



UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO

**CAMPUS GUANAJUATO
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN MINAS,
METALURGIA Y GEOLOGÍA**

**“DESARROLLO DE DISPOSITIVO ELECTRÓNICO
PARA MONITOREAR ALEACIONES PRODUCIDAS
POR MOLIENDA MECÁNICA”**

TESIS PROFESIONAL

**PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO METALÚRGICO**

**PRESENTA:
LUIS ANTONIO PADRÓN SÁNCHEZ**

**DIRECTOR DE TESIS:
DR. LÓPEZ BÁEZ ISRAEL
CODIRECTORA DE TESIS:
DRA. RUIZ LUNA HAIDEÉ**

GUANAJUATO, GTO.

FEBRERO 2020

Resumen

La presente investigación tiene como propósito el desarrollar un dispositivo electrónico para monitorear experimentalmente aleaciones producidas por metalurgia de polvos, específicamente aquellas aleaciones producidas mediante aleado mecánico. El dispositivo electrónico que se desarrolló es capaz de detectar cambios magnéticos a partir de cambios estructurales que experimenta un material metálico (deformación plástica y naturaleza de las fases presentes). El dispositivo electrónico emplea un circuito integrado NE555 en su configuración de multivibrador astable (inestable). La optimización del dispositivo radicó en evaluar bobinas con diferente inductancia, corriente de alimentación y cantidad de muestra. La bobina que presentó mejores resultados fue la B1EX con una inductancia de 0.22 mH. Los sistemas que se monitorearon fueron Co-29Cr-6Mo y Fe-40Al, ambos procesados por molienda mecánica de alta energía (material proporcionado). Como resultados cualitativos importantes se tiene el efecto sobre la saturación y permeabilidad magnética del material conforme el tiempo de molienda incrementa. El sistema Co-29Cr-6Mo presentó un cambio de fase entre 10 y 15 horas de molienda, para el sistema Fe-40Al se presentó una saturación magnética elevada, que indica que el material tiene una permeabilidad magnética muy alta (ferromagnetismo).

Dedicatoria

Esta tesis está dedicada a la memoria de mi padre J. Guadalupe Mendoza Hernández quién me alentó a seguir estudiando y, durante muchos años compartió conmigo su sabiduría y amor por el trabajo. La fuerza y la fe de mi padre durante el último año de su vida me dieron una nueva apreciación del significado y la importancia de la familia. Vivió su vida, actuando concienzudamente sobre sus creencias, ayudando tanto a familiares como a extraños necesitados. Su ejemplo me mantuvo soñando cuando quise rendirme.

A ti madre por ser una mujer que simplemente me hace llenar de orgullo, te amo y no va a haber manera de devolverte lo tanto que me has dado y enseñado. Esta tesis es un logro más que llevo a cabo, y sin lugar a duda ha sido gran parte gracias a ti. Yo no me encontraría en esta situación de no ser por tu ayuda, compañía y amor. Te doy gracias sinceramente.

Y como olvidar a Mariela, ella pues, siendo la mayor motivación en mi vida encaminado al éxito, fue el ingrediente perfecto para lograr alcanzar esta dichosa y muy merecida victoria en la vida, el poder haber culminado esta tesis con éxito, y poder disfrutar del privilegio de ser agradecido, ser grato con esa persona que se preocupó por mí en cada momento y que siempre quiso lo mejor para mi porvenir.

Agradecimientos

Dios, tu amor y tu bondad no tienen fin, me permites sonreír ante todos mis logros que son resultado de tu ayuda, y cuando caigo y me pones a prueba, aprendo de mis errores y me doy cuenta de que los pones en frente mío para que mejore como ser humano, y crezca de diversas maneras.

Gracias a mi madre Martina Padrón Sánchez por ser el principal promotor de mis sueños, gracias por cada día confiar y creer en mí y en mis expectativas, gracias por estar dispuesta a acompañarme cada larga y agotadora noche de estudio, agotadoras noches en las que tu compañía fue un impulso; gracias a mi padre J. Guadalupe Mendoza Hernández por siempre desear y anhelar lo mejor para mi vida, gracias por cada consejo y por cada una de sus palabras.

También quiero agradecerle al profesor Israel López Báez por cada detalle y momento dedicado para aclarar cualquier tipo de duda que me surgiera, agradecerle por la claridad y exactitud con la que enseñó cada clase y por su apoyo para la elaboración de esta tesis. Agradezco también a la Dra. Haideé Ruiz Luna por la aportación de materia prima para producir las aleaciones monitoreadas (proyecto CB-2016-01-286086 financiado por CONACYT), y la caracterización por DRX (Universidad Autónoma de Zacatecas Francisco García Salinas).

Gracias a la Universidad de Guanajuato por haberme permitido ser parte de ésta, gracias a todas las personas, amigos, compañeros y profesores que fueron partícipes de este proceso, ya sea de manera directa o indirecta, gracias a todos ustedes, fueron Ustedes los responsables de realizar su pequeño aporte, que el día de hoy se ve reflejado en la culminación de mi paso por la Universidad. Al laboratorio LICAMM del Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología de la Universidad de Guanajuato, por prestar sus instalaciones para el desarrollo del proyecto. Al Q. en A. Martín Adelaido Hernández Landaverde por realizar los análisis de DRX en CINVESTAV, Qro.

Gracias a mi pareja Mariela Soto Rodríguez por entenderme en todo, gracias a ella porque en todo momento fue un apoyo incondicional en mi vida, fue la felicidad encajada en una sola persona, fue mi todo reflejado en otra persona a la cual yo amo demasiado, y por la cual estoy dispuesto a enfrentar todo y en todo momento.

La vida es hermosa, y una de las principales características de esta hermosura es que la podemos compartir y disfrutar con quienes amamos, podemos ayudar y guiar a muchas personas si ellas lo permiten, pero también podemos ser ayudados y guiados durante nuestra vida; por esto mismo, mediante estos agradecimientos de tesis, quiero exaltar la labor de todos mis amigos, Jesús Eduardo Baeza Álvarez, José Luis Ramírez Terán, Vicente Jiménez Torres y Adrián Salgado Vásquez, gracias por estar presentes en estos años de estudiantes, gracias por su compañerismo, apoyo y amistad.

Tabla de contenido

CAPÍTULO I, INTRODUCCIÓN	10
1.1 Introducción	11
1.2 Antecedentes.	12
1.2.1 Ruido magnético de Barkhausen.	12
1.2.2 Corrientes de Eddy.	13
1.2.3 Técnicas para caracterizar la estructura de los materiales.	16
1.3 Justificación.....	21
1.4 Objetivos.	22
1.5 Hipótesis.....	22
CAPÍTULO II, MARCO TEÓRICO	23
2.1 Fundamentos de la investigación.	24
2.2 Electromagnetismo.....	24
2.3 Ley de Lenz.....	24
2.4 Comportamiento magnético de los materiales.	25
2.5 Materiales magnéticos.....	26
2.6 Inductores.	33
2.6.1 Características de una bobina.	33
2.7 Corrientes de Eddy.....	34
2.7.1 Efecto de las corrientes de Eddy.....	34
2.8 Principio de funcionamiento de los detectores de metales.....	35
2.9 Circuitos eléctricos.....	36
2.10 Circuito Integrado NE555.....	36
2.10.1 Características del NE555.	37
2.10.2 Modos de operación del NE555.	38
2.11 Resonancia eléctrica.....	39
2.12 Aleado mecánico.....	40
CAPÍTULO III, METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	42
3.1 Metodología experimental.	43
3.2 Circuito eléctrico base.....	43
3.3 Características de las bobinas.....	44
3.4 Características de los portamuestras.	46

3.5 Funcionamiento del circuito.....	47
3.5.1 Efecto de la corriente de 4 a 20 mA.	49
3.6 Equipos auxiliares.	49
3.7 Optimización de la señal de la bobina.....	51
3.8 Muestras a detectar, Co-29Cr-6Mo (% en peso) y Fe-40Al (% atómico).	55
3.9 Diagrama de flujo de proceso para monitorear la aleación.....	55
3.9.1 Preparación de las partículas metálicas.	57
3.10 Difracción de rayos X.	57
CAPÍTULO IV, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	58
4.1 Cambio de frecuencia debido al Co-29Cr-6Mo.	59
4.2 Efecto de la cantidad de muestra en el ΔHz	62
4.3 Efecto del tamaño de partícula en el ΔHz	63
4.4 Evolución estructural de la aleación Co-29Cr-6Mo por DRX.....	64
4.5 Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por ΔHz	67
4.6 Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por DRX.	68
CAPÍTULO V, CONCLUSIONES.....	70
5.1 Conclusiones.	71
5.2 Áreas de oportunidad.	72
Anexo 1	73
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.	75

Lista de tablas

Tabla 1. Elementos magnéticos.	31
Tabla 2. Componentes del NE555.	37
Tabla 3. Nomenclatura y características de las bobinas.	45
Tabla 4. Nomenclatura y características de los portamuestras.	46
Tabla 5. Tiempos de molienda mecánica para los diferentes sistemas.	55

Lista de figuras

Figura 1.1. Esquema experimental para monitorear una superficie por RB [3].	13
Figura 1.2. Interacción entre los rayos X y la estructura cristalina de un material....	17
Figura 1.3. Esquema de un MET.	19
Figura 2.1. Material ferromagnético, a) momentos magnéticos dentro de los dominios, b) orientación de los momentos magnéticos en dirección a un campo magnético externo, c) magnetismo remanente en los dominios.	27
Figura 2.2. Orientación de los momentos magnéticos al campo externo de un material paramagnético. a) material paramagnético, b) y c) aplicación de un campo magnético externo, orientación secuencial de los momentos magnéticos, y d) momentos magnéticos orientados en dirección paralela al campo magnético.	29
Figura 2.3. Orientación de los momentos magnéticos de un material diamagnético debido a un campo externo, a) material diamagnético, b), c) y d) orientación en sentido opuesto de los momentos magnéticos debido a un campo externo.	30
Figura 2.4. Levitación diamagnética.	31
Figura 2.5. Líneas de campo magnético en una bobina.	33
Figura 2.6. Principio de corrientes parásitas o de Foucault. a) La corriente alterna fluye por la bobina generando un campo magnético, b) Cuando se acerca la bobina a un material conductor de corriente eléctrica, se inducen corrientes en el material (color rojo), y c) Si un defecto en el material conductor perturba la circulación de la corriente, produce un cambio en la frecuencia de la bobina (amarillo).	34
Figura 2.7. NE555. a) Circuito integrado, b) Identificación del patillaje.	37
Figura 2.8. Modos de operación del NE555, a) Función astable, b) Función monoestable.	39
Figura 3.1. Circuito eléctrico utilizando el NE555 para generar una señal variable.	43
Figura 3.2. Componentes del circuito electrónico.	44
Figura 3.3. Empaque display box (Cinta teflón “TRUPER”).	45
Figura 3.4. Bobinas elaboradas.	46
Figura 3.5. Portamuestras empleados, a) cavidad, concentración uniforme, b) cavidad, concentración en el centro y c) cavidad, concentración en un costado.	46
Figura 3.6. Funcionamiento del dispositivo electrónico, a) bobina energizada por el NE555, b) interacción de la muestra con la bobina.	48
Figura 3.7. Señal periódica aplicada a la bobina de inspección.	48
Figura 3.8. Generador de señal constante.	49
Figura 3.9. Multímetro GDM-8351.	50
Figura 3.10. Fuente de poder regulada STEREN.	50
Figura 3.11. Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 28 AWG, a) bobina B2M, b) bobina B3M, c) bobina B4M.	52
Figura 3.12 Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 23 AWG, a) bobina B2G, b) bobina B3G, c) bobina B4G.	53
Figura 3.13. Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 21 AWG, a) bobina B1Ex, b) bobina B2Ex, c) bobina B3Ex.	54
Figura 3.14. Proceso para el monitoreo de aleaciones.	56

Figura 3.15. Difractómetro Bruker.	57
Figura 4.1. Evolución estructural de la aleación Co-29Cr-6Mo por cambio de frecuencia. Las condiciones de operación son la siguientes: 12 volts y 9 mA de alimentación, a) B2M, b) B2G, c) B2Ex y d) B1Ex.	61
Figura 4.2. Efecto del porcentaje de muestra en la caracterización de aleado mecánico para el sistema Co-29Cr-6Mo, a) 7.5 horas y b) 12.5 horas.	63
Figura 4.3. Efecto del tamaño de partícula.	63
Figura 4.4. Patrón de DRX del Co puro (polvo inicial).	65
Figura 4.5. Evolución estructural del sistema Co-29Cr-6Mo de 0 a 50 horas de molienda mecánica.	65
Figura 4.6. Presencia de la Fase CCC en el sistema Co-29Cr-6Mo para tiempos de molienda prolongados.	66
Figura 4.7. Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por cambio de frecuencia (Bobina B1Ex).	67
Figura 4.8. Evolución estructural de la aleación del sistema Fe-40Al por DRX.	68

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

La presente investigación tiene como propósito el desarrollo de un dispositivo electrónico capaz de monitorear aleaciones producidas por pulvimetalurgia o metalurgia de polvos (PM), específicamente aquellas aleaciones producidas por aleado mecánico. El dispositivo electrónico monitorea el comportamiento magnético de la muestra que se relaciona con la formación de la aleación en particular y con el desorden atómico generado por la deformación plástica localizada.

El dispositivo permite monitorear la evolución magnética de una aleación a partir de un cambio de frecuencia que se genera por la interacción de campos magnéticos. Los cambios de frecuencia son graficados en función del tiempo de molienda mecánica para cada muestra. El material analizado experimenta un campo magnético inducido, orientación de momentos magnéticos y cambios en los dominios magnéticos, principalmente. La conductividad eléctrica, permitividad dieléctrica, permitividad magnética e inductancia juegan un rol importante en la amplitud del cambio de frecuencia.

Existen muchas aplicaciones relacionadas con el fenómeno de inducción magnética, tales como los hornos de inducción, levitación magnética, detectores de metales, entre otras [1].

El dispositivo electrónico desarrollado se basa en el principio de un detector de metales básico, éste emplea un circuito integrado NE555 en su configuración de multivibrador astable (inestable). Sin embargo, la diferencia es que, en el dispositivo, la muestra se encuentra en la parte central de la bobina de inducción.

1.2 Antecedentes.

Un detector es un instrumento que mediante una serie de fenómenos físicos o químicos ayuda en la detección de las características o propiedades del material. Uno de los fenómenos físicos característicos de los materiales es el comportamiento electromagnético, ya que la estructura atómica y las fuerzas fundamentales (fuerza nuclear fuerte y fuerza nuclear débil) son consecuencia de este fenómeno. Existen muchas técnicas analíticas basadas en monitorear el comportamiento magnético de los materiales y técnicas para caracterizar la estructura y composición de éstos.

Las técnicas analíticas para la caracterización de los materiales de acuerdo con sus propiedades y su comportamiento electromagnético se describen a continuación, así como también sus aplicaciones y desventajas.

1.2.1 Ruido magnético de Barkhausen.

Este fenómeno es empleado para caracterizar cambios repentinos de tamaño y orientación de dominios ferromagnéticos que ocurren durante un proceso continuo de magnetización o desmagnetización. El efecto Barkhausen es el nombre dado al ruido en la salida magnética de un material ferromagnético cuando un campo magnético aplicado a éste cambia.

La cantidad de ruido Barkhausen para un determinado material está vinculado con la cantidad de impurezas, las dislocaciones del cristal, etc., y puede ser una buena indicación de propiedades mecánicas del material. Por lo tanto, el ruido Barkhausen puede utilizarse como un método de evaluación de la degradación de las propiedades mecánicas de los materiales magnéticos sometidos a esfuerzos mecánicos cíclicos (por ejemplo, tubería, reactores nucleares, etc.) [2].

El ruido de Barkhausen (RB) proporciona información de la superficie a una determinada profundidad de ésta. La profundidad efectiva de la penetración de la señal está entre 0,01 mm y 1 mm. Una estimación de la profundidad de penetración de la señal RB se puede calcular utilizando la siguiente fórmula:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi\mu\sigma f}} \quad (1)$$

dónde δ indica la profundidad de penetración, μ representa la permeabilidad magnética, σ significa la conductividad eléctrica y f indica la frecuencia del campo magnético alterante.

Otra característica que permite conocer el ruido de Barkhausen es el contenido de austenita retenida en un metal. A medida que el contenido de austenita retenida aumenta, el valor de la señal RB disminuye. Esto se debe a que la austenita es paramagnética.

Analizar el ruido de Barkhausen permite detectar eficazmente defectos metalúrgicos ocultos, como las quemaduras por rectificado en componentes endurecidos. Se ha demostrado que esta técnica no destructiva es rentable y capaz de identificar defectos a nivel industrial [3]. La Figura 1.1 muestra un esquema de la técnica.

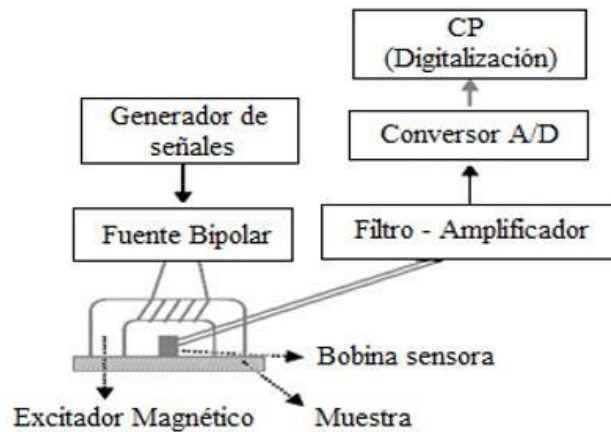


Figura 1.1. Esquema experimental para monitorear una superficie por RB [3].

1.2.2 Corrientes de Eddy.

Las corrientes de Eddy comenzaron a estudiarse a partir de 1824 por Dambey Argo y Jean B Foucault [2]; siendo una de sus primeras aplicaciones en 1879 como

método de prueba no destructiva. En la actualidad existen diferentes tipos de aplicaciones de las corrientes de Eddy como las que a continuación se describen.

