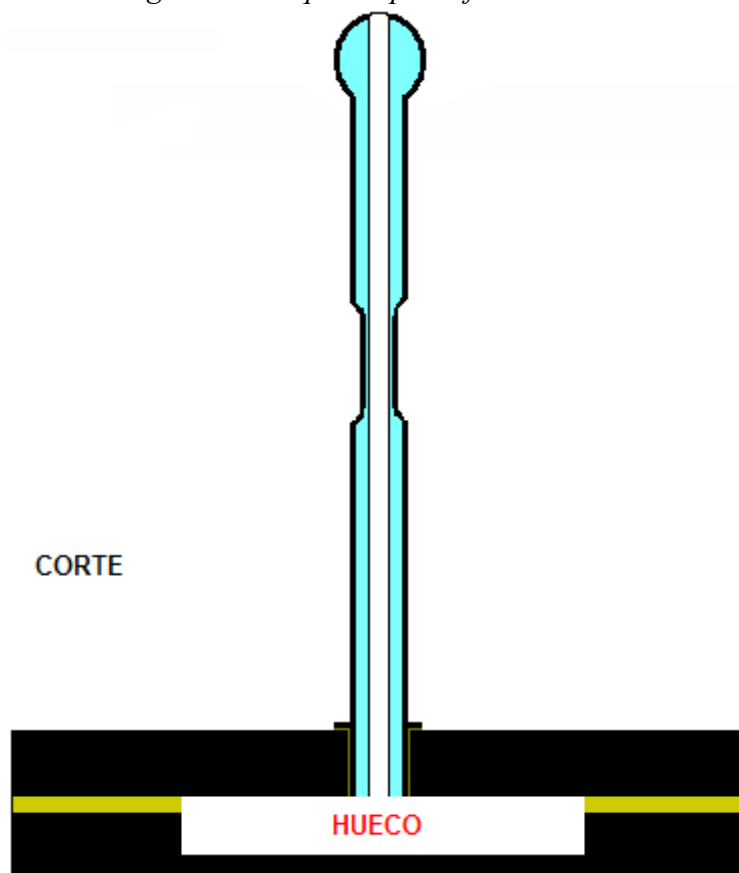
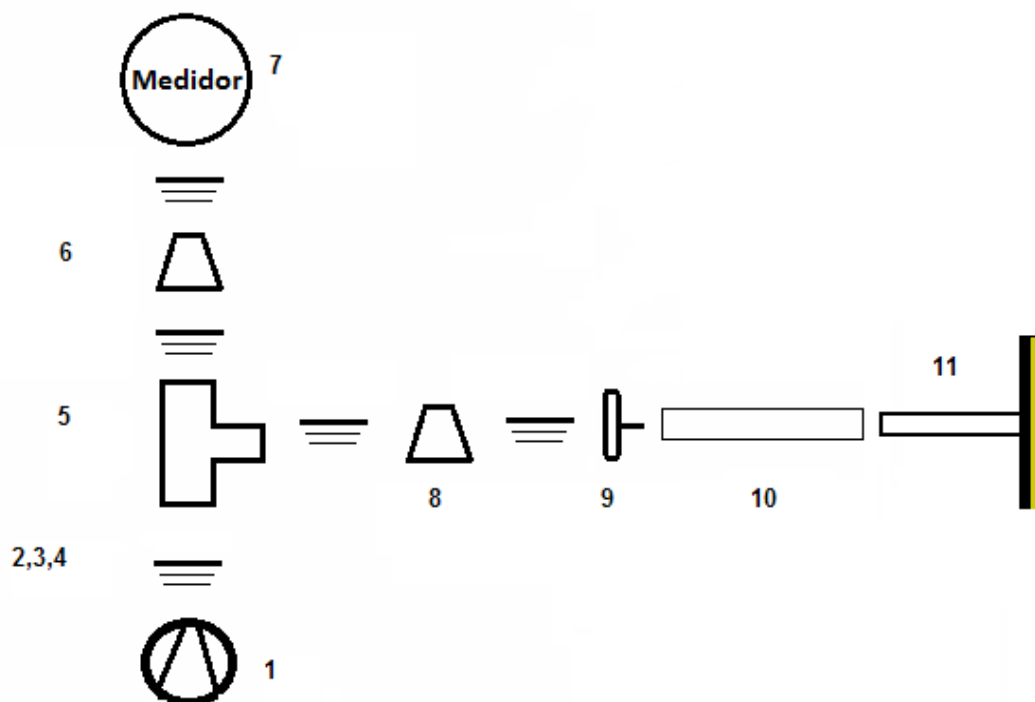


Figura 39: Esquema pieza final corte

## 4 INSTALACIÓN DE VACÍO

### 4.1 INSTALACIÓN DE VACÍO BÁSICA

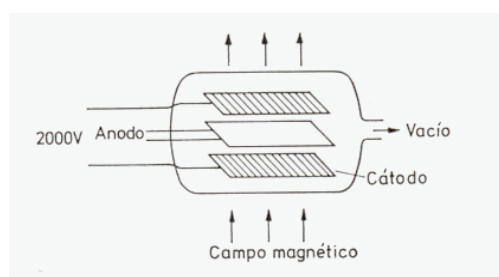
El objetivo es comparar entre sí los materiales de unión generando vacío dinámico. Las partes destacadas de la instalación son una bomba turbomolecular (1) que genera vacío en el interior del sistema y un medidor de presión (7) con el que puede valorarse el nivel de vacío. Todo ello conectado a la pieza fabricada (11). La *Figura 40* representa el esquema completo de la instalación. Los principios de funcionamiento de la bomba y el medidor se encuentran en el *Anexo C9*.



