

**DISEÑO E IMPLEMENTACION DE UN HORNO CON CONTROL DE
TEMPERATURA PARA SINTERIZACION DE MATERIALES CERAMICOS**

**MIGUEL EDUARDO ORDOÑEZ MOSQUERA
MIGUEL ENRIQUE PARRA MUÑOZ**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
INGENIERÍA FÍSICA
POPAYAN
2009**

**DISEÑO E IMPLEMENTACION DE UN HORNO CON CONTROL DE
TEMPERATURA PARA SINTERIZACION DE MATERIALES CERAMICOS**

**MIGUEL EDUARDO ORDOÑEZ MOSQUERA
MIGUEL ENRIQUE PARRA MUÑOZ**

**Trabajo de grado para optar al título de
Ingeniero Físico**

**Director:
Ing. Diego Bravo.**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
INGENIERÍA FÍSICA
POPAYAN
2009**

NOTA DE ACEPTACIÓN

Director:-----

Ing. Diego Alberto Bravo.

Jurado -----

Ing: Cesar Augusto Quinayas

Jurado -----

Ing: German Bacca

Fecha de sustentación: 9 de Julio del 2009

**A Dios por guiarnos y mantenernos con fe durante todo este tiempo.
A nuestro padres por ser la fuerza que nos alimentó nuestro espíritu y por
hacer posible haber culminado esta etapa con su gran apoyo.
A nuestros hermanos por ser un gran apoyo y orgullo para nosotros.
A nuestros amigos por haber estado siempre en momentos difíciles
A todas las personas que hicieron posible la realización del proyecto.**

Miguel E. Parra, Miguel E. Ordoñez.

CONTENIDO

Planteamiento del problema	14
Justificación.	15
Objetivos	16
Marco teórico	17
HORNOS INDUSTRIALES DE RESISTENCIA	17
1. Definición de los hornos industriales de resistencias.	17
1.2. Clasificación de los tipos de hornos cerámicos.	17
1.2.1. Hornos de mufla.	18
1.3. Requerimientos generales en la construcción de un horno Eléctrico de resistencias.....	19
1.3.1. Material refractario..	19
1.4. Fibras cerámicas de alta temperatura..	20
1.4.1. Resistencia Eléctricas	21
1.4.2. Resistencias metálicas.....	22
1.4.3. Resistencias no metálicas.....	22
1.4.4. Sensores de temperatura (Termocupla).....	23
1.4.4.1. Clases de termocuplas	24
1.4.4.2. Descripción de la termocupla tipo K.	25
SISTEMAS DE CONTROL Y DISCRETIACION DEL CONTROLADOR.	
2. controlador..	27
2.1. Tipos de sistemas de control.....	27
2.2. Sistema de control en lazo abierto..	27
2.3. Sistemas de control en lazo cerrado..	28
2.4. Realimentación.....	29
2.5. Función de transferencia (Sistemas con una entrada y una salida).....	29
2.6. Clasificaciones de los sistemas de control.	30

2.7. Controlador PID.....	30
2.7.1 Control Proporcional.....	31
2.7.2. Control integral (PI).	32
2.7.3 Control Derivativo (PID).	32
2.8 Modelos de primer orden con retardo (Vía Padé).	36
2.9 Discretización del controlador PID.	38

CARACTERIZACIÓN DEL CEMENTO CONCRAX 1500

3.1. Metodología	41
3.2. Resultados.	42
3.2.1 Primeras muestras.	42
3.2.2. Segundas muestras.	43
3.2.3. Terceras muestras: Proceso realizado a los 7 días.....	45
3.2.4. Tratamiento térmico a los 14 días (Proceso repetido).....	45
3.2.5. Tratamiento térmico a los 21 días.	46
3.3. Proceso final de caracterización.....	47
3.4. Muestras después del tratamiento térmico.....	47
3.5. Ganancia de humedad.....	49
3.6. Análisis de resultados..	50

CARACTERIZACIÓN DE LA TERMOCUPLA Y EL HORNO.

4.1. Metodología	54
4.2. Resultados...	55
4.2.1. Caracterización de la termocupla..	55
4.2.2. Respuesta de la termocupla.....	56
4.3. Caracterización del horno..	58

DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA DE CONTROL.