Aparatos electrónicos.

Algunos tacómetros tienen un imán que rota en el sentido de la velocidad de rotación que se quiera medir (velocidad de rotación de un motor), este imán tiende a rotar a un disco móvil, la fuerza electromagnética debida a las corrientes de Eddy produce en el disco un giro en el sentido de rotación del imán. Gracias a un muelle de retorno, se consigue inmovilizar el disco en una posición de equilibrio, que es función de las revoluciones del imán en movimiento.

Las cocinas vitrocerámicas de inducción son dispositivos que también se basan en las corrientes de Eddy. El calor se crea directamente en el metal de la cazuela, que debe ser de acero u otro material ferromagnético. Su funcionamiento es sencillo: se coloca una bobina debajo de la placa vitrocerámica que crea un campo magnético oscilante; al poner una cazuela o sartén encima, el flujo magnético oscilante genera una corriente inducida que calienta el recipiente. Este sistema es muy seguro, ya que sólo calienta si hay recipiente, además es rápido, de fácil limpieza y su rendimiento es muy bueno (se calienta sólo el recipiente con la comida) [4].

Sistemas mecánicos.

Las corrientes de Eddy son usadas para frenar el tren de carros al final de algunas montañas rusas. Este mecanismo no tiene ningún desgaste mecánico y produce una precisa fuerza de frenado. Típicamente, pesadas placas de cobre (material diamagnético) extendiéndose desde el carro son movidas entre pares de imanes permanentes muy potentes. La resistencia eléctrica entre las placas genera un efecto de arrastre análogo a la fricción, que disipa la energía cinética del carro.

Los superconductores permiten una conducción perfecta, sin pérdidas, que crean corrientes de Eddy iguales y opuestas al campo magnético externo, permitiendo de esta manera la levitación magnética [5].

Pruebas no destructivas.

Las corrientes de Eddy se emplean en ensayos no destructivos para detectar discontinuidades superficiales y medir conductividad eléctrica en metales no magnéticos. [6].

Las corrientes de Eddy son creadas usando la inducción electromagnética, este método no requiere contacto eléctrico directo con la parte que está siendo inspeccionada. Algunas de las aplicaciones en pruebas no destructivas son:

- Medir o identificar condiciones (propiedades) tales como: conductividad eléctrica, permeabilidad magnética, tamaño de grano, condición de tratamiento térmico, dureza y dimensiones físicas de los materiales.
- Detectar discontinuidades superficiales y subsuperficiales, como costuras, traslapes, grietas, porosidades e inclusiones.
- Detectar irregularidades en la estructura del material.
- Medir el espesor de un recubrimiento no conductor sobre un metal conductor, o el espesor de un recubrimiento metálico no magnético sobre un metal conductor.

Desventajas o limitaciones de las corrientes de Eddy.

Estas corrientes pueden tener efectos colaterales o desventajas de acuerdo con su aplicación, un ejemplo de esto se describe para las pruebas no destructivas ya que estas están limitadas a una penetración menor de 6 mm, difícil verificación en materiales ferromagnéticos, procedimiento aplicable únicamente a materiales conductores.

En muchas otras aplicaciones la aparición de las corrientes de Eddy es un problema, esto en el caso de motores, transformadores u otras aplicaciones, por la pérdida de energía, transformando parte de la energía eléctrica en calor. En los

núcleos de motores y transformadores se busca disminuir las corrientes de Eddy empleando chapas o láminas superpuestas con un espesor de 0.2 a 0.6 mm, aisladas unas de las otras con barniz o papel. Las chapas se hacen con un acero al silicio de alta resistividad, de modo que la intensidad de la corriente inducida disminuye y las pérdidas alcanzan así un valor admisible. Esta configuración no produce la disminución del flujo magnético [7].

1.2.3 Técnicas para caracterizar la estructura de los materiales.

Existen diferentes técnicas dedicadas a obtener información estructural de los materiales de estudio, entre éstas se encuentran las técnicas para caracterizar la estructura de los materiales como difracción de rayos X (DRX), microscopia electrónica de transmisión, microscopia de fuerza atómica, etc.

Difracción de rayos X.

Desde su descubrimiento en 1912 por Von Laue, la difracción de rayos X ha proporcionado un medio adecuado y práctico para la identificación cualitativa de compuestos cristalinos y sobre el ordenamiento y espaciado de los átomos en materiales cristalinos. El método de difracción de rayos X en general y en particular de polvo cristalino es el único método analítico capaz de suministrar información cualitativa y cuantitativa sobre los compuestos cristalinos presentes en un sólido, basándose en el hecho de que cada sustancia cristalina presenta un diagrama de difracción único. Así, pueden compararse un diagrama de una muestra desconocida y el de una muestra patrón, y determinar su identidad y composición química.

La técnica consiste en hacer incidir un haz de rayos X sobre el sólido sujeto a estudio. La interacción entre el vector eléctrico de la radiación X y los electrones de la materia que atraviesa dan lugar a una dispersión. Al producirse la dispersión tienen lugar interferencias (tanto constructivas como destructivas) entre los rayos dispersados, ya que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. El resultado es la

difracción, que da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal, por medio de la ley de Bragg. La misma postula que cuando un haz de rayos X incide sobre la superficie de un cristal formando un ángulo θ una porción del haz es dispersada por la capa de átomos de la superficie; la porción no dispersada del haz penetra en la segunda capa de átomos donde, nuevamente una fracción es dispersada y así sucesivamente con cada capa hasta la profundidad de aproximadamente 1000 nm, lo que lo hace una técnica másica. El efecto acumulativo de esta dispersión producida por los centros regularmente espaciados del cristal es la difracción del haz. [8]

En 1912, W. L. Bragg trató la difracción de rayos X por cristales, como se muestra en la figura (Figura 1.2):

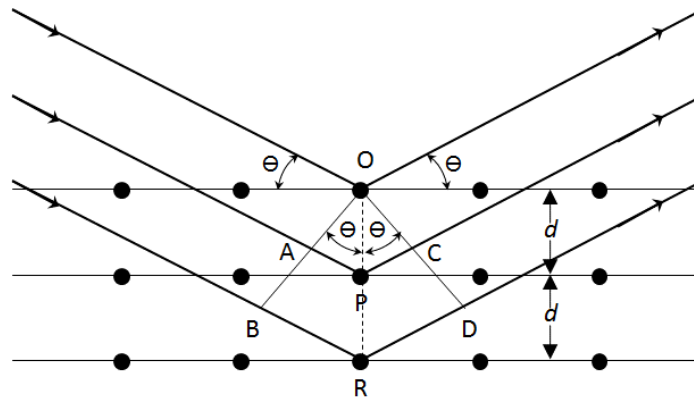


Figura 1.2. Interacción entre los rayos X y la estructura cristalina de un material.

Un haz estrecho de radiación choca con la superficie del cristal formando un ángulo θ , la dispersión tiene lugar como consecuencia de la interacción de la radiación con los átomos localizados en O, P y R.

Microscopia electrónica de transmisión (MET).

MET o **TEM** por sus siglas en inglés “Transmission Electron Microscopy”. Los electrones difractados al pasar a través de la muestra generan un difractograma que puede ser transformado directamente en imagen mediante lentes magnéticas que es la proyección de la estructura cristalina a lo largo de la dirección de los electrones [9].

Las imágenes se pueden producir a partir de los electrones difractados (imágenes de campo oscuro) o a partir de los electrones directos que han atravesado la muestra sin interacción (imágenes de campo claro/brillante). Hay que tener en cuenta el espesor de la muestra y de las condiciones de focalización. Las imágenes se pueden comparar con las generadas/calculadas a partir de una estructura modelo y de las condiciones de focalización determinadas. La imagen viene dominada por la presencia de átomos pesados ya que el factor de dispersión de los electrones varía mucho con el número atómico. Los métodos para obtener las estructuras de compuestos a partir de imágenes MET se basan en la comparación entre las imágenes observadas y las calculadas mediante un modelo estructural, para unos tamaños/espesores de cristal y condiciones de focalización dadas.

Una limitación de la técnica **MET** es que muchos materiales no sobreviven a las condiciones que existen en la cámara del microscópico: a) alto vacío y b) impacto de electrones acelerados. Esta técnica tiene una ventaja fundamental, ya que permite mostrar los defectos en los materiales lo que es muy difícil de estudiar con otras técnicas.

Tanto el difractograma de electrones como la imagen reconstruida se puede proyectar en una pantalla. El esquema del equipo se muestra en la Figura 1.3.

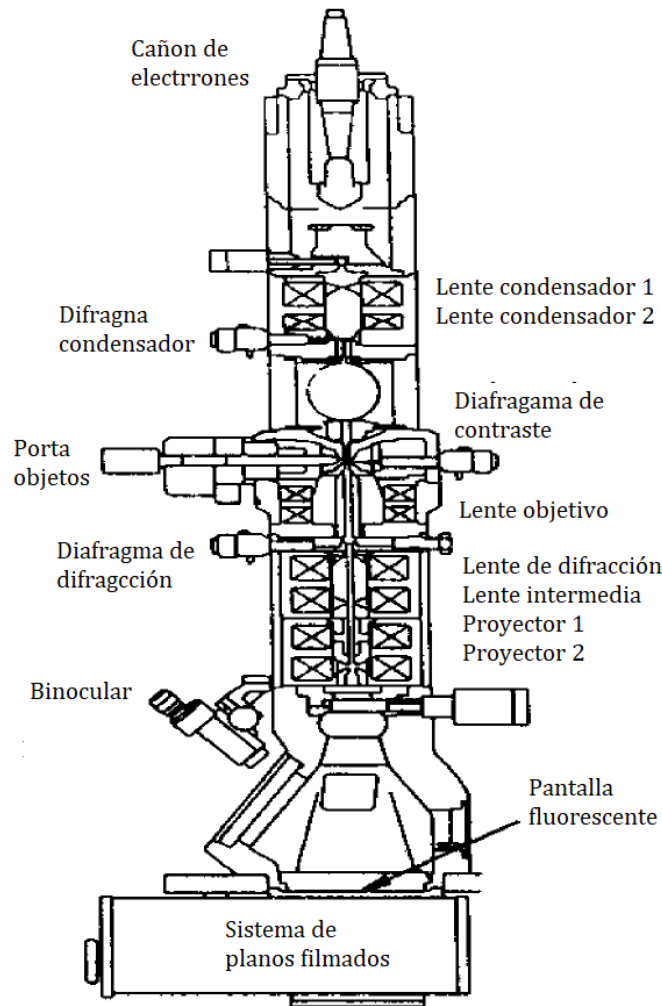


Figura 1.3. Esquema de un MET.

Análisis termomagnetométrico

El análisis termomagnetométrico (TGM) permite evaluar la temperatura de transición magnética, y así establecer una correlación entre las propiedades magnéticas y el tiempo de molienda mecánica. La presencia de los campos magnéticos puede comprobarse empleando un aparato conocido como magnetómetro.

La muestra contenida en un crisol de platino se somete a un campo magnético creado por un imán permanente, lo que provoca un incremento de peso debido a la atracción magnética. El imán se ajusta de tal forma que el incremento de peso sea máximo. Posteriormente, se registra la pérdida de peso en función de la temperatura

manteniendo fijo el imán. Se pueden trabajar diferentes intervalos de temperatura a diferentes velocidades, el más común es de 50 a 750 °C, con una velocidad de 10 °C/min y una atmósfera de aire seco. Las pérdidas de peso en este análisis son únicamente debidas a las transiciones magnéticas. Mediante este análisis se determina la temperatura de Curie (temperatura por encima de la cual un cuerpo ferromagnético pierde su magnetismo comportándose como un material puramente paramagnético). [10].

Medidas de susceptibilidad magnética.

El objetivo de esto es validar la técnica **TGM**, con la que se ha determinado la temperatura de transición magnética. La muestra se coloca en un crisol que es introducido en un horno y sometida a un campo magnético constante de 1.1 T. El intervalo de temperatura va de 25°C a 525 °C con una atmósfera de aire.

Curvas de histéresis a temperatura ambiente

Las curvas de histéresis, a temperatura ambiente, se registran mediante un magnetómetro de muestra vibrante [11]. El campo de 1.1T es creado por dos cilindros Halbach que, al rotar uno respecto a otro, generan un campo magnético variable. La muestra es vibrada a 29.4 Hz, lo cual inducirá un voltaje que es convertido en saturación magnética.

Curvas de magnetización a baja temperatura

Las curvas de histéresis a 5 K se realizan con un magnetómetro SQUID (Superconducting Quantum Interferometer Device). La realización de estas curvas se lleva a cabo de la siguiente manera: se enfría la muestra hasta 5K en ausencia de campo magnético, y posteriormente se aplicaba un campo magnético desde -5T a 5T. [11].

1.3 Justificación.

Existen técnicas analíticas para monitorear y caracterizar la formación de aleaciones metálicas a partir de un cambio estructural del material, ejemplos de estas técnicas son: Difracción de rayos X, Microscopia electrónica de transmisión, Microscopia de fuerza atómica, etc. Los equipos que emplean estas técnicas son de un elevado precio, por lo general requieren de un técnico especialista para operar los equipos y el servicio solicitado para analizar muestras no es inmediato. Por tal motivo, surge la necesidad de desarrollar un dispositivo práctico y a la vez complementario para el monitoreo estructural de polvos metálicos (aleaciones) en base a su comportamiento magnético.

El dispositivo electrónico propuesto en esta investigación tiene la posibilidad de considerarse como una técnica de caracterización alternativa *in situ*, siendo atractiva para la industria por su fácil empleo y reducido precio. El uso de un **detector de frecuencias** como una técnica de caracterización permitirá ampliar los diseños de experimentos y proporcionar información relevante en cuanto al comportamiento magnético de los materiales.

La técnica propuesta se considera no destructiva, por lo que su posterior estudio y mejoramiento es conveniente para caracterizar materiales *in situ*, principalmente para el área de la industria de la transformación de materiales metálicos, así como para la investigación.

1.4 Objetivos.

Objetivo general

Desarrollar un dispositivo electrónico capaz de monitorear la formación de aleaciones metálicas procesadas por molienda mecánica de forma económica a partir de un cambio en su permeabilidad magnética.

Objetivos específicos.

- Emplear un circuito integrado económico capaz de generar una señal oscilante que permita la detección del efecto del cambio en la permeabilidad magnética del material en polvo.
- Optimizar los componentes básicos del circuito electrónico ensamblado para incrementar su sensibilidad a cambios magnéticos que experimenta el material procesado.
- Caracterizar el material en polvo mediante técnicas analíticas que correlacionen la formación de la aleación.

1.5 Hipótesis.

Las técnicas analíticas para caracterizar la estructura de los materiales tienen condiciones y características de empleo muy particulares, por lo que limitan su aplicación fuera de un laboratorio, por lo que se plantea la implementación de un dispositivo complementario capaz de utilizarse en campo.

Como hipótesis principal se tiene planteado que, *“el empleo de un dispositivo electrónico simple y económico puede emplearse para monitorear la estructura de un material a partir de un cambio magnético reflejado como un cambio de frecuencia eléctrica”*.

Los datos obtenidos pueden graficarse como un cambio de frecuencia contra, tiempo de molienda para aleaciones procesadas por molienda mecánica de alta energía. El comportamiento observado en estas gráficas puede ayudar a identificar o corroborar cambios estructurales que por otras técnicas más completas se observarían ligeramente.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 Fundamentos de la investigación.

Para la realización de esta investigación fue necesario realizar una revisión bibliográfica de las técnicas de monitoreo actuales para materiales, principalmente las técnicas que monitorean el comportamiento magnético. A continuación, se incluyen los fundamentos físicos en que se basa el dispositivo electrónico propuesto para monitorear el comportamiento magnético de un material, así como una breve descripción de las técnicas de análisis empleadas para corroborar los datos obtenidos por el dispositivo fabricado.

2.2 Electromagnetismo.

El electromagnetismo describe los fenómenos físicos macroscópicos en los cuales intervienen cargas eléctricas en reposo y en movimiento, y sus efectos sobre las sustancias sólidas, líquidas y gaseosas [12]. Para uso práctico en esta investigación, se empleó el campo magnético variable generado por una bobina, el cambio en el campo magnético debido a la interacción con la muestra metálica sigue la ley de Lenz. No se pretende entrar de lleno en este tema, sin embargo, es importante puntualizar conceptos importantes para la comprensión del principio de funcionamiento del dispositivo para interpretar el cambio de frecuencia.

2.3 Ley de Lenz

La ley implica una causa y un efecto que se opone a una causa. Esta ley plantea que las tensiones inducidas serán de un sentido tal que se opongan a la variación del flujo magnético que las produjo; no obstante, esta ley es una consecuencia del principio de conservación de la energía [13].

2.4 Comportamiento magnético de los materiales.

El comportamiento magnético de los materiales depende de la cantidad de los elementos aleantes que contienen y de cómo interactúan entre ellos. Los elementos químicos sensibles al magnetismo son Fe, Ni, Co, W, Al, etc., conocidos como metales ferromagnéticos [14]. En este sentido, las aleaciones analizadas en el dispositivo electrónico desarrollado tienen como elemento químico principal (mayor cantidad en peso) un material ferroeléctrico.

Tipos de campo magnético.

Los campos magnéticos se pueden clasificar de acuerdo con su fuente de creación, de la siguiente manera:

- *Campos magnéticos provenientes de un imán.* Son aquellos que son creados naturalmente por un imán o por metal magnetizado, y que son consecuencia del movimiento de los electrones alrededor del núcleo atómico de dicho elemento y además sobre su propio eje, en un giro conocido en la física como spin.
- *Campos magnéticos provenientes de corriente eléctrica.* Son aquellos generados por el desplazamiento de las cargas de una corriente eléctrica, como ocurre en los electroimanes, en los que una carga eléctrica se hace circular por un material metálico, logrando así que se imante de inmediato y genere un campo a su alrededor. Estos campos pueden darse también alrededor de aparatos eléctricos de alto voltaje, como los transformadores.