*Figura 40: Instalación de vacío básica*

#### Componentes (Figura 40)

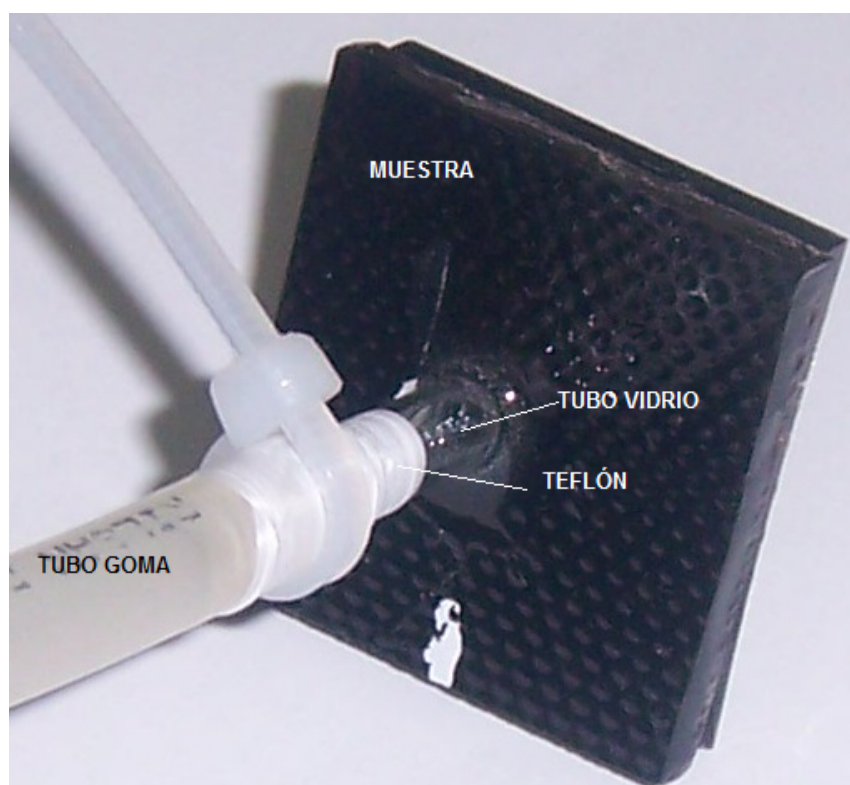
- 1) Bomba turbomolecular
- 2) Anillo de centrado (Repetida)
- 3) Junta de neopreno (Repetida)
- 4) Abrazadera (Repetida)
- 5) Tubo acero en T
- 6) Adaptador de diámetro
- 7) Medidor de presión tipo cátodo frío (*Figura 41*)
- 8) Adaptador de diámetro
- 9) Boquilla de unión metal-goma
- 10) Tubo de goma
- 11) Pieza (Detallado el tubo de vidrio, las placas y el material de unión)



*Figura 41: Cátodo frío*



En la unión 10 – 11 se cubre con cinta de teflón el tubo de vidrio previamente a su introducción en la goma y de nuevo por encima de la unión, la cremallera de plástico fija los elementos (*Figura 42*).



*Figura 42: Detalle de la unión vidrio-goma en pieza básica*

Trabajar con alto vacío es complicado; Pequeños factores que a otros niveles no son considerados aquí adquieren relevancia. Por ejemplo moléculas de agua del aire adheridas en el interior de la instalación, desprendimiento de moléculas de los materiales, las moléculas que atraviesan los materiales, etc pueden influir en los resultados, especialmente en vacío estático.

Para este apartado se medirá vacío dinámico, dado que no se dispone en un principio de llaves para cerrar el sistema. Una vez alcanzado vacío este se mantiene con la bomba encendida. Se comparan los resultados con los materiales de unión y teniendo en cuenta una referencia.

#### **Evaluación de la referencia de máximo vacío y de la unión vidrio-goma con teflón:**

El valor experimental de máximo vacío (y velocidad de caída de presión) se consigue sin los componentes 8, 9, 10, 11 colocando una tapa a la salida de la T. El volumen a vaciar es menor, pero es útil como valor frontera al que intentar aproximarse (*Tabla 22*).

Para evaluar la validez de la unión vidrio-goma se utiliza un tubo de vidrio taponado en lugar de una pieza, si la unión es buena debe alcanzarse el mismo vacío que con tapa. (*Tabla 22*)

*Tabla 22: Vacío con tapa o con tubo taponado, sirve como valor frontera al que aproximarse*

MUESTRA	Sin pieza (Tapa)	Sin pieza (Tapa)	Sin pieza (Tubo taponado)
PRUEBA	Máximo vacío	Máximo vacío	Unión goma-vidrio con teflón
PRESIÓN 9 min [mbar]	$2,9 \times 10^{-5}$	$2,9 \times 10^{-5}$	
PRESIÓN 15 min [mbar]	$2 \times 10^{-5}$	$2 \times 10^{-5}$	$2 \times 10^{-5}$

### Experimentación con piezas: Vacío máximo

La colección de muestras se detalla en el *Anexo D4*. Se experimenta con piezas selladas con óxido de boro, fundente, Araldit y de nuevo se experimenta con las piezas de fundente y óxido de boro, pero esta vez aplicando un sellado exterior. Los resultados del experimento indican que:

Los valores más aproximados al máximo se obtienen siempre con muestras selladas con Araldit, o que utilizan únicamente dicho producto.

En 15 minutos en muestras con araldit los resultados son cercanos a la referencia máxima (en todos los casos  $P < 4,9 \times 10^{-5}$  mbar)

Conseguir altos niveles de vacío no implica que ese valor pueda mantenerse en el interior de la pieza al ser cerrada con soplete.

### **Estudio de las gráficas de vacío con instalación básica (Vacío dinámico)**

Se gráfica la variación de presión con el tiempo, visualizando así la velocidad a la que se alcanza el vacío en los distintos experimentos. Incluso habiendo posibles fugas se llegaría a un valor estable en la que la entrada de aire por estas zonas se compensaría por la extracción realizada por la bomba. Esta velocidad de caída de la presión se considera es un buen indicador de la capacidad de mantener vacío. El cátodo frío ofrece resultados de presión desde  $10^{-3}$  mbar. Los datos se obtienen con el *Procedimiento: Toma de datos en vacío* descrito en el *Anexo C9*.

Debe hacerse hincapié en que los primeros valores medibles ( $10^{-3}$  mbar) se obtienen tras ~90 s, hay una caída de presión de 1013 mbar (Presión atmosférica) hasta  $1 \times 10^{-3}$  mbar en sólo 90 s.

Las curvas de la *Figura 43* son asintóticas y llegan todas a un nivel similar de vacío. El vacío está ayudando a cerrar la unión de las placas. Las posibles entradas de aire se compensan con la extracción de la bomba.