5.1 Metodología.	60
-----------------------	----

5.2. Resultados..	60
5.3. Componentes de controlador	63
5.3.1. Compensador de junta fría. AD595.....	64
5.3.2. Microcontrolador PIC18F452.....	65
5.3.3. Reloj temporizador DS1307.	66
5.4. Etapa de potencia del controlador PID.....	68
5.4.1. Optoacoplador MOC 3022.....	68
5.4.2. Triac BTA 40 600B.....	69
5.5. Diseño del sistema de control utilizado.	70
5.6. Análisis de resultados..	71

VERIFICACIÓN DEL FUNCIONAMIENTO DEL HORNO MEDIANTE LA SINTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS

Introducción.....	76
6.1 Metodología.	76
6.2 Titanio.	78
6.3 Dióxido de titanio (TiO_2).	80
6.4 Titanato de bario ($BaTiO_3$).....	82
6.5 Método de precursor polimérico Pechini.	83
6.6 Conformación de la resina TiO_2 ..	85
6.7 Conformación de la resina $BaTiO_3$	86
6.8 Análisis de resultados	86
CONCLUSIONES.	96
BIBLIOGRAFIA.	96

INDICE DE GRAFICAS “ESQUEMAS.”

Figura 1. Resistencias en forma de alambre en espiral	22
Figura 2. Esquema de la termocupla	23
Figura 3: Comportamiento de la termocupla frente a la temperatura.	24
Figura 4. Termocupla utilizada en el diseño del horno	25
Figura 5. Sistema de control en lazo abierto.	28
Figura 6. Sistema de control en lazo cerrado	28
Figura 7. Esquema de realimentación para el control PID.	29
Figura 8 .Diagrama de magnitud y fase de un derivador puro	34
Figura 9. Diagrama de magnitud y fase de un derivador con limitación de frecuencia.	35
Figura 10: Esquema de un control PID discreto	40
Figura 11: 2 ml. Sin triturar	42
Figura 12: 2 ml. Triturado.	42
Figura 13. 1.6 ml. Segundas muestras.	43
Figura 14. Muestras antes del tratamiento térmico.	44
Figura 15. Muestras después del tratamiento térmico.	45
Figura 16 .Pérdida de masa para 2ml del tercer tratamiento térmico.	45
Figura 17: Después del tratamiento térmico.	46
Figura 18: 2 ml segundo tratamiento térmico a los 14 días.	46
Figura 19: 3ml segundo tratamiento térmico a los 14 días.	46
Figura 20: 2 ml. Tercer tratamiento térmico a los 21 días.	46
Figura 21: 3 ml. Tercer tratamiento térmico a los 21 días..	46
Figura 22: 2ml. Muestra final.	47
Figura 23: Micrografía de 2ml. Muestra final.	47
Figura 24: 2.1 ml. Muestra final.	48
Figura 25: Micrografía de 2.1ml. Muestra final..	48
Figura 26: 1.9 ml. Muestra final.	48
Figura 27: Micrografía de 1.9 ml. Muestra final..	48
Figura 28: 1.8 ml. Muestra final.	48
Figura 29: Micrografía de 1.8ml. Muestra final	48
Figura 30: 2 ml. Relación de humedad con respecto al tratamiento térmico..	49

Figura 31: 1.9 ml. Relación de humedad con respecto al tratamiento térmico....	49
Figura 32: 2.1 ml. Relación de humedad con respecto al tratamiento térmico	50
Figura 33: 1.8 ml. Relación de humedad con respecto al tratamiento térmico	50
Figura 34: Esquemas de las placas.	53
Figura 35: Montaje de la termocupla al AD595	54
Figura 36: Rampas de caracterización	55
Figura 37: Recta de caracterización.....	56
Figura 38: Rampa utilizada para encontrar el tiempo de respuesta	57
Figura 39: Respuesta a la entrada escalón uno.....	57
Figura 40: Respuesta a la entrada escalón dos	57
Figura 41: Caracterización del horno.	58
Figura 42 a: Señal programada	62
Figura 42 b: Seguimiento de la señal.....	62
Figura 42 c: Simulación del controlador PID	62
Figura 43: Diseño del control PID.....	62
Figura 44: Parte interna del control PID.	63
Figura 45: Esquema y encapsulado del AD595.	64
Figura 46: Conexión del AD595..	65
Figura 47: Esquema del PIC18F452.	65
Figura 48: Reloj de tiempo real DS1302.....	67
Figura 49: Conexión entre el reloj de tiempo real DS1302 y el Micro controlador.....	68
Figura 50: Esquemático y encapsulado del optoacoplador MOC3022.....	68
Figura 51: Esquemático y encapsulado del Triac BTA 40 600B.....	69
Figura 52: Esquemático del montaje del controlador.	70
Figura 53: Esquema del actuador.	70
Figura 54: Circuito de cruce por cero..	71
Figura 55: Forma de onda implementada en la etapa de potencia.	72
Figura 56: Control de potencia simulado.....	74
Figura 57: Control de potencia real.	74
Figura 58: Espectro de forma natural del oxido de titanio... ..	77
Figura 59: FTIR de muestras solidas obtenidas a diferentes valores de pH (a), y tratadas a diferentes temperaturas (b), del sistema BTO 0,06M	