Una bobina electromagnética como la empleada en el dispositivo desarrollado en este trabajo, es un componente pasivo de un circuito eléctrico que, debido al fenómeno de autoinducción, almacena energía en forma de campo magnético [15].

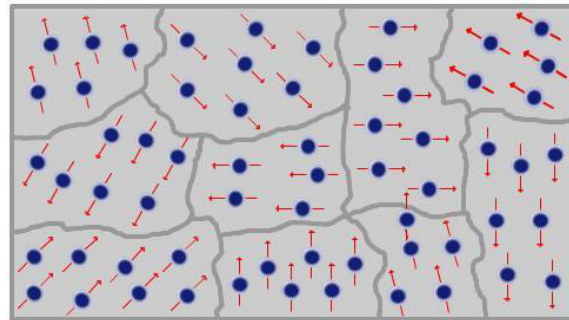
2.5 Materiales magnéticos

Todos los materiales son afectados en algún grado por los campos magnéticos debido a que la órbita del electrón es perturbada en alguna medida por el campo magnético, de acuerdo con el grado de distorsión y cambios de las características magnéticas que sufren los materiales sujetos al campo magnético. Podemos clasificar a los materiales de acuerdo con su comportamiento magnético, existen tres grupos: materiales, ferromagnéticos, paramagnéticos y diamagnéticos [6]. A continuación, se describe cada uno con la finalidad de clasificar los materiales que pueden monitorearse con el dispositivo electrónico desarrollado:

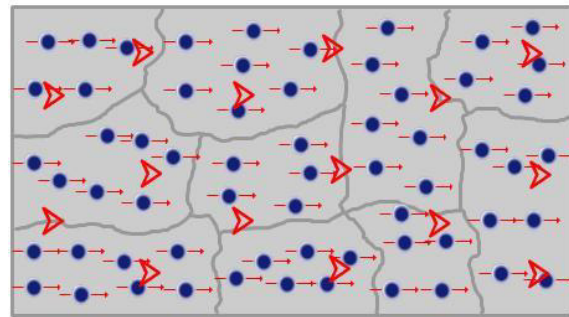
Ferromagnetismo: Es el ordenamiento magnético de todos los momentos magnéticos (dipolos magnéticos) de una muestra, en la misma dirección y sentido. *El ferromagnetismo no es un fenómeno que se debe sólo a las propiedades atómico – moleculares, sino que es un efecto colectivo que requiere de una estructura sólida.*

Los materiales ferromagnéticos son elementos químicos de transición con una configuración en sus átomos que favorece la interacción entre los dipolos magnéticos, éstos se alinean paralelamente dentro de zonas llamadas dominios magnéticos. Un material ferromagnético tiene permeabilidad (μ) y susceptibilidad magnética (χ) superiores a 1.

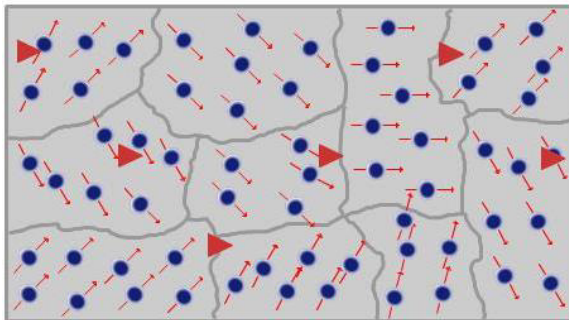
La Figura 2.1 (a) muestra cómo se encuentran los momentos magnéticos dentro de los dominios en un material ferromagnético. Al aplicar un campo magnético a un material ferromagnético desmagnetizado, el campo en el interior del material es mayor que el campo magnético aplicado. Este fenómeno se debe a la orientación de los dominios del material con el campo magnético exterior, Figura 2.1 (b). Si ahora se retira el campo externo, los efectos del campo aplicado no desaparecen por completo, quedando un magnetismo remanente, como se muestra en la Figura 2.1 (c). Esto es la causa de la existencia de los imanes permanentes. Este magnetismo remanente se origina porque los momentos magnéticos de los dominios no vuelven a su orientación original, quedando mayoritariamente orientados en la dirección del campo aplicado.



a)



b)



c)






-  Material ferromagnético.
-  Dominio.
-  Momento magnético.
-  Campo magnético externo.
-  Campo magnético remanente.

Figura 2.1. Material ferromagnético, a) momentos magnéticos dentro de los dominios, b) orientación de los momentos magnéticos en dirección a un campo magnético externo, c) magnetismo remanente en los dominios.

Ferrimagnetismo: Es un fenómeno de magnetización permanente que poseen algunos materiales cerámicos. Las características macroscópicas de los materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos son similares; la diferencia entre éstos sólo reside en el origen de los momentos magnéticos. El ferrimagnetismo es un fenómeno físico en el que se produce ordenamiento magnético de todos los momentos magnéticos, de tal modo que no todos los momentos magnéticos de una muestra están alineados en la misma dirección y sentido. Algunos de éstos, están opuestos y se anulan entre sí. Sin embargo, estos momentos magnéticos no consiguen anular por completo la magnetización. [16]

Paramagnetismo: En estos materiales, la sumatoria neta de los momentos magnéticos permanentes (de átomos o moléculas) es nula. Un material paramagnético tiene un comportamiento magnético muy débil. Si a éste se le aplica un campo magnético externo muy fuerte, se presentará una tendencia a alinear sus momentos magnéticos libres de forma paralela (espín u orbitales) al campo magnético externo. Si estos momentos magnéticos están fuertemente acoplados entre sí, el fenómeno será ferromagnetismo o ferrimagnetismo.

La Figura 2.2 (a) define los momentos magnéticos de un material paramagnético. Al aplicar un campo magnético externo como en la Figura 2.2 (b) lo suficientemente elevado, los momentos magnéticos de estos materiales se tienden a ordenar paralelamente en el mismo sentido del campo magnético externo como se observa en la Figura 2.2 (c y d). Otra característica de los materiales paramagnéticos es que al eliminar el campo magnético aplicado el efecto del paramagnetismo desaparece. Estos materiales pueden comportarse como materiales ferromagnéticos cuando se incrementa el campo magnético aplicado, caso contrario cuando se incrementa la temperatura.

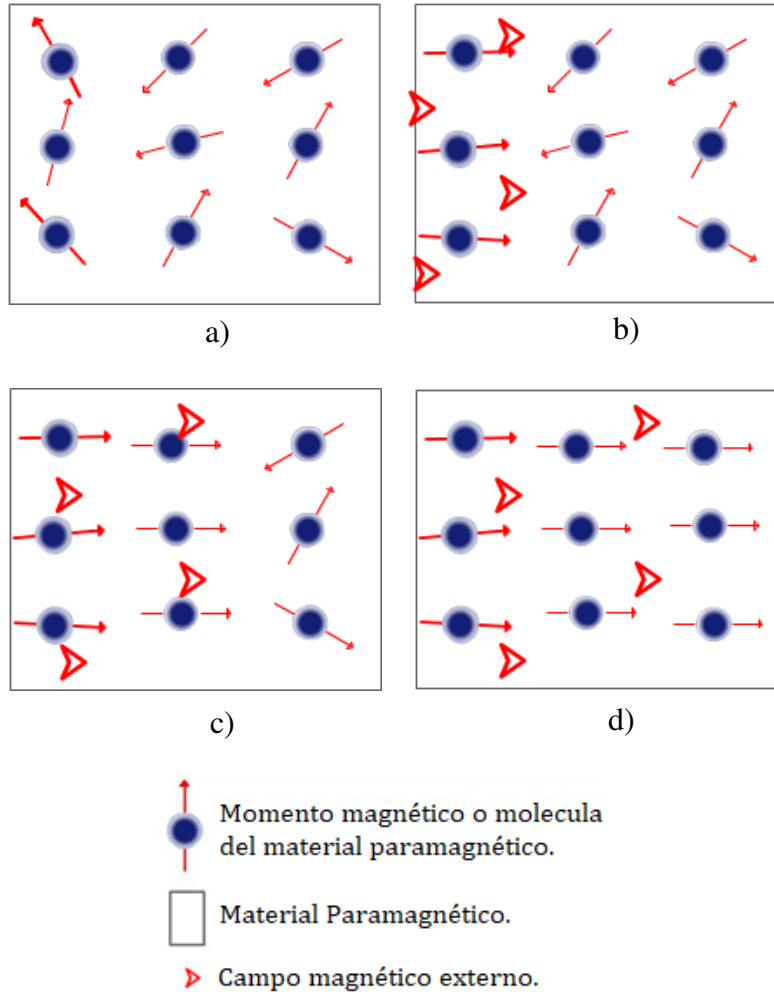


Figura 2.2. Orientación de los momentos magnéticos al campo externo de un material paramagnético. a) material paramagnético, b) y c) aplicación de un campo magnético externo, orientación secuencial de los momentos magnéticos, y d) momentos magnéticos orientados en dirección paralela al campo magnético.

Diamagnetismo: Es una propiedad de los materiales que consiste en repeler los campos magnéticos. Una sustancia o material es diamagnético cuando sus átomos, iones o moléculas cuyo momento magnético (suma de los momentos magnéticos asociados al movimiento de sus cargas y a sus spines) total es nulo. Si a este material se le aplica un campo magnético externo, los momentos de las moléculas o átomos se orientarán originando un campo que se opone al campo externo aplicado (los campos se repelen).

Los momentos magnéticos de un material diamagnético se encuentran sin orientación ni acomodo, esto se puede observar en la Figura 2.3 (a). Al aplicar un campo magnético externo Figura 2.3 (b, c y d) los momentos magnéticos de estos materiales se orientan en sentido contrario, repeliendo al campo magnético externo.

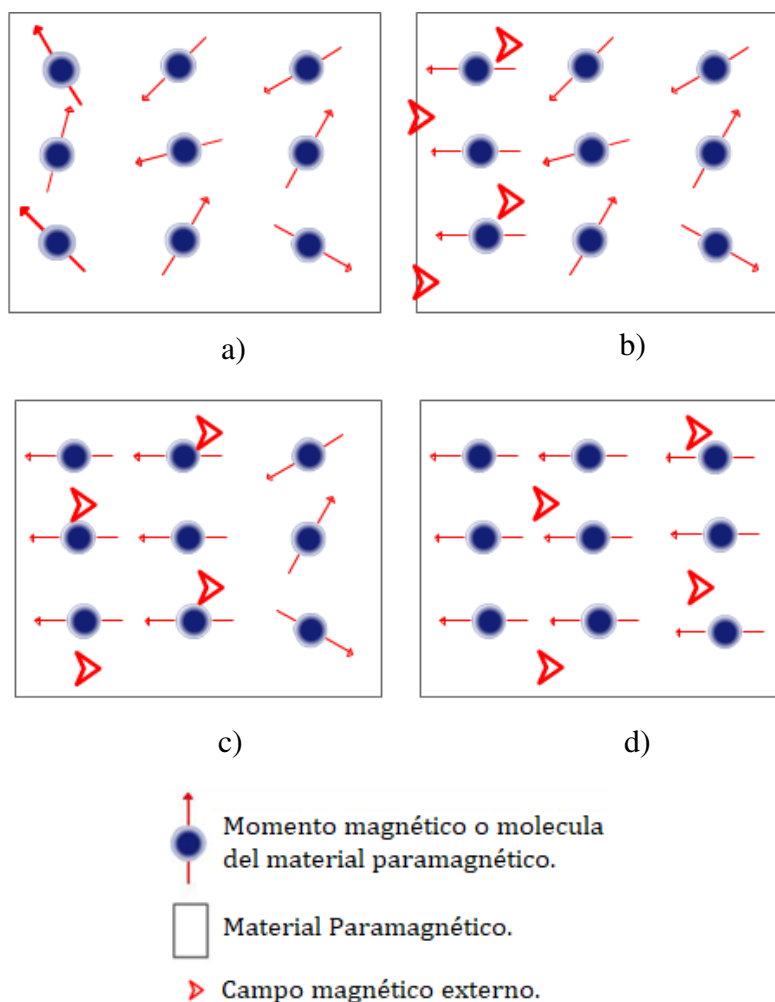


Figura 2.3. Orientación de los momentos magnéticos de un material diamagnético debido a un campo externo, a) material diamagnético, b), c) y d) orientación en sentido opuesto de los momentos magnéticos debido a un campo externo.

Una curiosidad de los materiales diamagnéticos es la levitación diamagnética, colocando un pedazo de grafito pirolítico sobre un imán de neodimio (Figura 2.4), este levitará debido a que tiene un alto diamagnetismo, es decir, los campos se repelen fuertemente.

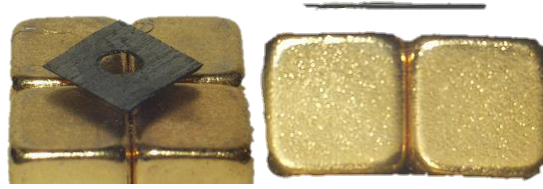


Figura 2.4. Levitación diamagnética.

La Tabla 1 contiene una clasificación de varios materiales de acuerdo con su naturaleza diamagnética, paramagnética y/o ferromagnética. Los materiales ferromagnéticos son ideales para ser caracterizados por dispositivos que se basan en principios magnéticos, tales como la inducción magnética (principio del dispositivo electrónico desarrollado). Si un material ferromagnético se calienta, éste se comportará de forma paramagnética, la temperatura a la cual resulta este cambio se conoce como **Temperatura de Curie** o punto de **Curie**. Este fenómeno está asociado a un cambio en su estructura cristalina o fase.

Tabla 1. Elementos magnéticos.

Tipo de material	Características
Diamagnético	Material débilmente magnético. Repele el campo magnético externo. Ejemplo: bismuto (Bi), plata (Ag), plomo (Pb), agua.
Paramagnético	Presenta un magnetismo significativo. Atraído el campo magnético. Ejemplo: aire, aluminio (Al), paladio (Pd), magneto molecular.
Ferromagnético	Magnético por excelencia o fuertemente magnético. Ejemplo: hierro (Fe), cobalto (Co), níquel (Ni), acero suave.
Ferrimagnético	Menor grado magnético que los materiales ferromagnéticos. Ejemplo: ferrita de hierro.

Los materiales mencionados en la Tabla 1 son caracterizados también por su permeabilidad relativa, es decir:

- **ferromagnéticos**, cuyo valor de permeabilidad magnética relativa es muy superior a 1.
- **paramagnéticos o no magnéticos**, cuya permeabilidad relativa es aproximadamente 1 (se comportan como el vacío).
- **diamagnéticos**, de permeabilidad magnética relativa inferior a 1.

De forma general, los materiales magnéticos suelen clasificarse en dos grandes grupos: materiales magnéticos blandos y materiales magnéticos duros, esto de acuerdo con la curva de histéresis (véase anexo) característica de cada material [17].

Materiales magnéticos blandos: Son aquellos que una vez magnetizado, eliminando el campo magnético se desmagnetiza con facilidad, es decir presenta de forma espontánea un valor de campo magnético resultante bajo, que desaparece con valores bajos de campo magnético de signo contrario, en otras, palabras un material magnético blando es aquel que cuya imantación y desimantación resulta fácil.

Materiales magnéticos duros: Estos materiales son aquellos que, una vez magnetizado, se comporta como un imán permanente. Presentan un valor alto de campo magnético remanente y resulta difícilmente de desimantar aun en presencia de campos magnéticos de sentido contrario grandes.

2.6 Inductores.

Como se mencionó anteriormente, un campo magnético puede generarse por el movimiento de una corriente eléctrica. Una bobina o inductor es un elemento de varias vueltas de alambre (alambre de cobre esmaltado) a través del cual una corriente eléctrica genera un campo magnético de gran intensidad. Existen inductores con núcleo de aire o con núcleo hecho de material ferroso (acero magnético), para incrementar su intensidad de magnético. [13]

2.6.1 Características de una bobina.

Cuando una corriente eléctrica circula a través de un conductor o alambre, éste crea a su alrededor un campo magnético, que depende de la intensidad de ésta, para aprovechar la energía de dicho campo magnético se enrolla al alambre conductor (bobina) para intensificar el campo magnético (ver Figura 2.5). Cuando en una bobina se hace pasar una corriente eléctrica variable, ésta genera un campo magnético variable, que a su vez genera una FEM inducida o FEM de **autoinducción** oponiéndose al flujo del campo magnético generado (reactancia inductiva), lo cual genera un desfase entre la corriente y el voltaje (aparición de la frecuencia eléctrica) [18]. La bobina empleada en el dispositivo electrónico desarrollado en este trabajo recibe una corriente variable con la finalidad de monitorear un cambio en la frecuencia eléctrica, ya que el campo magnético generado es muy pequeño.

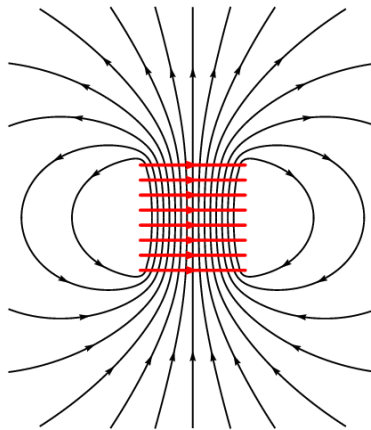


Figura 2.5. Líneas de campo magnético en una bobina.

2.7 Corrientes de Eddy.

Cuando un conductor metálico macizo es atravesado por un flujo magnético variable, se inducen en su interior corrientes que se denominan corrientes de Foucault (corrientes de Eddy). Las corrientes de Eddy son, por tanto, corrientes inducidas en los conductores metálicos cuando varía el flujo magnético que los atraviesa [19].

2.7.1 Efecto de las corrientes de Eddy.

Este efecto se produce cuando el metal o conductor atraviesa un campo magnético variable o viceversa. Este movimiento causa una circulación de electrones, lo cual genera una corriente inducida dentro del metal o conductor, estas corrientes (parásitas) crean electroimanes con campos magnéticos que se oponen al efecto del campo magnético aplicado, el principio analizado por Foucault se ilustra en la Figura 2.6. Cuanto más fuerte sea el campo magnético aplicado, o mayor sea la conductancia del metal (conductor), o mayor sea la velocidad relativa de movimiento, mayores serán estas corrientes y los campos opositores generados. [20]

Cabe mencionar que las corrientes parásitas crean pérdidas de energía debido al efecto Joule (1818-1889), en otras palabras, transforman la energía cinética de los electrones en calor cuando los electrones chocan con los átomos del material por el que circulan.