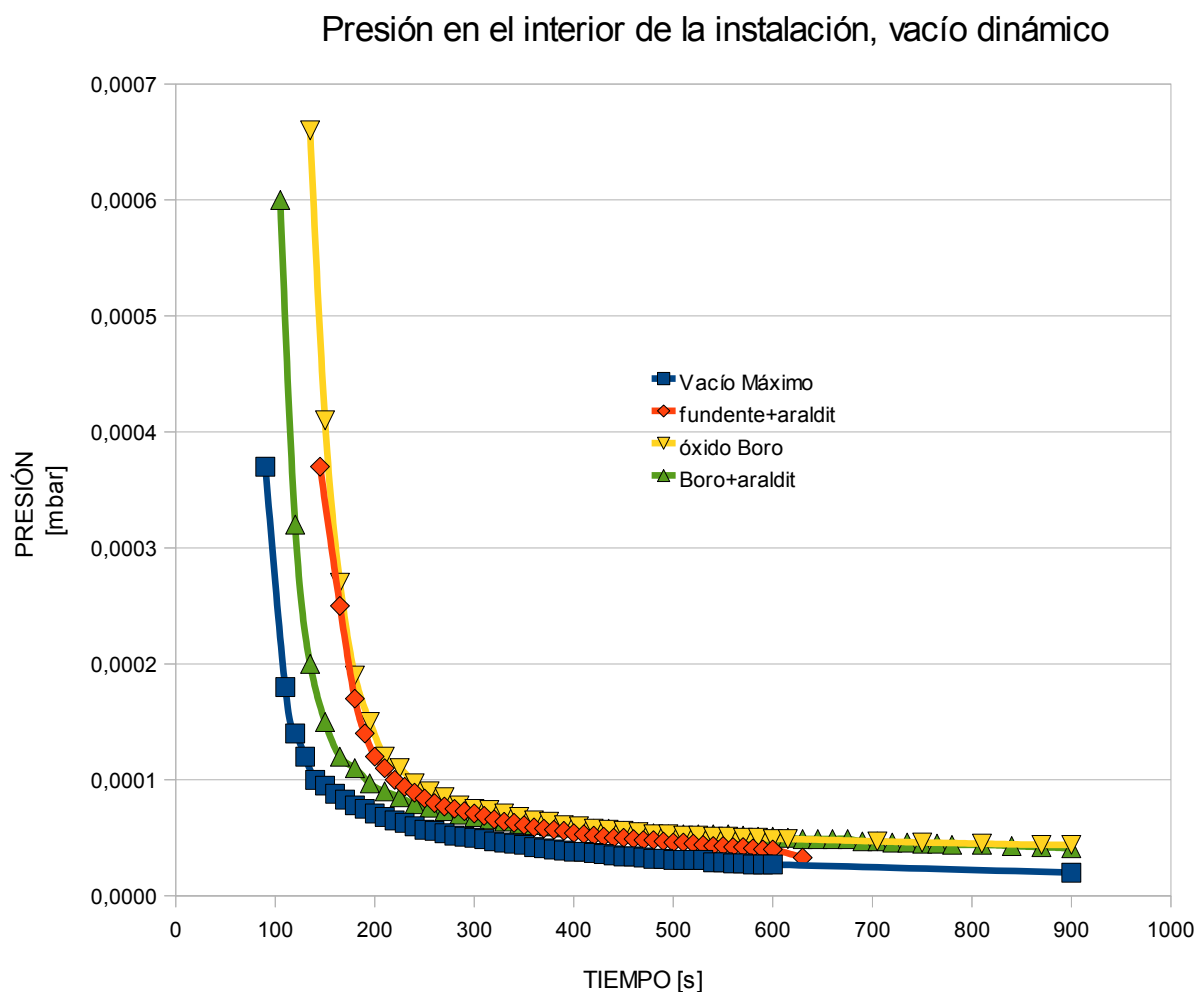
En cada caso se llega a estos valores de vacío a una velocidad distinta, el objetivo es acercarse al valor de la prueba realizada con tapa, que es la referencia máxima (*Figura 43* en color azul).

Las muestras selladas con Araldit alcanzan estos valores más rápidamente (*Figura 43* en colores naranja y verde).

En el *Anexo D4* se adjuntan distintas gráficas que ofrecen los mismos resultados. En este caso se toman los valores de presión una vez parada la bomba, cuando el vacío es mantenido únicamente por la inercia de la bomba. Con estos valores se grafica la velocidad a la que aumenta la presión en el interior de las piezas.

El mejor candidato para mantener vacío es definitivamente el Araldit. Ya se ha comprobado en puntos anteriores que dicho material soporta grandes cargas y la observación de la unión con SEM ha arrojado resultados muy favorables.

Estos experimentos Confirman que Araldit ha sido la elección correcta a la hora de fabricar las piezas finales.



*Figura 43: Gráfica de presión en la instalación, vacío dinámico*

## 4.2 RESULTADOS DE VACÍO DINÁMICO

*Araldit*, tanto individualmente como sellando piezas que utilizan otro producto, ha mostrado en todos los casos los mejores resultados de vacío dinámico.

El *óxido de boro* también ha dado buenos resultados, pero dado que el *araldit* presenta mayor capacidad de carga y el análisis de la estructura de la unión era prometedor, se descarta el *óxido de boro*.

Los valores de presión de vacío dinámico estabilizado ( $\sim 10^{-5}$  mbar) son en todos los casos mejores a los utilizados en empresas que trabajan con tubos de neón ( $\sim 10^{-3}$  mbar), pero incluso los valores en estas empresas se consideran sobredimensionados respecto a las necesidades reales en un tubo de descarga.

El objetivo es, una vez se vaya a introducir gas, que pueda mantenerse un vacío estático del orden de  $\sim 10^{-3}$  mbar. Para ello son necesarias nuevas llaves de vidrio y metal que se presentan en el punto siguiente.

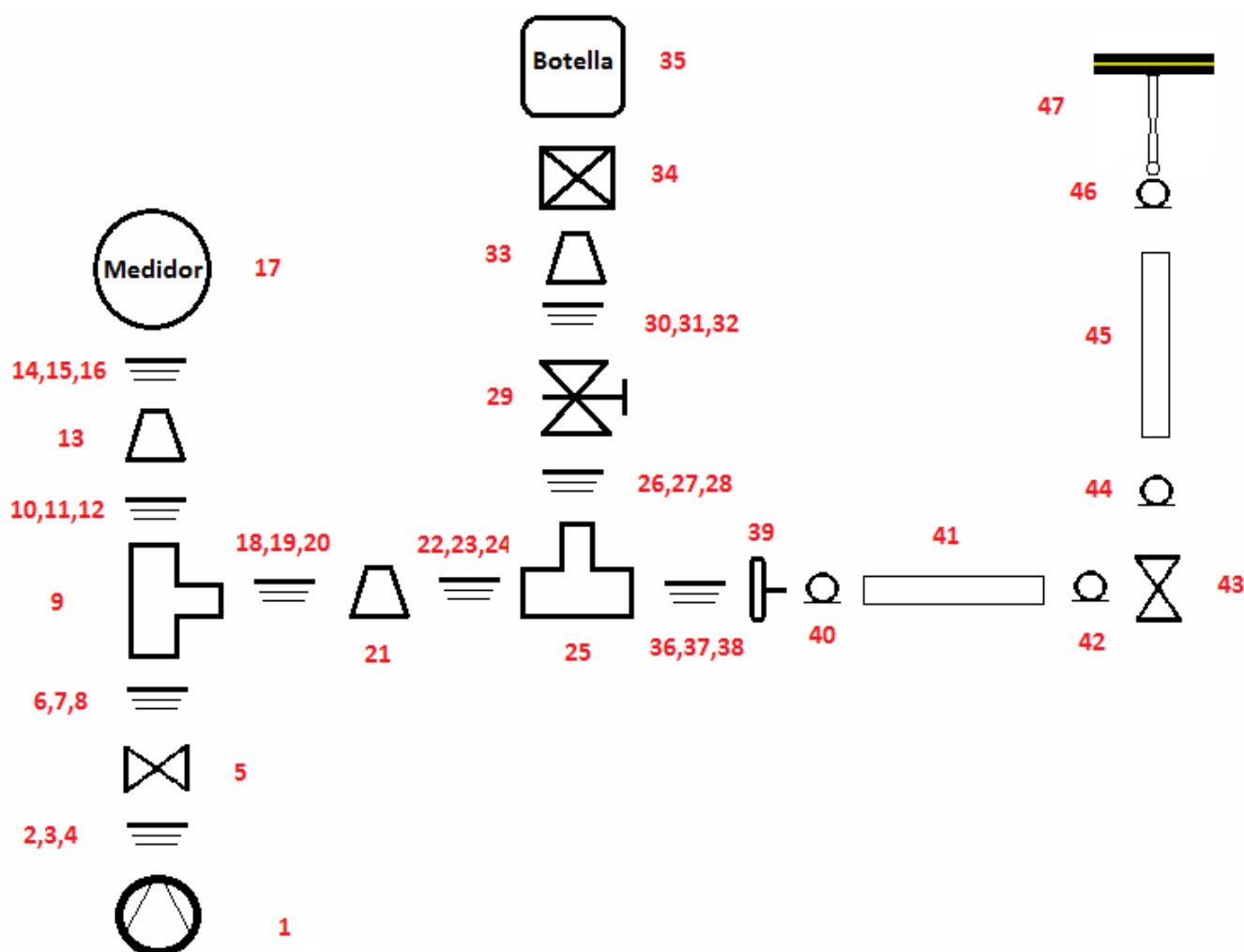
### 4.3 INSTALACIÓN DE VACÍO COMPLETA

Una instalación profesional de vacío e introducción de gas como las usadas en las empresas de tubos de descarga tiene un elevado coste, el objetivo del punto es diseñar y construir por partes una instalación que pueda permitir el mismo proceso.

La *Figura 44* ilustra el esquema de la instalación completa, todas las juntas son engrasadas con grasa de vacío. El medidor dispone de un filtro que protege al medidor de partículas dañinas.

La botella viene provista de un latiguillo o tubo metálico en zigzag, que puede ser llenado de gas, en lugar de manipular el gas de la botella, es más sencillo manipular el contenido en el latiguillo.

Hay que coordinar el montaje de piezas que provienen de diversas empresas; Las piezas metálicas vienen de empresas dedicadas al vacío, las llaves y tubos de vidrio llegan desde empresas centradas en la química, el gas neón en botella pequeña (12 l) con latiguillo es un producto adquirido a una empresa de suministros para empresas de iluminación.



*Figura 44: Instalación completa de vacío e introducción de gas*

La lista de elementos se encuentra en la *Tabla 23*, en color amarillo destacan los principales.

Tabla 23: Piezas de la instalación completa

Nº	Nombre	DN	Nº	Nombre	DN
1	Bomba Pfeiffer Turbomolecular	40	25	Tubo acero en T	25/16
2	Anillo C entrado	40	26	Anillo C entrado	16
3	Junta Neopreno	40	27	Junta Neopreno	16
4	Abrazadera	40	28	Abrazadera	16
5	Llave vacío	40	29	Medidor flujo	16
6	Anillo C entrado	40	30	Anillo C entrado	16
7	Junta Neopreno	40	31	Junta Neopreno	16
8	Abrazadera	40	32	Abrazadera	16
9	Tubo acero en T	40	33	Adaptador	16/lave
10	Anillo C entrado	40	34	Llave dosificadora / reductora	-
11	Junta Neopreno	40	35	Botella Neón 12l	-
12	Abrazadera	40	36	Anillo C entrado	25
13	Adaptador	40/25	37	Junta Neopreno	25
14	Anillo C entrado	25	38	Abrazadera	25
15	Junta Neopreno	25	39	Reductor tubo	25
16	Abrazadera	25	40	Abrazadera 22/30	
17	Medidor vacío	25	41	Tubo 1m 6mm	-
18	Anillo C entrado	40	42	Abrazadera 22/30	-
19	Junta Neopreno	40	43	Llave 3 vías 6mm	-
20	Abrazadera	40	44	Abrazadera 22/30	-
21	Adaptador	40/25	45	Tubo 1m 6mm	-
22	Anillo C entrado	25	46	Abrazadera 22/30	-
23	Junta Neopreno	25	47	Muestra olivada	-
24	Abrazadera	25			

El procedimiento de manejo de la instalación puede describirse con los siguientes pasos:

La bomba (1) hace vacío en la instalación. Se efectúa una purga introduciendo gas neón (35) para que las posibles moléculas que queden en el interior del sistema pertenezcan a este.

La llave 5 se cierra para proteger la bomba turbomolecular. Es factible esperar un nivel de vacío estático de  $10^{-3}$  mbar. Entonces se introduce gas con la llave 29 desde el latiguillo. El gas ha disminuido su presión al pasar la llave 34 y se distribuye por la instalación.

El siguiente paso es cerrar la llave de tres vías (43) aislando la parte final de la instalación, luego se corta con soplete el tubo de vidrio de la pieza (47) por la zona más estrecha (dejándola sellada). Durante el corte con soplete el propio vacío ayuda a cerrar la apertura.