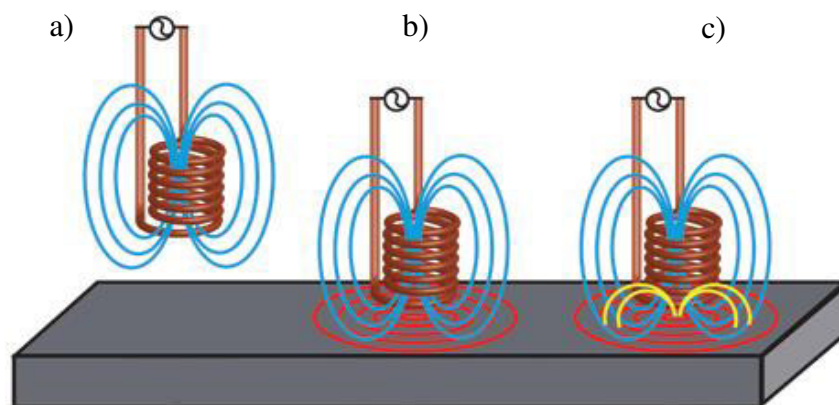


Figura 2.6. Principio de corrientes parásitas o de Foucault. a) La corriente alterna fluye por la bobina generando un campo magnético, b) Cuando se acerca la bobina a un material conductor de

corriente eléctrica, se inducen corrientes en el material (color rojo), y c) Si un defecto en el material conductor perturba la circulación de la corriente, produce un cambio en la frecuencia de la bobina (amarillo).

2.8 Principio de funcionamiento de los detectores de metales.

Como se mencionó anteriormente el dispositivo electrónico desarrollado en este proyecto basa su funcionamiento en un detector de metales. Un detector de metales es un dispositivo que mediante una serie de impulsos electromagnéticos es capaz de detectar objetos metálicos mediante un cambio en la frecuencia de la bobina de inducción. El detector comúnmente es utilizado en aeropuertos como medio de seguridad, búsqueda de minas o en búsqueda arqueológica de objetos. Los detectores generan diferentes magnitudes de frecuencia que definen los materiales detectables o profundidades de detección. Las frecuencias que emplean estos dispositivos se describen a continuación [21]:

Detectores de metales de baja frecuencia: Los detectores de metales de baja frecuencia trabajan entre 4 y 10 KHz, estas frecuencias se emplean normalmente para detectar todo tipo de objetos metálicos (monedas, objetos de oro, tesoros enterrados, etc.). La profundidad o distancia de detección suele ser de 20 a 23 cm.

Detectores de metales de alta frecuencia: Estos detectores trabajan con frecuencias mayores a 10 KHz, son detectores muy sensibles, capaces de detectar todo tipo de metal inclusive objetos pequeños, llegando a detectar metales con pesos inferiores a 1 gramo, la profundidad de detección varía de 25 a 30 cm.

Detectores de metales multifrecuencia: Son profesionales y muy estables, se diferencian de los demás porque trabajan en varias frecuencias a la vez, lo que les convierte en los detectores de mejor funcionamiento sin importar el terreno, la profundidad de detección varía de 33 a 40 cm.

Detectores de metales por impulsos: Estos detectores funcionan de manera totalmente diferente a los demás detectores de metales, generan una inducción de impulsos con sus diferentes bobinas, debido a esto, la profundidad de detección varía

de 2 a 10 m, las frecuencias emitidas en estos son muy estables y capaces de detectar objetos muy pequeños como el oro.

2.9 Circuitos eléctricos

Un circuito es una red eléctrica (interconexión de dos o más componentes, tales como resistencias, inductores, condensador, fuentes, interruptores y semiconductores) que contiene al menos una trayectoria cerrada. Los circuitos que contienen sólo fuentes, componentes lineales (resistores, condensadores, inductores), y elementos de distribución lineales (líneas de transmisión o cables) pueden analizarse por métodos algebraicos para determinar su comportamiento empleando corriente directa o corriente alterna. Un circuito que tiene componentes electrónicos es denominado un circuito electrónico. [22]

2.10 Circuito Integrado NE555.

Los detectores de metales emplean circuitos integrados capaces de generar diversas señales en la bobina de inducción. Los dispositivos más básicos emplean el circuito integrado NE555 para generar el campo magnético variable en la bobina de inducción. El dispositivo electrónico de esta investigación emplea un NE555, además de otros componentes electrónicos para su funcionamiento.

El NE555 es un circuito integrado (ver la Figura 2.7 (a)), se utiliza en la generación de temporizadores o timer, pulsos y oscilaciones. El NE555 puede ser empleado para proporcionar retardos de tiempo, como oscilador, y como circuito integrado flip flop. Sus derivados proporcionan hasta cuatro circuitos de sincronización en un sólo paquete. Fue desarrollado y comercializado en 1972 por el ingeniero Hans Camenzid, de origen suizo. Desde entonces, se ha hecho enormemente popular, y aún hoy en día es uno de los circuitos integrados más empleados, tanto en aplicaciones industriales como domésticas. [23]

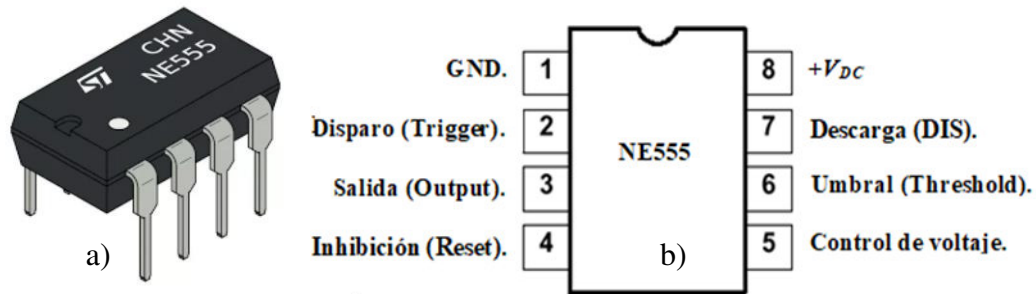


Figura 2.7. NE555. a) Circuito integrado, b) Identificación del patillaje.

2.10.1 Características del NE555.

Terminales para la operación.

Como se observó en la Figura 2.7 (a), el NE555 está conformado por un encapsulado de plástico y su patillaje o conexiones, el patillaje está enumerado del 1 al 8. La Tabla 2 contiene la descripción de cada patilla, es importante conocer la función de cada patilla, ya que, dependiendo de la aplicación, las patillas pueden conectarse de diferente forma.

Tabla 2. Componentes del NE555.

Terminal	Patilla	Función
GND.	1	En esta terminal se coloca la tierra.
Disparo.	2	Sirve para activar el circuito integrado.
Salida.	3	Aquí se conecta el componente o circuito que se quiere activar.
Reinicio.	4	Sirve para reiniciar el circuito, si no la utilizamos debemos conectarla al polo positivo.
Control de voltaje.	5	Sirve para modificar el V_{ref} de los comparadores para así modificar el voltaje del umbral y de disparo y esto puede servir para modificar la forma de la onda de salida. Si no se utiliza esta terminal se coloca un capacitor de 10 nf para evitar interferencias.

Umbral.	6	Es un comparador que establece el tiempo de temporizado.
Descarga.	7	Sirve para generar el tiempo de nivel bajo o 0, mientras el capacitor se descarga la salida está en un nivel bajo.
Voltaje de alimentación.	8	Sirve para generar el tiempo de nivel bajo o 0, mientras el capacitor se descarga la salida está en un nivel bajo.

2.10.2 Modos de operación del NE555.

El NE555 puede funcionar en dos modos, como multivibrador astable (oscilador libre) y como multivibrador monoestable (de un disparo), ver la Figura 2.8. Cada función o configuración se describe a continuación:

Astable o inestable: Significa que no tiene un sólo estado o pulso de salida, cambiando constantemente sin requerir un estímulo externo o pulso. En la Figura 2.8 (a) muestra el funcionamiento del NE555 como multivibrador astable. El voltaje de salida que pasa de un estado alto a uno bajo y repite este ciclo.

Monoestable o pulso único: Significa que una vez que se ha disparado el pulso de entrada, el NE555 pasa por un cambio único de estado, volviendo después de cierto tiempo al estado inicial para ser reactivado, necesita un nuevo estímulo externo o pulso. Cuando el circuito integrado funciona como multivibrador monoestable, el voltaje de salida es bajo, hasta que un pulso de disparo negativo externo se aplica al circuito; en este momento el voltaje de salida pasa a nivel alto. Al término del intervalo de la aplicación del pulso externo, el nivel de salida del NE555 vuelve a un nivel bajo, tal como se muestra en la Figura 2.8 (b).

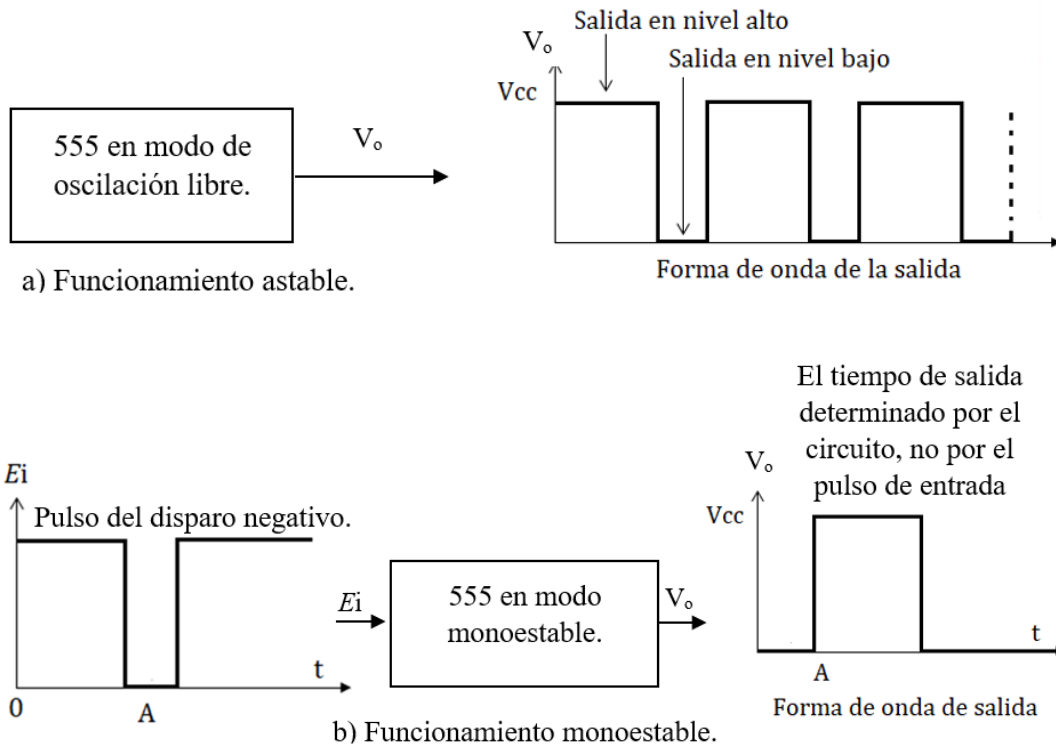


Figura 2.8. Modos de operación del NE555, a) Función astable, b) Función monoestable.

En el diseño y elaboración del dispositivo se ha empleado el uso del circuito NE555 en su modo astable, ya que la frecuencia de operación en este modo es de 2 a 100 kHz, esta frecuencia es capaz de identificar las propiedades magnéticas de diferentes materiales.

2.11 Resonancia eléctrica.

El dispositivo fabricado en esta investigación emplea varios circuitos eléctricos, tales como: bobina, capacitores, resistencias y el NE555. El diseño eléctrico de los componentes es similar a tener un circuito inductivo y capacitivo (LC), por tal motivo se espera la presencia del fenómeno de resonancia eléctrica, es decir, puede coincidir la frecuencia del sistema eléctrico con la frecuencia de una fuente externa [24].

Cuando se tiene un circuito LC, significa que funcionará como resonador eléctrico. El funcionamiento de este circuito se debe a que la bobina y el condensador se encuentran en paralelo, la energía almacenada por el campo eléctrico del condensador (en forma de cargas electrostáticas), es absorbida por la bobina, que la almacena en su campo magnético, pero a continuación es absorbida y almacenada por el condensador; nuevamente en forma de campo eléctrico; para ser nuevamente absorbida por la bobina, y así sucesivamente. Esto crea un vaivén de la corriente (cargas eléctricas) entre el condensador y la bobina constituyendo una oscilación electromagnética.

2.12 Aleado mecánico.

Como se mencionó anteriormente, el dispositivo electrónico desarrollado se enfoca en monitorear la evolución estructural de aleaciones producidas por aleado mecánico. En este sentido, es conveniente abordar el tema de procesamiento de materiales mediante la técnica de molienda mecánica por alta energía.

Aleado mecánico (AM): Es la mecano-síntesis de dos o más elementos para obtener un material con propiedades diferentes. A través de la molienda mecánica de alta energía se da la mecano-síntesis en tiempos de molienda relativamente cortos.

Los equipos típicamente empleados para realizar la molienda mecánica son: Atricionador horizontal, molino Spex, molino planetario, etc. Puede emplearse como medio de molienda bolas de acero endurecido, bolas cerámicas, etc. Durante la molienda, los polvos sufren una serie de procesos, tales como soldadura, deformación plástica, endurecimiento por deformación y fractura.

En las primeras etapas del proceso de molienda, las partículas de polvo metálico son blandas y dúctiles, de modo que, al ser aplastadas por las bolas, tienden

a soldarse formando partículas de polvo con estructura laminar. Como consecuencia de esto, durante esta etapa suele aumentar el tamaño de las partículas. A medida que avanza el proceso, debido a la gran cantidad de energía introducida en forma de deformación plástica, las partículas se endurecen y fragilizan. En este sentido, las partículas más grandes tienen más probabilidad de incorporar grietas y romperse cuando son golpeadas por las bolas de acero. Este proceso de soldadura en frío y fractura ocurre repetidamente durante la molienda, por lo que la estructura de las partículas de polvos es continuamente refinada y homogeneizada. Finalmente, la tendencia a soldarse y romperse llega a igualarse, con lo cual se alcanza un equilibrio dinámico dentro de un estrecho margen. [25]

CAPÍTULO III.
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Metodología experimental.

El dispositivo electrónico desarrollado en este trabajo fue fabricado en el laboratorio de física y laboratorio de vía seca del Depto. de Ing. en Minas, Metalurgia y Geología. El dispositivo en general consta principalmente de un generador de señal constante (4-20 mA) comercial, un circuito electrónico conocido (tarjeta base), una bobina de inspección e instrumentos de medición (frecuencímetro y amperímetro). La muestra en polvo (Co-29Cr-6Mo o Fe-40Al) es colocada en un portamuestra de acrílico, el portamuestra es introducido en el centro de la bobina para interactuar con el campo magnético variable. La interacción con el campo magnético genera un cambio en la frecuencia eléctrica de la bobina, este cambio es medido por el frecuencímetro (multímetro).

3.2 Circuito eléctrico base.

Como se mencionó en el párrafo anterior, existe una interacción de la muestra con el campo magnético variable, es decir, el campo magnético inducido en la muestra es el que interactúa con el campo magnético de la bobina. Por tal motivo, el bastidor fue fabricado de madera para evitar la interacción con un medio metálico próximo al elemento inductor. La Figura 3.1 muestra los elementos que conforman la tarjeta base del dispositivo desarrollado.

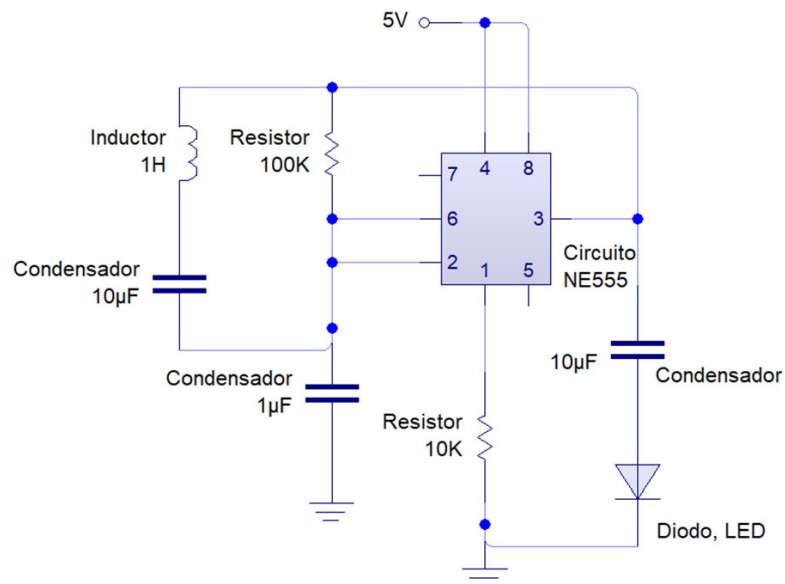


Figura 3.1. Circuito eléctrico utilizando el NE555 para generar una señal variable.

La Figura 3.2 muestra el bastidor de madera, el circuito electrónico (tarjeta ensamblada en el laboratorio, precio aproximado de \$124 M.N.), la bobina de inspección y los arneses eléctricos. Los equipos de medición se tienen como periféricos del bastidor. La optimización de parámetros de trabajo, tales como: voltaje y amperaje de alimentación, inductancia de la bobina, tipo de diodo, etc. se realizaron para lograr una diferencia de frecuencia eléctrica en la bobina lo más amplia posible.