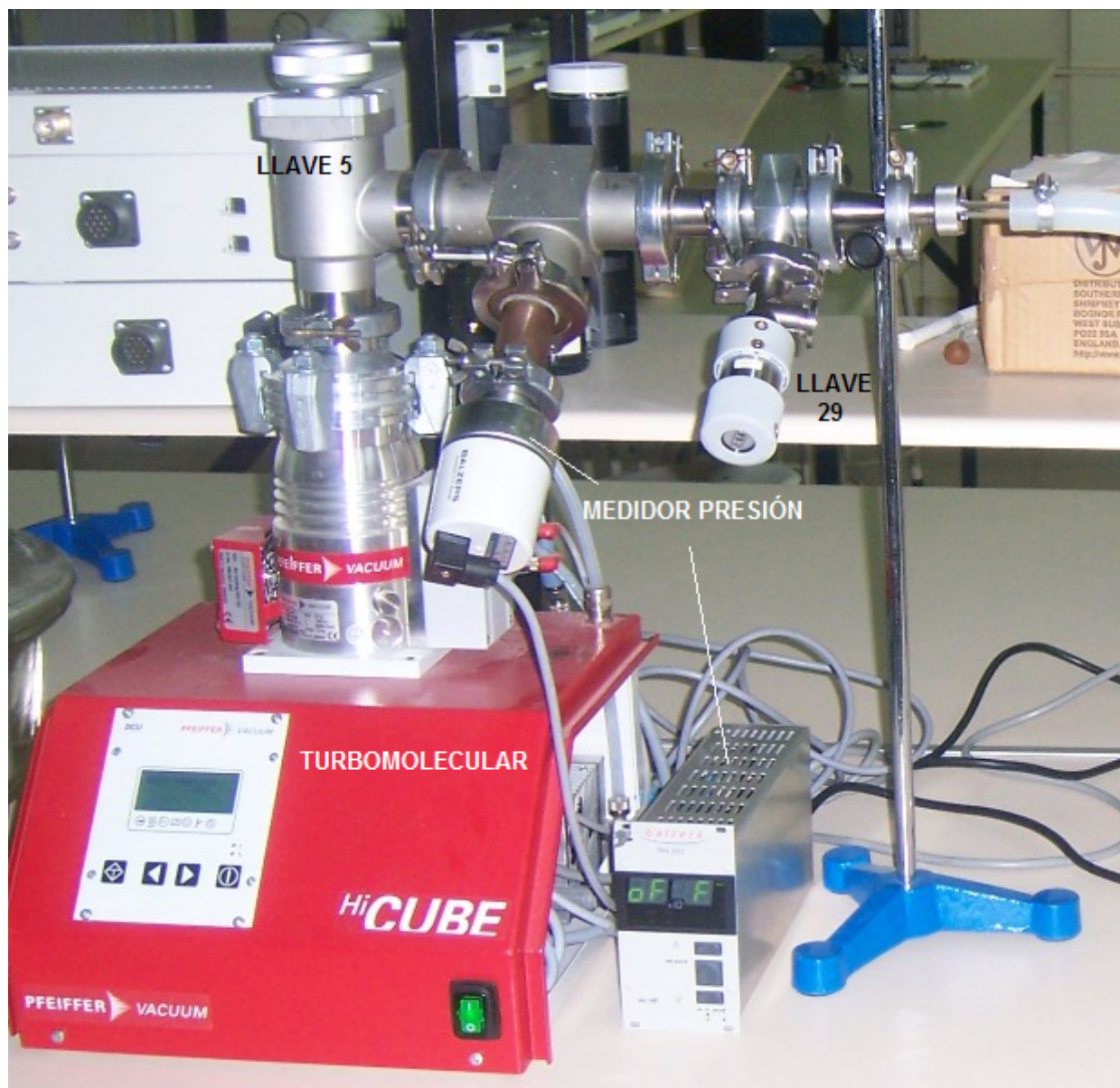
La pieza llena de gas puede ser trasladada y experimentarse la iluminación.

El vacío en el sistema se rompe abriendo la llave de tres vías (43), la llave 5 puede abrirse una vez apagada la bomba turbomolecular y que frene a 100 Hz.

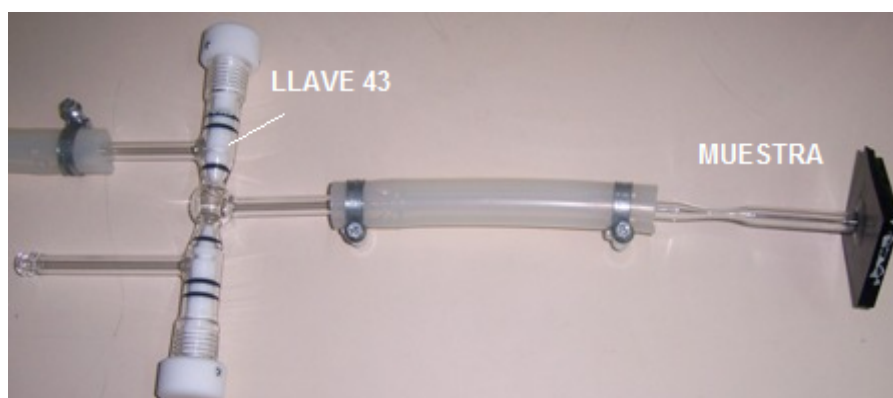
### Resultados de vacío estático:

Debido al tiempo necesario para reparar el medidor de presión y retrasos en la llegada del gas neón y latiguillo no pudieron realizarse experimentos de llenado de gas en las piezas con esta instalación.

Se solicitó a una empresa del sector de los tubos de descarga llenar una pieza final que además, al ser realizada por expertos con maquinaria especializada, sirve como referente de la mejor calidad de llenado que es posible conseguir.



*Figura 45: Algunos de los elementos de la instalación de vacío*



*Figura 46: Detalle unión a una pieza final*



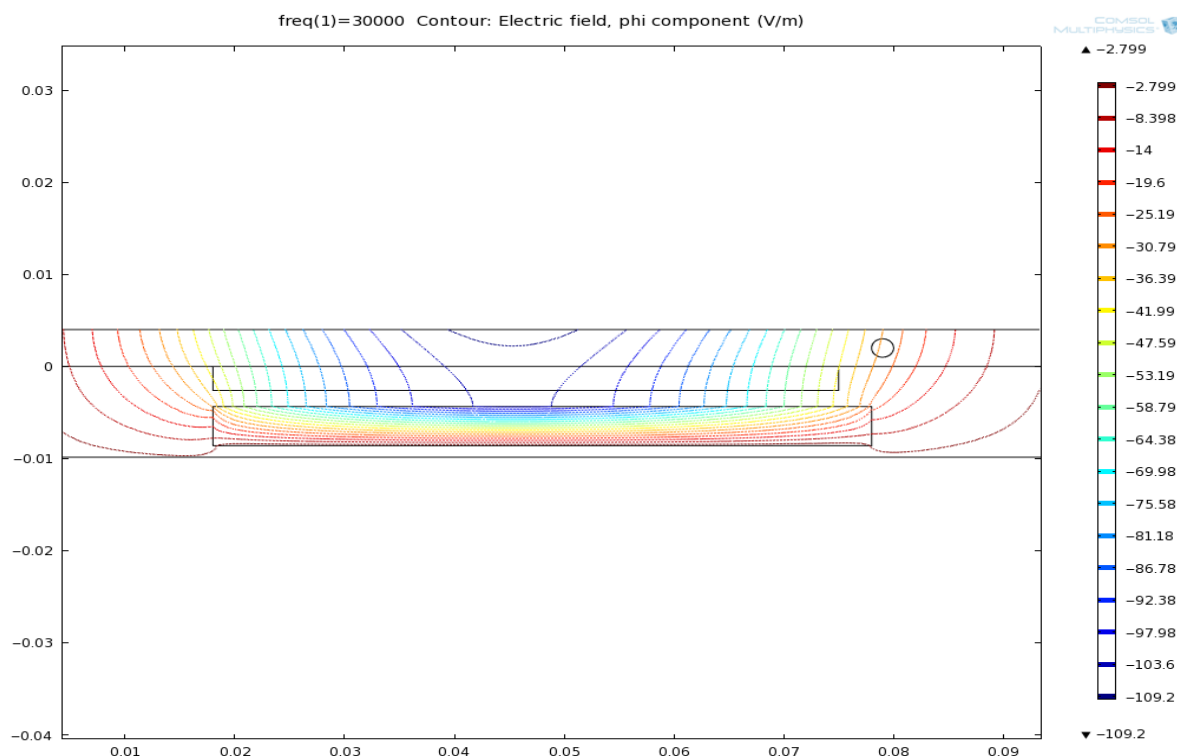
## 5 ILUMINACIÓN

### 5.1 APLICACIÓN A PLACAS DE INDUCCIÓN

En una placa de inducción existen bobinas, así como campos residuales que no son utilizados para calentar el producto, sino que descargan a través del usuario.

El grupo BSH suministra gráficas del campo tanto en el plano de la placa ( $E_r$ ) como perpendicular a ella ( $E_\phi$ ). Estos campos no encienden directamente un tubo de descarga (ver *Apartado 2*).

En la dirección vertical, el campo ( $E_\phi$ ) apenas llega a 15 V/m, en la dirección radial ( $E_r$ ) este campo es mayor y va a analizarse (*Figura 47*).



*Figura 47: Campo  $E_\phi$  alrededor de una bobina de la placa de inducción*

El objetivo es atrapar el campo  $E_r$  y caracterizar la potencia que puede suministrar construyendo un transformador [4]. Interesa saber si la potencia es suficiente para las lámparas de menor tamaño. La otra posibilidad es, lógicamente, que la lámpara disponga de un circuito propio derivado de red.

#### Experimento: Transformador

Se arrollan hilos de bobinar alrededor de una bobina de inducción; Se debe tener en cuenta que existen ciertas diferencias con un transformador. Los experimentos se realizan colocando una olla con agua, la cual cierra el circuito magnético. Lo que atrapamos alrededor de las bobinas de la placa puede considerarse campo residual. El movimiento de la olla causa variaciones en el flujo magnético. Otra fuente de variación del flujo es que, dependiendo de la potencia seleccionada (1-9), la placa realiza ciclos de conexión-desconexión, modificando también con ello el flujo.

Es posible jugar con los valores de tensión e intensidad modificando el número de espiras que arrollamos alrededor de la bobina de la placa (*Tabla 24*). La potencia total entregada va a ser idealmente la misma, con la salvedad de que el sistema es real y existen diferencias ya comentadas.



Tabla 24: Tensión en bornes de las espiras medido con voltímetro, circuito abierto

Espiras	Tensión [V]
2	6
4	12,5
8	25
12	50
24	100

En el caso de colocar una resistencia de  $100 \pm 5\% \text{ k}\Omega$  con 24 espiras y al número 9 de placa, se mide con osciloscopio  $\sim 500 \text{ mW}$  de potencia disipada.

*Ejemplo: Una lámpara Ne-2 consume  $\sim 30 \text{ mW}$  y la caída de tensión en zona glow es  $\sim 60 \text{ V}$ , en esta situación la intensidad puede calcularse como  $0,5 \text{ mA}$  según la ley de Ohm  $V=I \cdot R$ . La resistencia en serie que lleva la lámpara, en el caso de lámparas para conexión a tensiones entre  $105\text{-}125 \text{ V}$  (Las usadas para conectar a  $120\text{V}$ ) es de  $100 \text{ K}\Omega$ , la potencia consumida por la resistencia es de  $P=V \cdot I=25 \text{ mW}$ . El total son  $55 \text{ mW}$ . Dado que debe considerarse la tensión de ruptura, oscilaciones, etc, los valores son algo mayores.*

En general, para lámparas de este tamaño dependiendo de la resistencia, tensión a la que se conectan, brillo deseado, frecuencia y diseño de la lámpara la potencia consumida se sitúa entre  $70 \text{ mW}$  y un máximo de  $500 \text{ mW}$ .

El experimento cuyos datos aparecen en la Tabla 25 utiliza en bornes de las espiras una lámpara de neón con resistencia de  $130 \text{ K}\Omega$  y tensión necesaria de  $250 \text{ V}$ . Se utilizan como máximo 24 espiras por lo que la tensión no es suficiente para encender de manera autosostenida la lámpara, actuará como circuito abierto hasta llegar a la zona de avalancha Townsend, permitiendo entonces el paso de corriente (Figuras 48 y 49).

Tabla 25: Espiras arrolladas, conectado a luz de neón valores rms

Nº ESPIRAS	Nº PLACA	TENSIÓN [V]	INTENSIDAD [mA]	POTENCIA [mW]
24	9	100	3	280
24	9	95	3	480
12	9	60	2,5	163
12	4	35	2,7	93
12	1	Entre 3 y 35	2,6	Entre 9 y 93
8	9	30,7	1	60
8	4	19,5	1	21,5
8	1	Entre 3,5 y 20	Entre 750 y 2	Entre 3 y 20

En los picos de potencia la lámpara se enciende, controlando  $V$  e  $I$  con el número de espiras podrían encenderse lámparas pequeñas en muchos de los casos.

Sólo es posible obtener potencia en los momentos en que la placa se conecta, los valores de mayor oscilación se dan al seleccionar el nº1 en los botones de control de la placa.