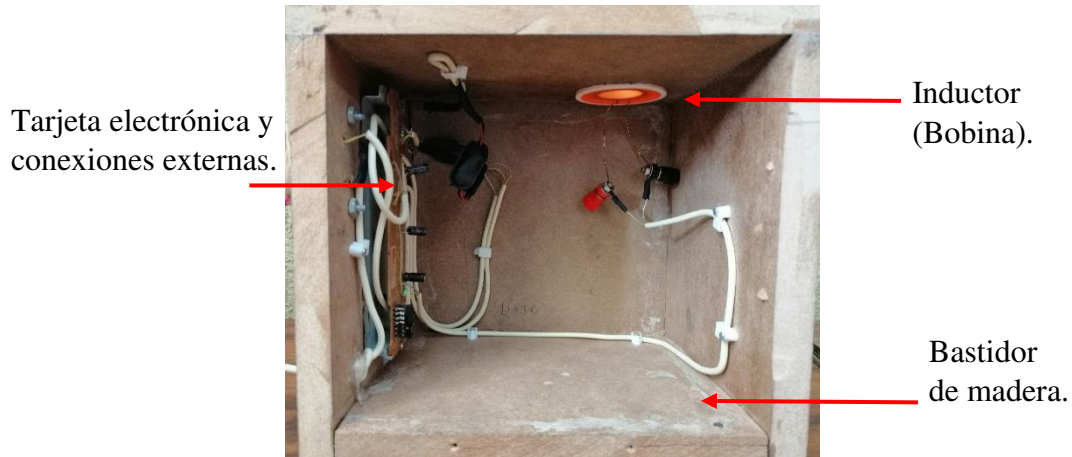


Figura 3.2. Componentes del circuito electrónico.

3.3 Características de las bobinas.

Conocer la inductancia (L) de la bobina es un punto muy importante, ya que afectará la intensidad del campo magnético (Φ_B) debido al paso de corriente eléctrica (I) en una bobina de N vueltas, de acuerdo con la fórmula para un solenoide de una capa de alambre.

$$L = \frac{N \cdot \Phi_B}{I} = \frac{\mu_0 \cdot A \cdot N^2}{l} \quad (2)$$

Donde μ_0 es la permeabilidad del vacío ($4\pi \times 10^{-7} \text{ T}\cdot\text{m/A}$), cuando se tiene un núcleo metálico se multiplica μ_0 por la permeabilidad relativa del material (μ_r), l es la longitud del solenoide y A es el área transversal interior del solenoide.

Para optimizar la señal magnética de la bobina fue necesario establecer el calibre del alambre, geometría de la bobina, número de espiras y tipo de material a inspeccionar. En la fabricación de las bobinas se emplearon empaques *display box* de

cinta teflón de la marca Truper (ver Figura 3.3), en el cual se enrolló el cable de cobre esmaltado a diferentes vueltas y diferentes calibres. La Figura 3.4 muestra las bobinas elaboradas para este proyecto.



Figura 3.3. Empaque display box (Cinta teflón “TRUPER”).

- Las dimensiones de las bobinas son: Diámetro interno, 1” (25.4 mm); altura, 3/4” (19 mm).

Las bobinas realizadas se clasificaron de acuerdo con el número de vueltas y el calibre del alambre (AWG que es la clasificación estadounidense). La Tabla 4 muestra la nomenclatura para cada bobina fabricada, el diámetro interior del embobinado es de 28 mm y longitud axial de 26 mm. La designación **B2M** significa: bobina de 200 vueltas → **B2**, alambre calibre 28 AWG → **M**. Como puede observarse en la tabla, se emplearon 3 alambres de diferentes calibres (\varnothing es el diámetro del alambre) y 3 embobinados diferentes (diferentes números de vueltas). La inductancia se calculó empleando la aplicación Coil32 [26].

Tabla 3. Nomenclatura y características de las bobinas.

Nomenclatura	AWG	\varnothing (mm)	N	Ω	$\sim L$ (mH)
B2M	28	0.320	200	3.4	0.86
B3M	28	0.320	300	4.9	1.91
B4M	28	0.320	400	6.9	3.34
B2G	23	0.574	200	1.3	0.88
B3G	23	0.574	300	2.7	1.98
B4G	23	0.574	400	3.5	3.63
B1Ex	21	0.724	100	0.3	0.22
B2Ex	21	0.724	200	0.7	0.90
B3Ex	21	0.724	300	1.1	2.10



Figura 3.4. Bobinas elaboradas.

3.4 Características de los portamuestras.

El material de los portamuestras fue acrílico (ver Figura 3.5), este material se prefirió debido a que es un material paramagnético por excelencia, ya que su interacción con el campo magnético de la bobina es mínima. Se emplearon 3 portamuestras de 1 pulgada de diámetro exterior, cada uno de estos tiene una cavidad con diferente diámetro, profundidad y ubicación. La Tabla 5 contiene las características y nomenclatura de cada portamuestra.

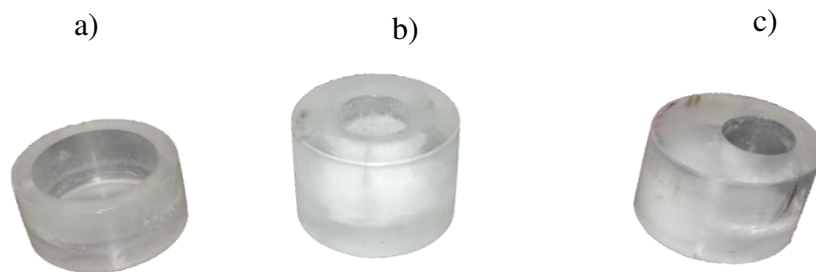


Figura 3.5. Portamuestras empleados, a) cavidad, concentración uniforme, b) cavidad, concentración en el centro y c) cavidad, concentración en un costado.

Tabla 4. Nomenclatura y características de los portamuestras.

Nomenclatura	Ø interior	Altura interior	Capacidad
P1C	19.8 mm	9.6 mm	9.8 g
P2C	11.8 mm	12.5 mm	4.0 g
P3C	11.8 mm	11.8 mm	3.8 g

El objetivo del empleo de los 3 portamuestras fue observar el comportamiento magnético que tiene la muestra cuando ésta se encuentra mayormente concentrada en el centro, cuando está mayormente distribuida en la sección transversal del campo, y cuando se encuentra distribuida de forma uniaxial al campo magnético.

3.5 Funcionamiento del circuito.

El circuito es alimentado por una fuente de poder regulada marca Steren conectada a la línea de corriente alterna de 120 V. Además, se empleó un generador de señal constante de corriente continua (4-20 mA) para controlar la corriente de alimentación del circuito.

El sensor inductivo es una bobina o solenoide de cobre esmaltado (tabla 4) energizada por medio del NE555 (corriente oscilante). La clave del funcionamiento de este dispositivo es relacionar el cambio de frecuencia eléctrica de la bobina de inspección con la permeabilidad del núcleo (muestra metálica en polvo, ver Figura 3.6.) La permeabilidad (μ) del núcleo (que depende del grado de aleación, compactación, fases presentes, etc.) está relacionada con la inductancia de la bobina (L), ésta última se relaciona con la frecuencia (f) y reactancia inductiva (X_L), que es la resistencia a cualquier cambio en la corriente que pasa por el inductor. La reactancia inductiva también depende del voltaje aplicado a la bobina (V_L) e intensidad de corriente eléctrica (I), [27]. El siguiente desarrollo matemático muestra al final la fórmula empleada para encontrar la relación entre permeabilidad del núcleo (muestra en polvo a monitorear) con 3 variables que se pueden medir de manera experimental:

$$X_L = 2\pi fL \quad (3)$$

$$X_L = \frac{V_L}{I} \quad (4)$$

$$2\pi f \left(\frac{\mu AN^2}{l} \right) = \frac{V_L}{I}$$

$$\mu = \frac{l}{2\pi f AN^2} * \frac{V_L}{I} \quad (5)$$

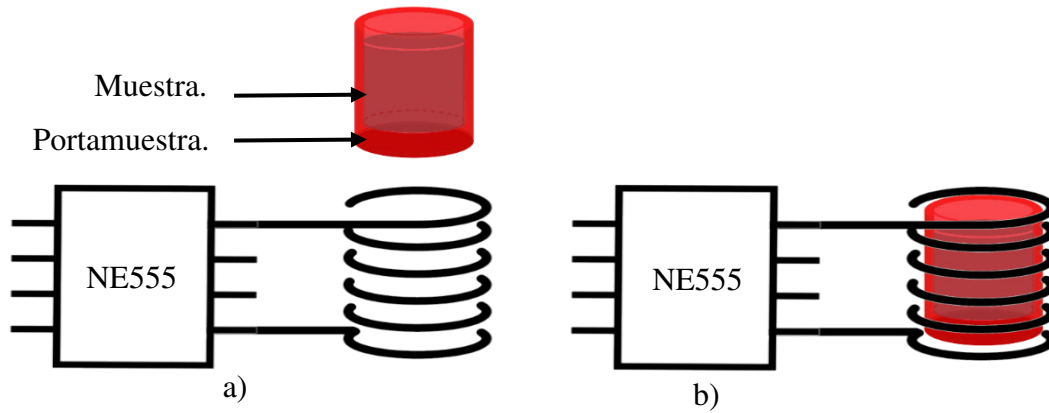


Figura 3.6. Funcionamiento del dispositivo electrónico, a) bobina energizada por el NE555, b) interacción de la muestra con la bobina.

El monitoreo de la frecuencia (kHz) se lleva a cabo con el empleo de un frecuencímetro conectado directamente en los extremos de la bobina de inspección, la corriente de alimentación al NE555 se monitorea con un multímetro conectado después del generador de señal constante (4-20 mA). Como se mencionó anteriormente, el dispositivo desarrollado emplea el circuito integrado NE555 con una configuración de multivibrador astable (inestable). La señal que recibe la bobina de inspección tiene las características que se ilustran en la Figura 3.7.

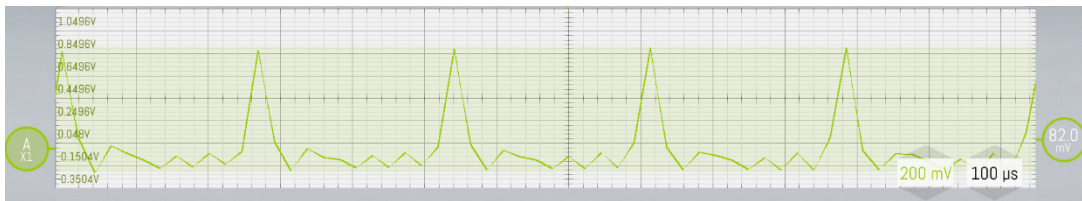


Figura 3.7. Señal periódica aplicada a la bobina de inspección.

3.5.1 Efecto de la corriente de 4 a 20 mA.

El dispositivo electrónico es alimentado mediante con una corriente que puede ser de 4 a 20 mA, el propósito es evitar posibles interferencias con la detección de las muestras metálicas. El empleo de corriente de 4 -20 mA tiene muchas ventajas, tales como [28]:

- Menor sensibilidad al ruido eléctrico.
- Corriente estándar para circuitos eléctricos.
- Detección de rotura en cables.
- Simple para conectar y configurar circuitos.

3.6 Equipos auxiliares.

El **generador de señal constante** que se empleó se muestra en la Figura 3.8 y tiene las siguientes características: fácil conexión y uso de operación; respuesta de salida inmediata después de su ajuste, sin retraso de señal; finura real de hasta 0.01 mA; protección de la polaridad; tensión de alimentación DC 12V o 24V; suministra una señal constante de 4 a 20 mA para componentes electrónicos. La tensión de alimentación que se utilizó fue de 12 V.



Figura 3.8. Generador de señal constante.

El **multímetro digital** que se empleó fue de la marca Gw INSTRON modelo GDM-8351 (ver Figura 3.9), cuenta con un display VFD dual, rango de tensión de 100

mV a 1,000 V y 10 mA a 10 A, mide continuidad, capacitancia, prueba de diodo, frecuencia de muestreo de ADC y transmisión PC de 320 lecturas por segundo, 12 mediciones diferentes: Tensión AC/DC, Corriente AC/DC, Tensión/Corriente AC+DC, Resistencia de 2/4 hilos, continuidad, probador de diodos, capacitancia, frecuencia y temperatura.



Figura 3.9. Multímetro GDM-8351.

La **fuentes de poder regulada** que se empleo fue de la marca Steren (ver la Figura 3.10) con salida de voltaje variable de 0 a 15 Vcc, y de 6, 10 ó 30 Amperes, tiene protección contra sobrecargas y corto circuito. Se utiliza para alimentar equipos de laboratorio y circuitos experimentales, principalmente. La fuente alimentó de forma controlada los 12 volts del generador de señal constante.



Figura 3.10. Fuente de poder regulada STEREN.

3.7 Optimización de la señal de la bobina.

Se realizaron gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente para conocer el comportamiento magnético (estabilidad de la frecuencia) de cada bobina. La Figura 3.11 muestra las gráficas obtenidas para las bobinas B2M, B3M y B4M (alambre calibre 28 AWG). En esta figura se puede observar que la bobina B3M (300 vueltas) presenta más puntos de estabilidad de frecuencia en comparación con las bobinas de este calibre (puntos de color verde), es decir, para una determinada corriente la frecuencia presentó una mínima variación con el tiempo de permanencia a esa corriente, mostrando valores reproducibles y confiables para el análisis.

La Figura 3.12 presenta las gráficas obtenidas para las bobinas B2G, B3G y B4G (alambre calibre 23 AWG). La bobina que presentó más puntos de estabilidad fue la bobina B2G, sobresaliendo la condición cuando se tuvo una corriente de 8 mA.

Para el caso de las bobinas con alambre calibre 21 (B1Ex, B2Ex y B3Ex), la bobina que sobresalió en estabilidad y magnitud de la frecuencia fue la bobina B1Ex, ver la Figura 3.13. Siendo esta última la seleccionada para realizar la caracterización de las muestras Co-29Cr-6Mo (% en peso) y Fe-4040Al (% atómico). La bobina se espera tenga un campo magnético inicial de aproximadamente 1.4×10^{-11} T de acuerdo con la fórmula 1.

Como se observó en cada una de las Figuras 3.11, 3.12 y 3.13, la frecuencia de respuesta incrementa conforme aumenta la corriente eléctrica, lo cual implica una mayor intensidad de campo magnético. Las curvas son construidas con puntos de señal estable, semiestable e inestable (variación en la frecuencia de respuesta). Como criterio se seleccionaron las señales más estables y de mayor magnitud, el propósito es obtener un Δ Hz mayor y reproducible, lo que permite monitorear la evolución estructural de las muestras con mayor precisión.

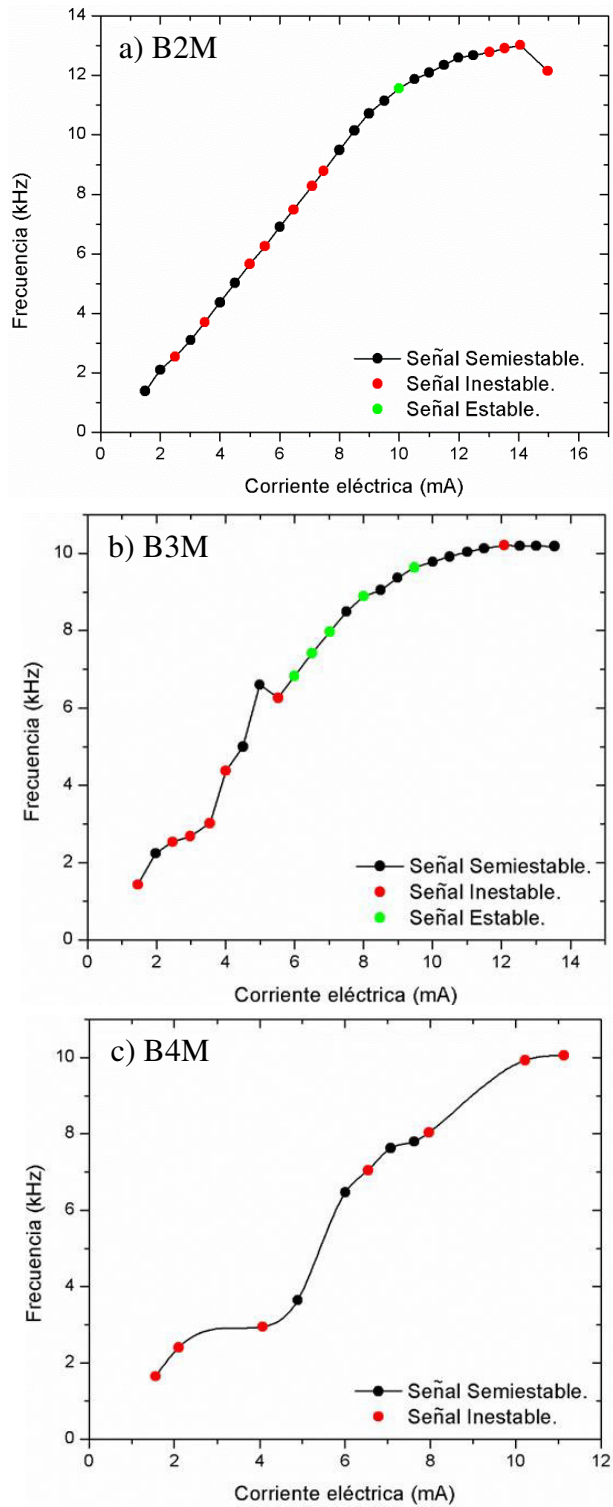


Figura 3.11. Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 28 AWG, a) bobina B2M, b) bobina B3M, c) bobina B4M.