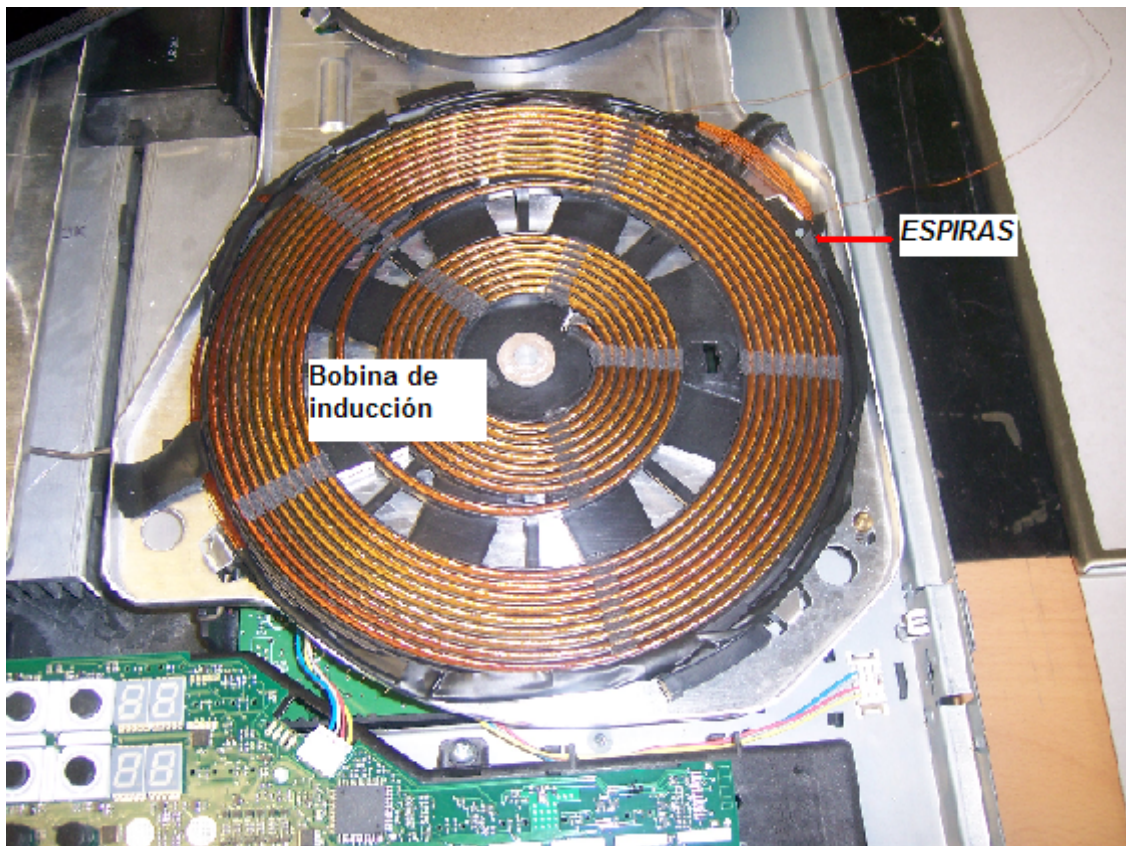
Pueden afectar a los resultados: Oscilaciones del flujo magnético, tiempo de cálculo del osciloscopio, número seleccionado en la placa, momentos en que la lámpara no conduce, etc

La tensión varía proporcionalmente con el número de espiras, la intensidad con la lámpara conectada es constante para un determinado número de espiras, esto es debido a que la resistencia en serie controla que no se dispare la intensidad.

En el Anexo C10 aparecen fotos de otros elementos utilizados.



*Figura 48: Valoración de potencia capturada alrededor de la bobina de la placa*



*Figura 49: Espiras arrolladas alrededor de la bobina de la placa*

## 5.2 PROTOTIPO BÁSICO CON TUBO DE DESCARGA

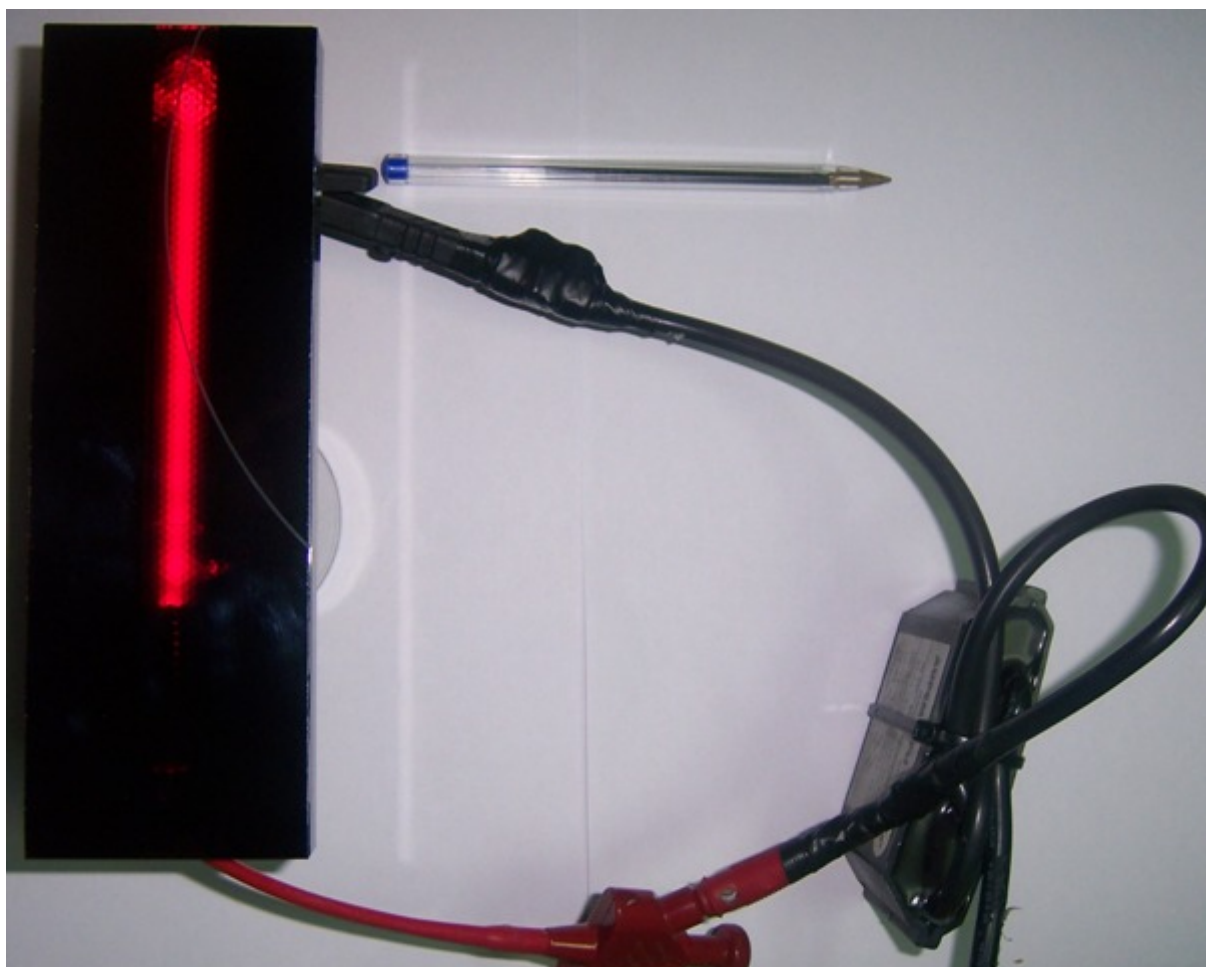
Calculamos las necesidades de un tubo de gas neón con 7 cm de distancia entre electrodos, 10 cm totales y 8 mm de diámetro según la fórmula de un catálogo de transformadores (*Tabla 1*).