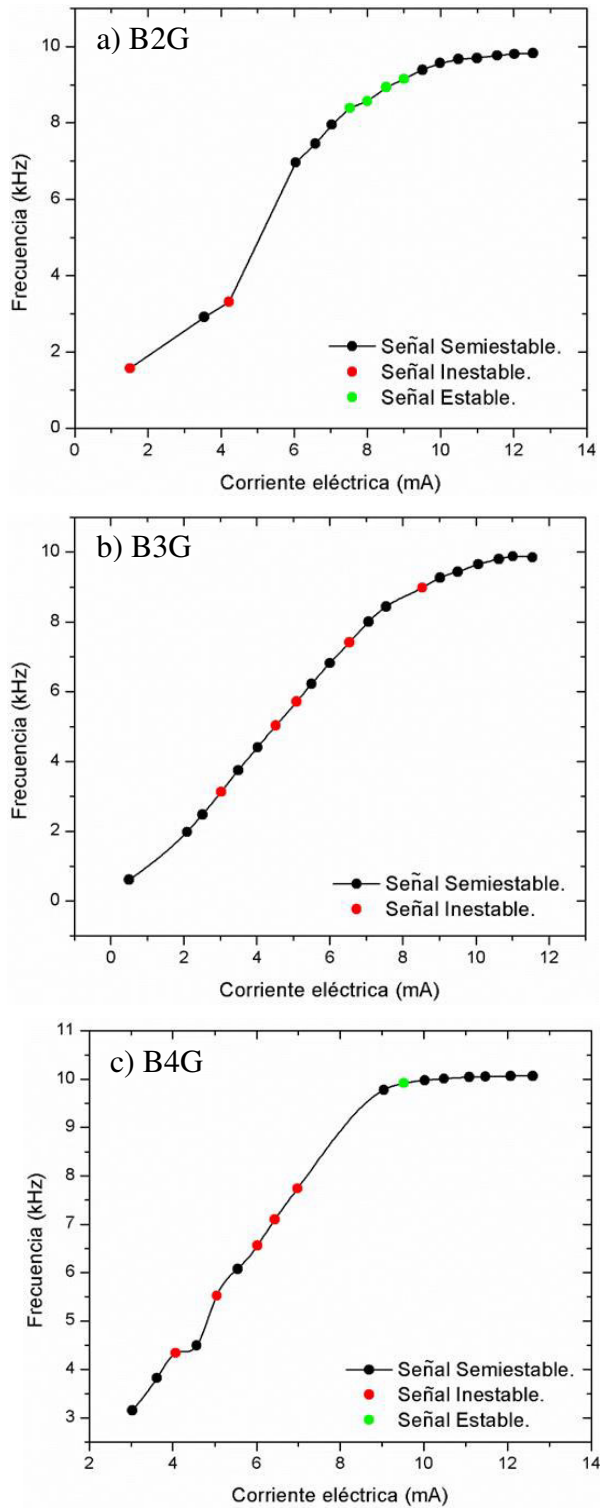


Figura 3.12. Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 23 AWG, a) bobina B2G, b) bobina B3G, c) bobina B4G.

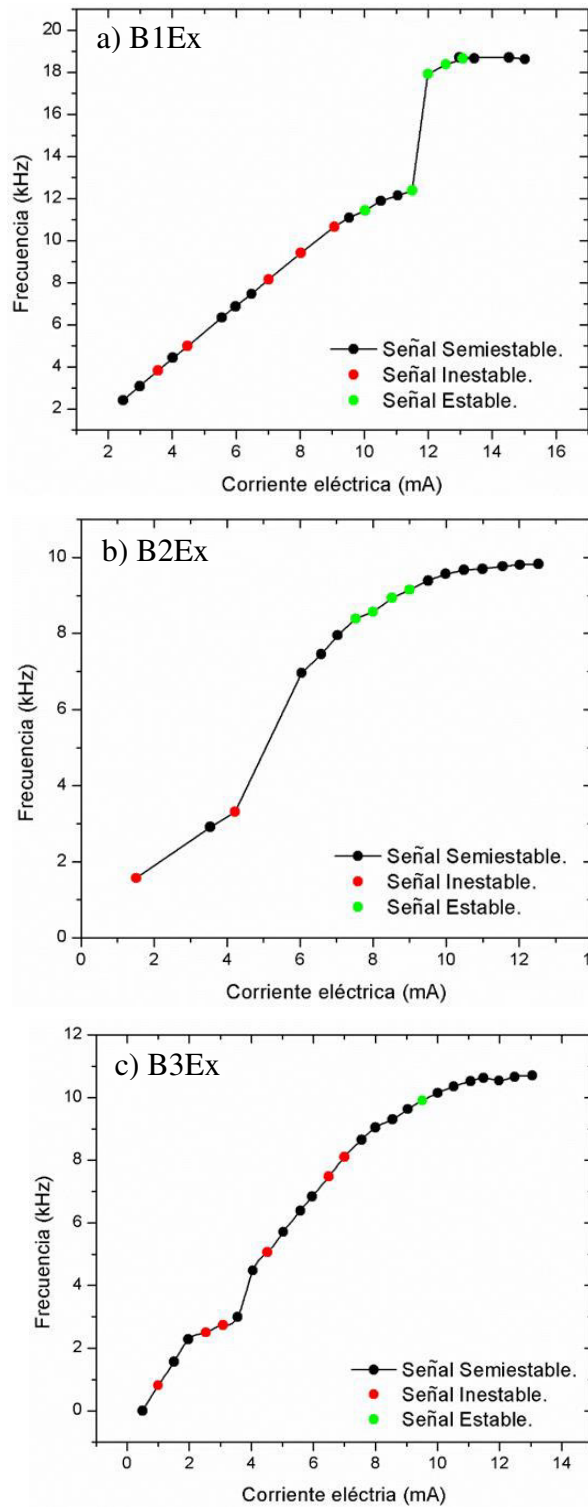


Figura 3.13. Gráficas de frecuencia eléctrica contra corriente de las bobinas con calibre 21 AWG, a) bobina B1Ex, b) bobina B2Ex, c) bobina B3Ex.

3.8 Muestras a detectar, Co-29Cr-6Mo (% en peso) y Fe-40Al (% atómico).

Estas muestras fueron procesadas en otros trabajos de tesis. A modo de resumen, se empleó un molino de alta energía perteneciente al Departamento de Ingeniería en Minas, Metalurgia y Geología de la Universidad de Guanajuato. El molino de alta energía empleado fue un molino Spex 8000 D, con dos estaciones. En cada vial se colocaron las mezclas de los diferentes sistemas, la atmósfera de los viales fue nitrógeno de alta pureza, la relación en peso bola-polvo fue de 6:1, esta relación permitió monitorear correctamente la formación de la aleación a los diferentes tiempos de molienda mecánica. Los tiempos de molienda se muestran en la tabla 5. Es importante mencionar que la molienda se realizó en intervalos de 100 minutos para permitir el enfriamiento del equipo y de los viales.

El sistema Co-29Cr-6Mo fue proporcionado por el estudiante Jesús Eduardo, quien desarrollo el proyecto “Evolución estructural del sistema Co-29Cr-6Mo procesado por aleado mecánico” [29]. El sistema Fe-40Al fue procesado en un proyecto de Servicio Social Profesional por el estudiante Leonel Aguilar [30].

Tabla 5. Tiempos de molienda mecánica para los diferentes sistemas.

Ensayo	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Co-29Cr-6Mo	5.0	7.5	10.0	12.5	15.0	17.5	20.0	22.5	50.0
Fe-40Al	4.0	8.0	12.0	16.0	20.0	24.0	32.0	36.0	----

3.9 Diagrama de flujo de proceso para monitorear la aleación.

La Figura 3.14 es una representación diagramática que ilustra la secuencia seguida para el monitoreo de las aleaciones obtenidas por aleado mecánico.

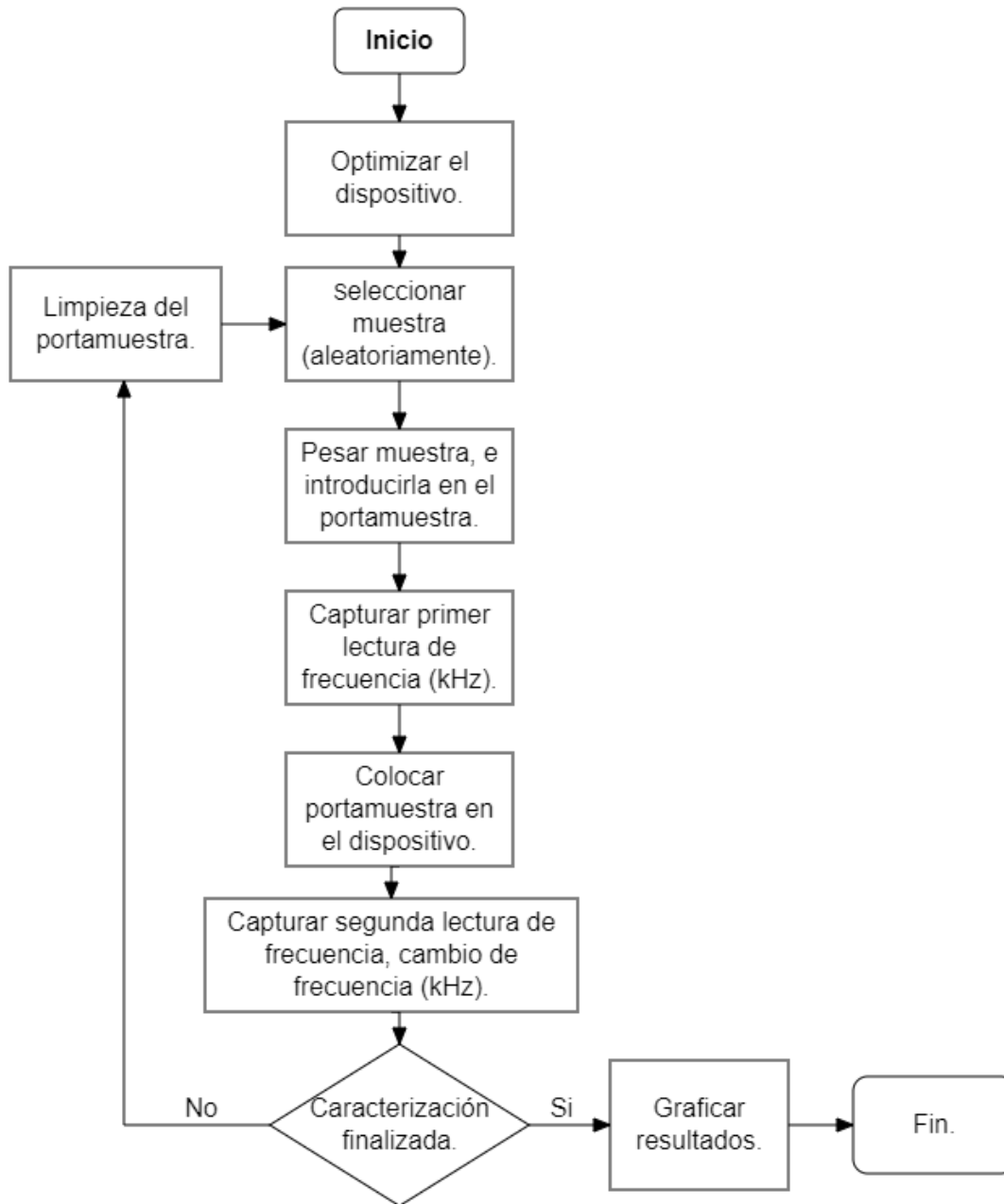


Figura 3.14. Proceso para el monitoreo de aleaciones.

El muestreo se realizó de forma aleatoria, por cada sistema se tomó únicamente 2 gramos de muestra para su caracterización. La información generada se registró en una bitácora de laboratorio, para posteriormente realizar las gráficas.

3.9.1 Preparación de las partículas metálicas.

Las muestras obtenidas de los diferentes sistemas de aleación, Co-29Cr-6Mo y Fe-40Al fueron tamizadas para establecer un intervalo del tamaño de partícula, malla -140 ($<105\mu\text{m}$). Con la finalidad de observar el efecto del tamaño de partícula en los cambios de frecuencia para el sistema Co-29Cr-6Mo, se experimentaron 3 intervalos de tamaño de partícula, a) malla -270 ($<53\mu\text{m}$), b) mallas +270/-140 (53 a $105\mu\text{m}$), y c) malla -140 ($<105\mu\text{m}$).

3.10 Difracción de rayos X.

Para la caracterización de los polvos se utilizó además del dispositivo electrónico desarrollado en este trabajo, la técnica de DRX para obtener información sobre la estructura del material. El equipo empleado fue un difractómetro modelo Advanced 8 Bruker que se encuentra en la Universidad Autónoma de Zacatecas Francisco García Salinas (Figura 3.15), las condiciones de uso son: $30-100^\circ$ en 2θ con un paso de 0.02° .



Figura 3.15. Difractómetro Bruker.

CAPÍTULO IV.
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

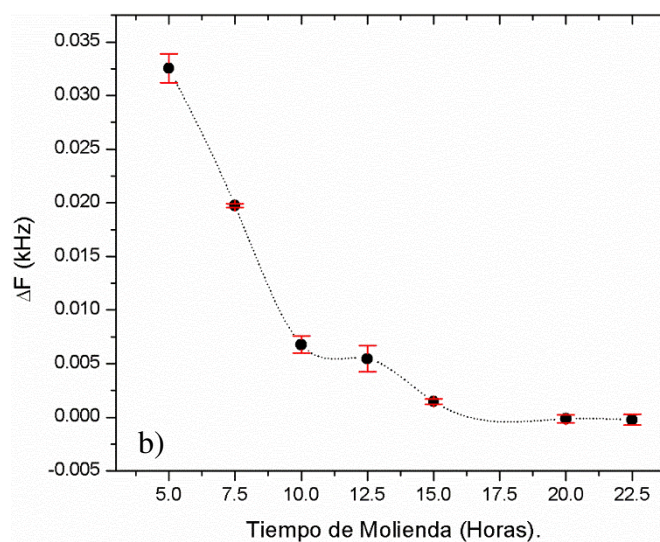
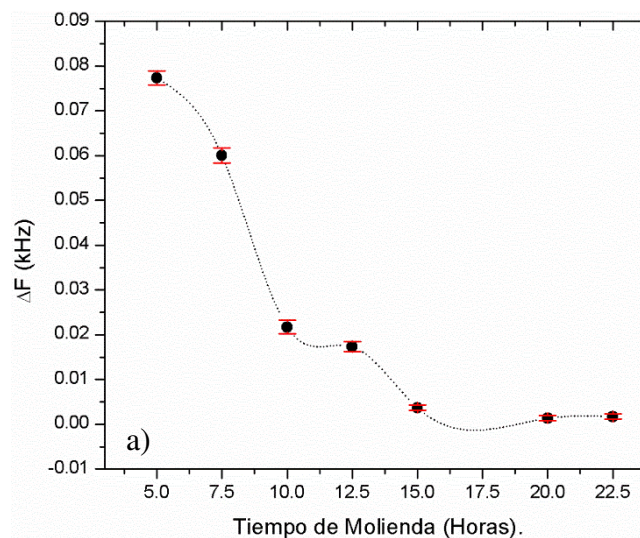
En el capítulo anterior se optimizaron las características de la bobina, amperaje y voltaje de alimentación del circuito para poder monitorear los sistemas Co-29Cr-6Mo y Fe-40Al. Los resultados se presentan mediante gráficas de cambio de frecuencia (Δ Hz) contra tiempo de molienda mecánica, así como la correlación de dicho comportamiento magnético con los difractogramas de rayos X.

4.1 Cambio de frecuencia debido al Co-29Cr-6Mo.

Después de analizar la estabilidad de la frecuencia eléctrica en las bobinas (ver las Figuras 3.11, 3.12 y 3.13), se seleccionaron 4 bobinas para caracterizar el sistema CoCrMo (con tamaño de partícula $<105 \mu\text{m}$). Cabe mencionar que la estabilidad de las bobinas se presentó a valores específicos de amperaje y voltaje de alimentación. Las bobinas seleccionadas fueron: B2M, B2G, B2Ex y B1Ex, el portamuestra seleccionado fue el P2C (no hubo diferencia significativa de frecuencia cuando se varió la distribución de muestra en polvo). La tabla 4 (capítulo anterior) contiene las características físicas de éstas. Cabe mencionar que la muestra en polvo fue colocada en la cavidad del portamuestra por efectos de gravedad, es decir, el polvo se dispersó en la cavidad conforme se vertió.

La Figura 4.1 presenta el comportamiento magnético de las muestras de Co-29Cr-6Mo procesada a diferentes tiempos de molienda mecánica. En estas figuras puede observarse un descenso muy pronunciado en el cambio de frecuencia hasta las 10 horas, este comportamiento puede relacionarse con una disminución en su permeabilidad magnética. Este comportamiento puede ser atribuido a dos procesos, uno referente al desorden atómico generado por la molienda mecánica de alta energía que desencadena una transformación de fase de h.c.p a f.c.c para el Co residual [31,32]. El otro proceso es referente a la solución sólida de Co, es decir, la difusión del Cr y Mo en la estructura del Co para formar la aleación del sistema Co-29Cr-6Mo (posteriormente corroborado con los resultados de difracción de rayos X).

Entre 10 y 12.5 horas de molienda, se observa un cambio ligero en el ΔH_z , después de este tiempo, el ΔH_z disminuye para posteriormente continuar en un valor estable. Este comportamiento se observó en las 4 bobinas seleccionadas (indicio de una medición confiable con cualquiera de las bobinas) y se atribuye a una transformación de fase para el sistema Co-29Cr-6Mo, ya que al ser casi cero el ΔH_z implica que el material tiende a comportarse como un material paramagnético. Después de las 15 horas, no se observa un cambio significativo en el ΔH_z , con un $\Delta H_z \approx 0$, lo que indica que la aleación se comporta como un material paramagnético.



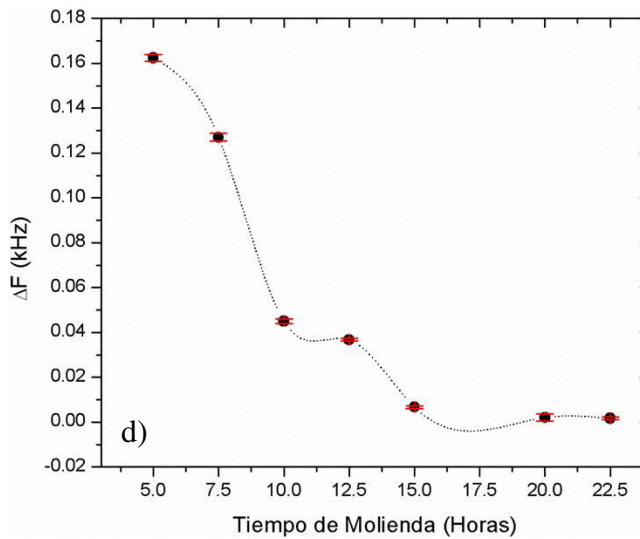
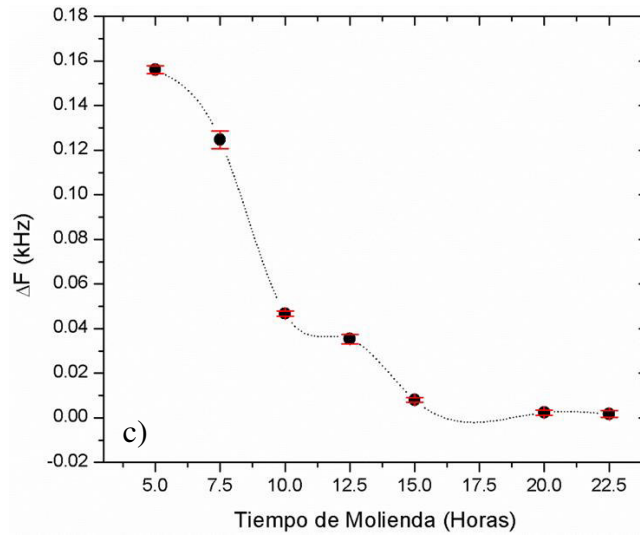


Figura 4.1. Evolución estructural de la aleación Co-29Cr-6Mo por cambio de frecuencia. Las condiciones de operación son la siguientes: 12 volts y 9 mA de alimentación, a) B2M, b) B2G, c) B2Ex y d) B1Ex.

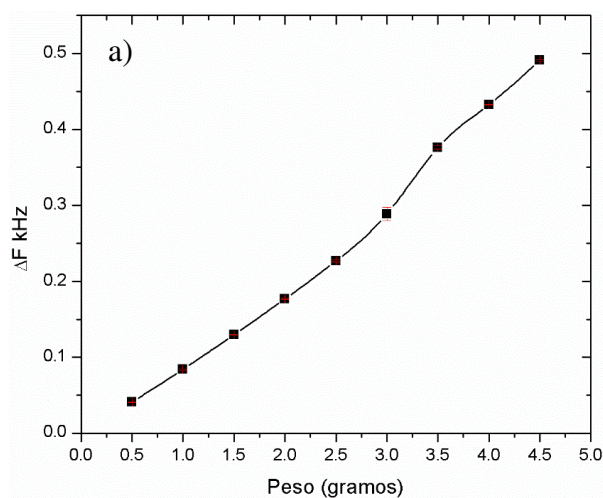
En cada grafica de la Figura 4.1 se pueden observar las desviaciones estándar, éstas son mínimas en magnitud, por lo que el proceso de medición de muestras en polvo de forma aleatoria indica una confiabilidad aceptable en las mediciones, además de repetir el mismo comportamiento de los promedios de ΔHz .

Las Figuras 4.1 (c y b) muestran una escala mayor en el eje de las ordenadas (ΔHz), lo cual significa que se ha ampliado la respuesta en el ΔHz . Sin embargo, la mayor estabilidad en frecuencia se logró con la bobina B1Ex. Por tal motivo, fue la bobina seleccionada para realizar la mayoría de la caracterización de las muestras del sistema Co-29Cr-6Mo.

4.2 Efecto de la cantidad de muestra en el ΔHz .

Con el propósito de evaluar el comportamiento del ΔHz en función de la cantidad de muestra, se realizaron mediciones a partir de 0.5 g de muestra hasta 4.5 g de muestra en intervalos de 0.5 g empleando el portamuestra P2C. La Figura 4.2 muestra el comportamiento de las variables mencionadas para las muestras Co-29Cr-6Mo de 7.5 h y 12.5 de molienda, puede observarse una correlación prácticamente lineal, por lo que el dispositivo puede emplearse para medir muestras desde 0.5 g hasta 4.5 g, el inconveniente de medir muestras de 0.5 g es un ΔHz de menor magnitud.

La Figura 4.2 (a) muestra una ligera variación en los resultados a partir de 3.5 g. La causa se atribuye a las condiciones de operación del dispositivo cuando hubo un corte en el suministro de voltaje. La capacidad media del portamuestra es de 2 g para el sistema Co-29Cr-6Mo, por tal motivo se seleccionó esta cantidad para realizar la caracterización en función del tiempo de molienda.



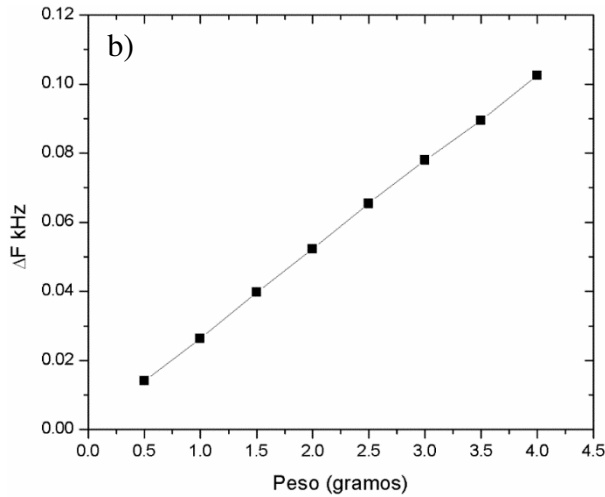


Figura 4.2. Efecto del porcentaje de muestra en la caracterización de aleado mecánico para el sistema Co-29Cr-6Mo, a) 7.5 horas y b) 12.5 horas.

4.3 Efecto del tamaño de partícula en el ΔHz .

Se realizó un análisis sobre el efecto que tiene el tamaño de partícula en las muestras que se introducen en el dispositivo, esto para observar el comportamiento del tamaño de partícula con relación a su ΔHz . Se utilizó 1 gramo de muestra procesada a 7.5 h para realizar las mediciones. La Figura 4.3 muestra que no hay un cambio significativo en los promedios del ΔHz para los 3 intervalos de tamaño de partícula, los cuales son: malla -270 (<53 μm), mallas +270/-140 (53 a 105 μm) y malla -140 (105 μm).

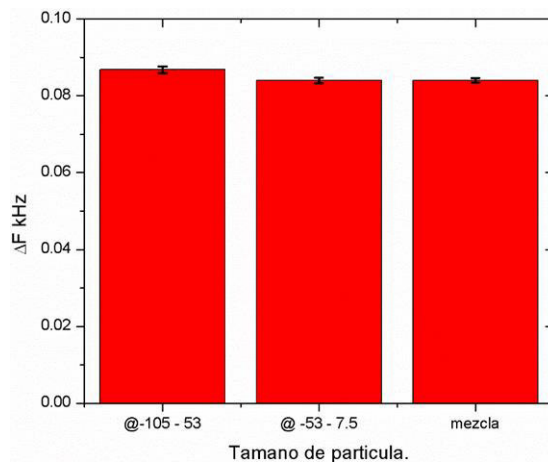
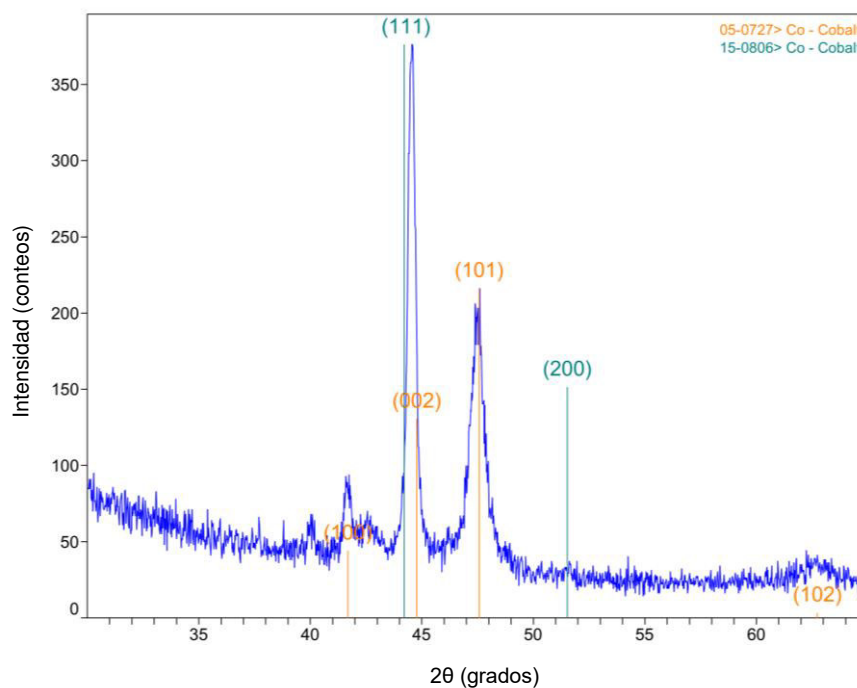


Figura 4.3. Efecto del tamaño de partícula.

4.4 Evolución estructural de la aleación Co-29Cr-6Mo por DRX.

El patrón de DRX del Co en polvo empleado en la molienda se muestra en la Figura 4.4. Puede observarse que tanto el Co con estructura cristalina hexagonal compacta (05-0727), así como con estructura cúbica centrada en las caras (15-0806) se presentan a temperatura ambiente. De manera cualitativa, puede concluirse que la fase HC tiene mayor presencia (05-0727 > Co). A temperatura ambiente la fase HC prevalece sobre la fase CCC en el Co de acuerdo con la información encontrada en la literatura [32].

La Figura 4.5 muestra la evolución estructural del sistema Co-29Cr-6Mo a diferentes tiempos de molienda. El pico de mayor intensidad que se encuentra alrededor de 44.5° para el patrón de DRX correspondiente a la muestra de 7.5 horas, sufre corrimiento a ángulos bajos debido a la difusión de átomos más grandes en la estructura cristalina de la matriz (Co), lo cual nos indica el inicio de la formación de la aleación Co-29Cr-6Mo. El mismo efecto sigue el pico que se encuentra alrededor de 47.0° .



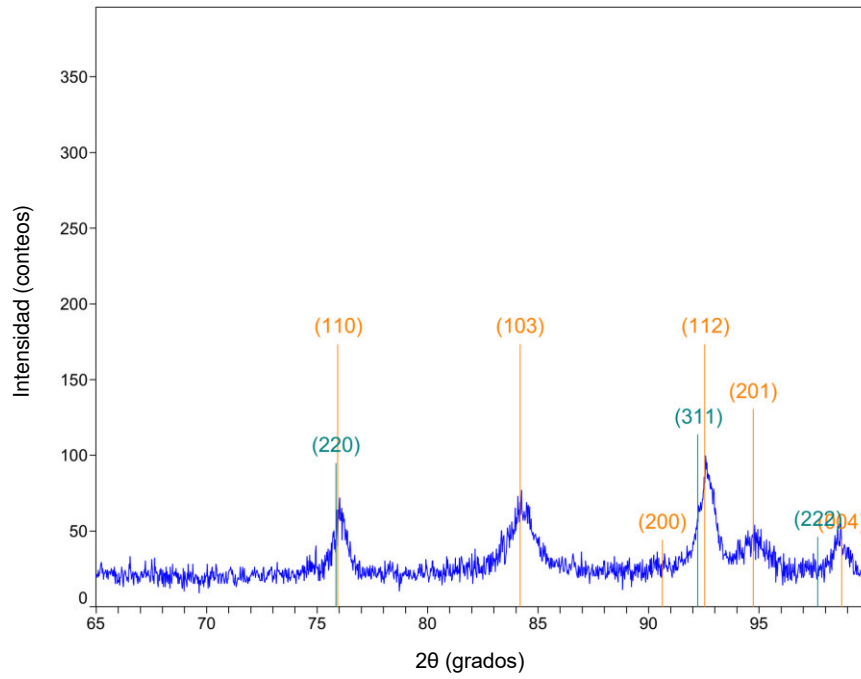


Figura 4.4. Patrón de DRX del Co puro (polvo inicial).

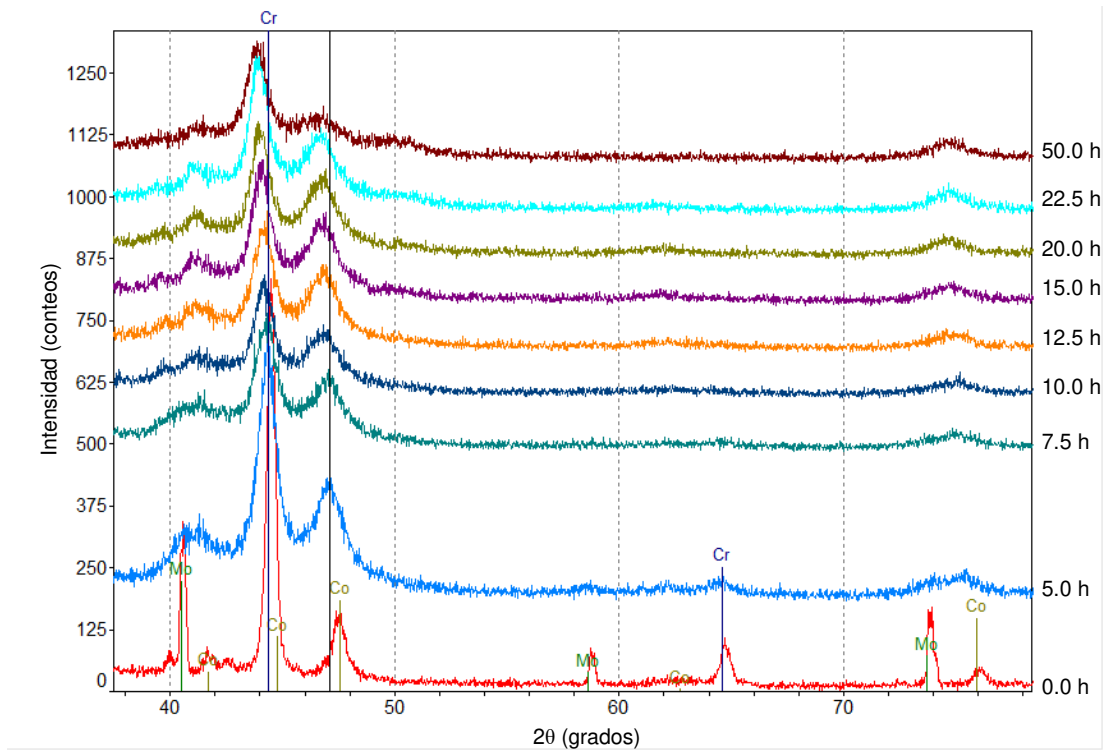


Figura 4.5. Evolución estructural del sistema Co-29Cr-6Mo de 0 a 50 h de molienda mecánica.

El sistema Co-29Cr-6Mo procesado por molienda mecánica presenta una transformación de fase notorio después de las 20 horas, el pico que se ubica alrededor de los 47° comienza a disminuir en intensidad, además aparece un nuevo pico aproximadamente a 51° que corresponde a la aleación 04-016-6869 > $\text{Cr}_{0.32}\text{Mo}_{0.04}\text{Co}_{0.64}$ (ver Figura 4.6). Este cambio de fase implica que parte del material de ser ferromagnético (04-016-6870 > $\text{Cr}_{0.32}\text{Mo}_{0.04}\text{Co}_{0.64}$) pasa a ser paramagnético [33]. Algo característico de los picos de difracción es el ensanchamiento de éstos debido a la intensidad de molienda mecánica que ocasiona una disminución en el tamaño de cristalita y afecta notablemente el comportamiento magnético de los materiales debido al desorden atómico.

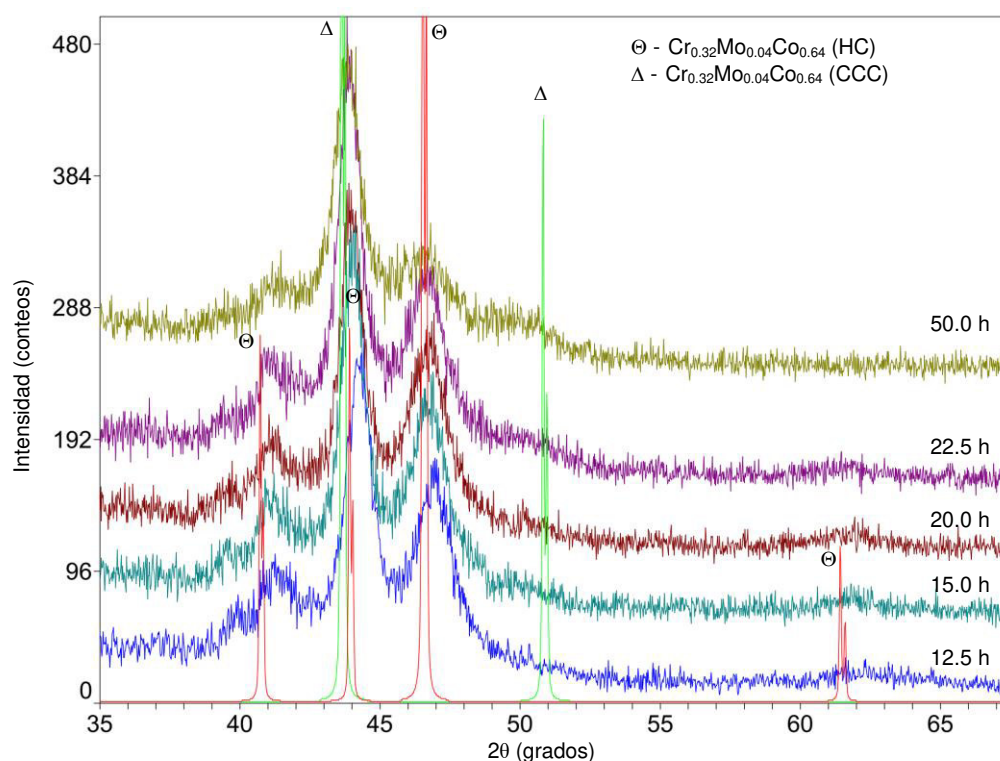


Figura 4.6. Presencia de la Fase CCC en el sistema Co-29Cr-6Mo para tiempos de molienda prolongados.