$$0,07\text{ m} \times 1220 + 3 \times 300 = 908,54\text{ V}$$

La fórmula es aplicable en los tamaños de neón trabajados en anuncios luminosos, a partir de 10 cm. En este prototipo se llega al mínimo posible en un trabajo de este tipo de empresas, se han unido directamente dos electrodos. Los electrodos no son únicamente una pieza metálica, si no que ya vienen en un pequeño tubo de vidrio preparados para unirse al tubo de descarga.

En el *Anexo C10* aparecen fotos de los electrodos y el resultado final al unirlos.

Utilizamos un transformador electrónico para encender este prototipo. El tubo se coloca dentro de un hueco esculpado en un bloque de plástico negro, y sobre esto directamente una placa vitrocerámica (*Figura 50*).



*Figura 50 : Neón 7 cm entre electrodos bajo placa de inducción 1000 V*

Es factible tener luz con la colocación directa de un neón bajo la placa vitrocerámica

Los valores de tensión necesarios se confirman, como ya se ha previsto en apartados anteriores, elevados. Es complicado que pueda tener interés comercial colocar luces de este tamaño o mayores bajo una placa de inducción.



### 5.3

### PIEZA FINAL TRABAJADA EN TALLER DE NEÓN

Se contacta con una empresa dedicada a los tubos de neón, con el objetivo de que llenen y cierren una pieza final. Esta pieza conlleva el mejor resultado que puede obtenerse con una maquinaria profesional y logrado por gente con experiencia.

La intención es encender el gas con un chispómetro, aparato que provoca descargas seguidas de miles de voltios. Se coloca un electrodo para facilitar el encendido.

El principal problema, como habitualmente en el desarrollo del proyecto, es el material de unión, la empresa transmite serias dudas de que haya un material de unión para la pieza que pueda soportar permanentemente baja presión, ciclos térmicos y descargas. Además, los tubos de neón se precalientan antes de cerrar a 400°C, para favorecer el proceso, esto no va a poder ser realizado en nuestra pieza porque afectaría al Araldit.

La pieza final es cerrada sin problemas, lográndose el nivel de vacío normal y el llenado es correcto, en el momento de la prueba se ilumina perfectamente como cualquier tubo de neón. El problema se presenta cuando 24 horas después, la pieza parece no haberse mantenido sellada, puesto que la luz es mucho más tenue que el día anterior. No obstante este nivel de luz se mantiene durante meses. Se considera que sí se ha mantenido el gas sellado, pero que las elevadas descargas eléctricas, sumadas a la succión que la baja presión hace sobre el Araldit han resultado en la liberación de moléculas, contaminando así el gas neón. Si no se hubiera mantenido el sellado, la entrada de aire a presión atmosférica hubiera requerido tensiones más elevadas y la descarga debería ser de un color azulado.



*Figura 51: Luz en pieza final obtenida con chispómetro*

Dado que el tubo ha perdido poder luminoso, no es posible ver la figura esculpida iluminada con la suficiente intensidad para ser fotografiado.

## **6 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS**

### **Conclusiones**

Una vez concluido este proyecto, con los estudios y ensayos correspondientes, pueden extraerse las siguientes conclusiones:

- Se ha mostrado la necesidad de diferenciación estética de placas de inducción.
- Se ha llevado a cabo un estudio del estado del arte que ha permitido seleccionar como punto de partida la tecnología de iluminación con gas neón frente a otras alternativas como el uso de mercurio, también ha permitido valorar tamaños y tensiones necesarias.
- Se ha diseñado y preparado un modelo de pieza adecuado para el desarrollo del proyecto, estudiando para ello distintas técnicas de fabricación.
- Se han definido métodos de caracterización mecánica para el estudio de los adhesivos preparados para el sellado de muestras.
- A partir de los estudios mecánicos y de las opciones estudiadas se ha seleccionado un material sellante para ser aplicado en la fabricación de las piezas.
- Se ha diseñado y construido una instalación adecuada para crear la atmósfera necesaria en el interior de las piezas, así como los útiles necesarios para adaptar dichas piezas a la instalación.
- Se han estudiado las posibilidades de iluminación que ofrecen los tubos de descarga, llevando a cabo experiencias concretas con tubos de descarga y las piezas fabricadas.

### **Líneas futuras**

Como parte final del proyecto, dada la imposibilidad técnica de profundizar en el estudio luminiscente de las piezas formadas, se consideran varias posibilidades de continuación en base a la información que resulta de la realización del mismo.

- Posibilidad de acceso al material vitrocerámico en verde, de modo que el mecanizado del mismo durante su fabricación pueda reducir drásticamente el tiempo y los recursos necesarios, especialmente en cuanto a tecnología láser.
- Estudio del uso de equipos láser de menor longitud de onda (Ultravioleta) para realizar el escarbado. Se considera que menores longitudes de onda conllevan una mayor efectividad en el mecanizado.
- Desarrollo de un material adhesivo que cumpla los requisitos propuestos.
- Sustitución del tubo de las lámparas de descarga por tubos vitrocerámicos, pudiendo integrarse bajo la placa sin dilatación.
- Diseño de lámparas de neón con dimensiones y formas geométricas adecuadas al objetivo perseguido y a los requisitos de funcionamiento, de modo que puedan adaptarse lo mejor posible a las superficies de cocción comerciales.