El comportamiento magnético que se presenta como una transformación de fase en la Figura 4.6, se presenta también como una anomalía en el ΔHz observado en la Figura 4.1. El tiempo de molienda en el que se presenta este cambio es muy similar (entre 15 y 20 h). En la Figura 4.1, ya no se observa un cambio notorio después de las

22.0 horas, caso contrario a lo que se observa en el difractograma de la Figura 4.6, en ésta última conforme el tiempo de molienda se incrementa, la fase CCC se presenta en mayor cantidad de acuerdo con lo observado en la Figura 4.6.

4.5 Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por ΔH_z .

De igual manera se presentan los resultados obtenidos mediante el dispositivo electrónico para la aleación Fe-40Al, la medición se llevó acabo con la ayuda de la bobina B1Ex, 1.5 g de muestra y tamaño de partícula menor a 105 μm . En la Figura 4.7 puede observarse un incremento en los valores de ΔH_z conforme el tiempo de molienda incrementa hasta aproximadamente 12 horas, presentándose un máximo en bajo estas condiciones de molienda. Una vez alcanzado este valor, el comportamiento magnético tiende a estabilizarse, ha alcanzado una saturación magnética. Amils Capdevila y colaboradores [34] han mostrado que la aleación Fe-40Al presenta un cambio de estado magnético, pasa de ser un material paramagnético a uno ferromagnético cuando es sometido a un proceso de molienda mecánica por bolas. En este sentido, es de esperarse un incremento en el ΔH_z para el Fe-40Al, lo que significa que la aleación tiene una mayor permeabilidad magnética.

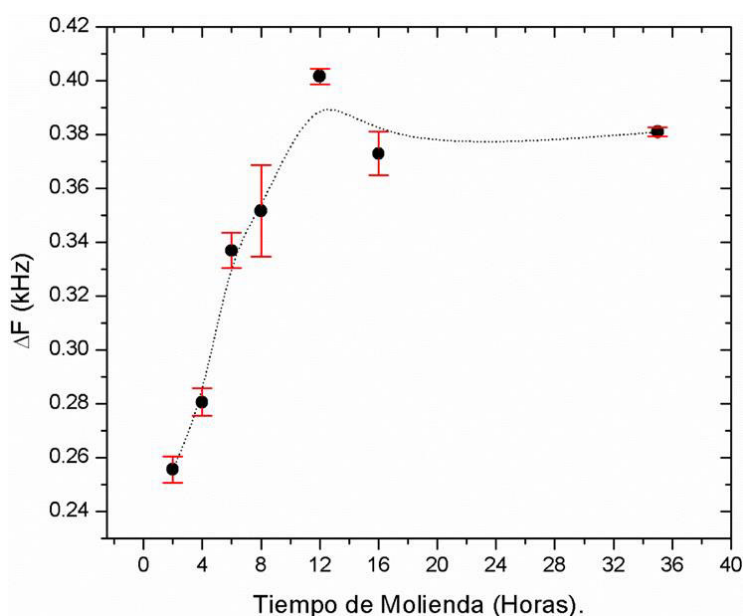


Figura 4.7. Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por cambio de frecuencia (Bobina B1Ex).

4.6 Evolución estructural de la aleación Fe-40Al por DRX.

La Figura 4.8 contiene los patrones de DRX para las muestras más relevantes del sistema Fe-40Al procesadas por molienda mecánica de alta energía. A 16 horas prácticamente la aleación está formada, ya que existe un corrimiento del pico principal a ángulos bajos. No existe una diferencia significativa en el corrimiento del pico principal para la muestra de 8 y 16 h. Sin embargo, en la muestra de 8 h se observa un remanente de la fase de Fe y Al, lo cual provoca un ensanchamiento del pico de difracción. Para el sistema Fe-40Al no se pudo apreciar por DRX un efecto del comportamiento magnético de la formación de la aleación.

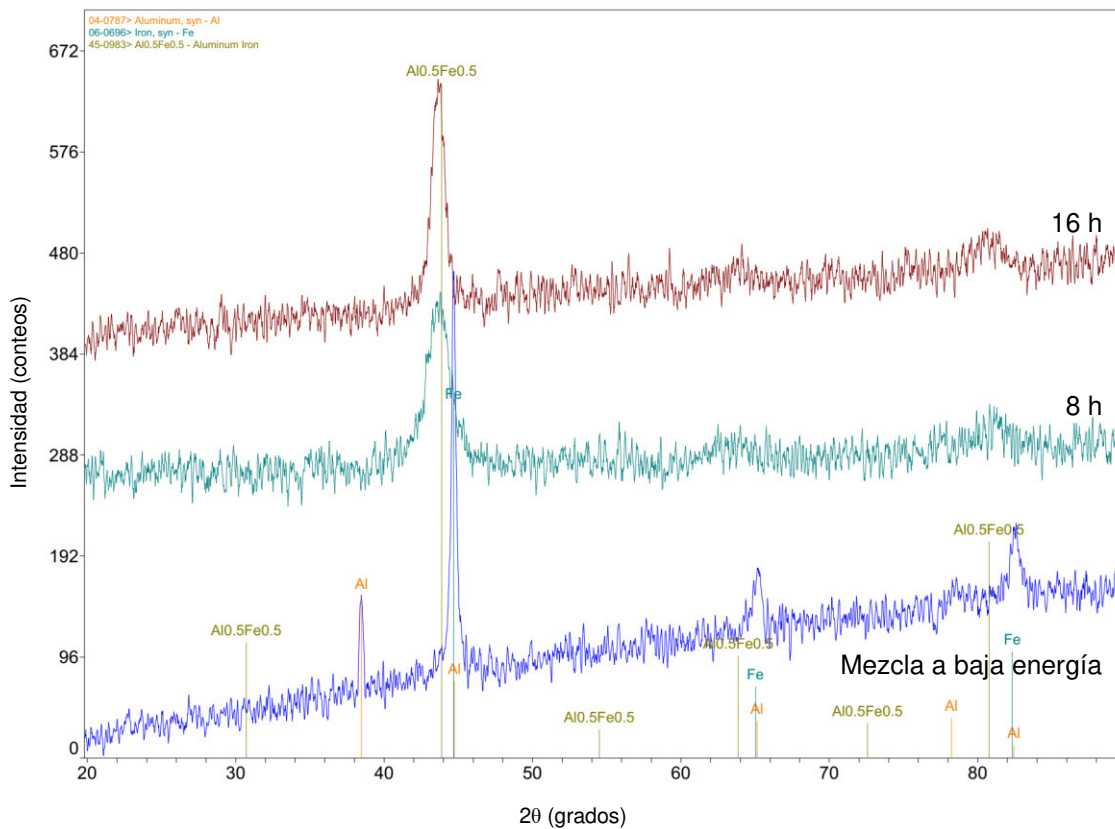


Figura 4.8. Evolución estructural de la aleación del sistema Fe-40Al por DRX.

Los 2 sistemas que se estudiaron (Co-29Cr-6Mo y Fe-40Al) presentan una zona estable en las gráficas de ΔH_z vs Tiempo de molienda que corresponde a la obtención

de la aleación final para tiempos de molienda prolongados de acuerdo con los difractogramas para cada aleación.

El comportamiento magnético de las muestras en general se puede atribuir principalmente al fenómeno de orientación de los dominios magnéticos y a las corrientes inducidas. Por medio de molienda mecánica de alta energía se genera en los materiales metálicos un desorden atómico que afecta las propiedades magnéticas de estos, además de permitir el proceso de difusión en estado sólido. A nivel industrial, las piezas que han sido laminadas, maquinadas, deformadas intensamente, etc. presentan campos magnéticos remanente que en ocasiones son perjudiciales para una determinada aplicación.

CAPÍTULO V.
CONCLUSIONES

5.1 Conclusiones.

- El dispositivo desarrollado es capaz de detectar el cambio de permeabilidad magnética mediante un cambio en la frecuencia eléctrica de muestras sometidas a diferentes tiempos de molienda mecánica, siendo capaz de discriminar entre un material ferromagnético y paramagnético e incluso el cambio de un material ferromagnético en paramagnético.
- El dispositivo es capaz de identificar transformaciones de fases en materiales alótropos como las aleaciones base Co, incluso es posible identificar de forma cualitativa cuando un material ha llegado a su saturación magnética como el caso de aleaciones de Fe.
- El circuito eléctrico armado es económico (capacitores, resistencias, bobina y circuito integrado NE555), sus componentes pueden adquirirse en tiendas de electrónica convencionales, los periféricos (fuente de alimentación e instrumentos de medición) empleados son equipos relativamente económicos comparados con equipos de caracterización sofisticados.
- La bobina con menor inductancia (0.22 mH) presentó más valores de frecuencia estables a amperajes de alimentación mayores a 12 mA, además de notables cambios de frecuencia cuando la muestra metálica en polvo se colocó como núcleo de la bobina.

5.2 Áreas de oportunidad.

En relación con los resultados obtenidos en la caracterización de los sistemas Co-29Cr-6Mo y Fe-40Al, es conveniente realizar moliendas de Co y Fe puros para conocer su comportamiento magnético y comparar éste con el comportamiento magnético de las aleaciones, de esta manera se podrá discriminar de mejor manera el efecto de la evolución de la aleación.

La muestra afecta la frecuencia de la bobina al momento de ser introducida en el interior de ésta. Se pretende controlar la rapidez para ingresar la muestra en la bobina y correlacionar la señal con cambios o condiciones estructurales de los polvos metálicos (ruido de Barkhausen).

Anexo 1

Flujo magnético: Número total de líneas de fuerza que forman un campo magnético. El flujo magnético se representa mediante la letra griega ϕ (fi), cuya unidad es el weber (Wb).

Inducción magnética: Cantidad de líneas de fuerza que traspasa una unidad de superficie. La inducción magnética, también denominada densidad de flujo magnético, se representa con la letra B. la unidad es el tesla (T).

Susceptibilidad magnética: Grado de magnetización de un material en respuesta a un campo magnético.

Permeabilidad magnética: Capacidad de una sustancia o medio para atraer y hacer pasar a través suyo los campos magnéticos, la cual está dada por la relación entre la intensidad de campo magnético existente y la inducción magnética que parece en el interior de dicho material.

Curva de Histéresis: Ésta muestra la relación que existe entre la densidad del flujo magnético inducido y la fuerza de magnetización. Esta curva se genera midiendo el flujo magnético de un material ferromagnético mientras la fuerza magnetizadora se va cambiando [1].

Permeabilidad relativa: La permeabilidad relativa es la medida de la capacidad que tiene un cierto material, de ser atravesado por un flujo sin perder sus características. Se calcula como la razón entre la permeabilidad del material bajo estudio y la del material referencial. Por lo tanto, es una cantidad que carece de dimensiones.

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}$$

Autoinducción: Como la palabra lo indica, significa inducirse a sí misma una fuerza electromotriz (**FEM**) o voltaje inducido (energía proveniente de cualquier fuente o medio que suministre corriente eléctrica). La autoinducción es un fenómeno

electromagnético que se presenta en determinados sistemas físicos, como por ejemplo circuitos eléctricos.

Impedancia de la bobina: También conocida como **reactancia inductiva**, es la oposición que presenta la bobina al paso de corriente.

Intensidad de campo: Se denomina intensidad de campo de una bobina a la causa que origina el campo magnético, la unidad de medida es el amperio/metro (A/m). La intensidad de campo aumenta a medida que se incrementa el número de espiras en la bobina y disminuye conforme aumenta la longitud. [35]

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

- [1] TecnoEdu. Inducción Electromagnética - Levitación magnética - Módulo XXXI. 9 de octubre de 2019, de tecnoedu.com Sitio web: <https://tecnoedu.com/F1000/ModuloXXXI.php>.
- [2] Santiago Burbano. (1993). Física General. Madrid, España: Editorial Tébar, S.L.
- [3] Gelaysi Moreno Vega. (2018). Emisión magnética de Barkhausen en la caracterización del acero AISI 1045 deformado plásticamente. 22 de octubre de 2019, de scielo.sld.cu Sitio web: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1993-80122018000200008.
- [2] Santiago Burbano. (1993). Física General. Madrid, España: Editorial Tébar, S.L.
- [4] José Guillermo Tena Sánchez. (2009). Circuitos electrotécnicos básicos. España: Paraninfo S.A.
- [5] E.E. Staff del M.I.T.(2003). Circuitos magnéticos y transformadores. Barcelona: Editorial Reveté S.A.
- [6] AEND (Asociación española de Ensayos No Destructivos). (2012). Corrientes Inducidas. Nivel II. España: FC Editorial.
- [7] Richard J. Fowler. (1992) Electricidad principios y aplicaciones. New York: Editorial Reveté, S.A.
- [8] John Wormald. (1979). Métodos de difracción. España: Editorial Reveté S.A.
- [9] Alfonso José Vázquez Vaamonde, J. J. de Damborenea, Juan J. Damborenea González. (2000). Ciencia e ingeniería de la superficie de los materiales metálicos. Madrid, España: CSIC Editorial.
- [10] R.F. Speyer "Thermal Analysis of Materials". Ed. Marcel Dekker, Inc. 1994.
- [11] O. Cugat, R. Byrne, J. McCaulay, J.M.D. Coey, Rey. Sci. Instrum. 65, N° 11(1994) 3570.
- [12] Villaruso Gato, J. (Cuestiones: La carga elemental). Archivado desde el original el 28 de febrero de 2008. Consultado el 13 de febrero de 2008.

- [13] Paul Allen Tipler, Gene Mosca. (2003). Física para la ciencia y la tecnología. II. New York: Editorial Reverte.
- [14] Juan Carlos Martín. (2018). Magnetismo y electromagnetismo (Máquinas eléctricas). México: Editorial Editex.
- [15] Luís Flores. (20 de marzo de 2015). Energía almacenada en Campos magnéticos. 10 de diciembre de 2019, de prezi.com Sitio web: <https://prezi.com/8av9nusr0mej/energia-almacenada-en-campos-magneticos/>
- [6] AEND (Asociación española de Ensayos No Destructivos). (2012). Corrientes Inducidas. Nivel II. España: FC Editorial
- [16] Raymond A. Serway. (2003). Física Tomo II. --: Editorial McGraw-Hill.
- [17] Adolfo Senner. (1994). Principios de electrotecnia. España: Editorial Reveté S.A.
- [13] Paul Allen Tipler, Gene Mosca. (2003). Física para la ciencia y la tecnología. II. New York: Editorial Reverte.
- [18] Pablo Alcalde San Miguel. (2010). Electrónica general: equipos electrónicos de consumo. Madrid (España): Ediciones Paraninfo, S.A.
- [19] Burbano de ercilla, s., Burbano García, e., & Gracia Muñoz, C. (2019). Física General. Madrid, España: Editorial Tébar S.L
- [20] Dynamatic (1980, May). Eddy Current Dynamometers. Eaton.
- [21] Héctor Mora Chamorro. (2008). Manual de radioscopia. España: Editorial Club Universitario.
- [22] Oland E. Thomas, Albert J. Rosa. (2002). Circuitos y Señales: Introducción a Los Circuitos Lineales y de Acoplamiento. New York: Editorial Reveté.
- [23] Martín Castillo, J. (2017). Circuitos integrados (Electrónica). Editorial Editex.
- [24] A. P. French. (2006). Vibraciones y ondas. Barcelona, España: Editorial Reveté S.A.

- [25] Jorge. Morales Hernández. (2012). Desarrollo de Aleaciones de Titanio por medio de Aleado Mecánico. : Editorial EAE.
- [26] Valery Kustarev. (2019). Coil32 (Versión 16) [Aplicación Móvil]. Descargado de: <https://play.google.com/store/apps/details?id=com.radioacoustick.coil32>.
- [27] Francis W. Sears. (1950). Física Universitaria Vol. 1 . Estados Unidos de America: Pearson Editorial.
- [28] Salvador Martínez García, Juan Andrés Gualda Gi. (2006). Electrónica de potencia: componentes, topologías y equipos. Madrid, España: Editorial Paraninfo.
- [29] Jesús Eduardo Baeza Álvarez. (2019). “Evolución estructural del sistema CoCrMo procesado por aleado mecánico”, (Tesis de pregrado). Universidad de Guanajuato, Guanajuato, Gto.
- [30] Universidad de Guanajuato (2019). Aleaciones ligeras base Fe-40Al: reciclaje de aluminio. (Elaborado por: Leonel Aguilar Chavez).
- [31] J.Y.Huang, Y. K. Wu and Q.Ye. (1995). Allotropic transformation of cobalt induced by ball milling. Pergamon.
- [32] J. A. Betancourt – Cantera, f. Sánchez-De Jesús, A.M. Bolarín-Miro, G. Torres-Villaseñor. (2019). Magnetic properties and cristal structure of elemental cobalt powder modified by high-energy ball milling. EISERVIER.
- [33] Nurhaslina Johari *, Rosliza Sauti, Noorsyakirah Abdullah, Nurazilah Mohd Zainon, Bakar Meh, Mohd Nizam Abd Jalil, Mohd Bakri Mohd Hijazi, Ahmad Zahid Omar, Mohd Afian Omar, Mohd Yusof Baharuddin, Ahmad Hafiz Zulkifly. (January 2016). Physical and Mechanical Properties of Injection Molded Co-Cr-Mo Alloy Powder for Orthopedic Applications. Advanced Materials Research, Volume 1133, 80-84
- [34] X. Amils, J. Nogués, S. Surriach, M.D. Baró and J.S. Muñoz . (4 July 1998). Magnetic Properties of Ball Milled Fe-40Al at.% Alloys. Transactions on magnetics , Vol.34, 3.

[35] A. A. Logachev, V. P. Zajarov. (1977). Exploración magnética. España: Editorial Reveté S.A.