de precursor y 0,5 N de HNO ₃	78
Figura 60: Estructura cristalina del titanio.....	79
Figura 61: Estructura cristalina de varios óxidos de titanio	81
Figura 62: Quelación mediante ácido cítrico... ..	84
Figura 63: Polimerización del citrato metálico.... ..	84
Figura 64: Espectro IR correspondiente a la resina del sistema Ti a pH 9.5 en diferentes instantes de la etapa de calentamiento, temperatura de poliesterificación (80°C).....	87
Figura 65: Espectro IR a) preparación TiO ₂ , b) TiO ₂ tratado a 450°C, c) composición del Ag-TiO ₂	88
Figura 66: Espectro IR correspondiente a la resina tratada a 450°C para La obtención de la fase anatasa	88
Figura 67: Tratamiento térmico para la obtención de la fase anatasa a partir del . TiO ₂	89
Figura 68: Tratamiento térmico realizado a la resina de BaTiO ₂	90
Figura 69: Espectro IR obtenido para BaTiO ₂	91

INDICE DE TABLAS.

Tabla 1: Tipos de termocupla	24
Tabla 2: Muestras con el proceso repetido para las muestras Trituradas y sin triturar.....	42
Tabla 3: Variación de masa en las muestras N° 2.....	43
Tabla 4: Variación de masa en las muestras de 2ml y 3ml de agua	45
Tabla 5. Muestras con el proceso repetido.....	45
Tabla 6. Muestras finales de caracterización	47
Tabla 7. Segundo tratamiento térmico.....	49
Tabla 8. Tercer tratamiento térmico	49
Tabla 9. Algunas propiedades físicas del oxido de titanio.....	82

RESUMEN

Los hornos son de gran importancia para la industria ya que estos son la fuente que permite realizar procesos térmicos a un determinado producto o material. Estos procesos son de gran interés para personas en las áreas de ingeniería, metalurgia y todos los profesionales relacionados con el tema de tratamientos térmicos, como también el diseño, construcción y funcionamiento de un horno.

Para este proyecto se inicia especificando el problema que se tratará, el cual consta del diseño e implantación de un horno para realizar procesos de sinterización en el laboratorio del grupo. (Ciencia y tecnología de materiales cerámicos) CYTEMAC de la Universidad del Cauca, posteriormente se plantea la justificación y los objetivos que se pretenden alcanzar en la realización del proyecto. Por otra parte se realiza un marco teórico que permite definir el concepto de horno y las clase que existen en el mercado, también se encontraran los componentes de un horno como son los refractarios, las resistencias y sus diferentes clases respectivamente; una parte que se debe resaltar es el diseño e implementación de un horno es la sintonización de un controlador de temperatura, donde se explica con más detalle el concepto de control y la técnica PID.

En la metodología se muestra los pasos a seguir para la elaboración del horno, como lo fue la construcción de las placas refractarias, la caracterización del horno y termocupla, diseño y sintonización del controlador PID.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA:

El laboratorio de investigación CYTEMAC de la Universidad del Cauca adelanta en la actualidad estudios en el área de sinterización y caracterización de materiales cerámicos, para los cuales se hace necesaria la utilización de ciertos instrumentos y equipos, entre los cuales tenemos hornos con un control estable de temperatura que faciliten la realización de tratamientos térmicos, que alcancen temperaturas de 1500 °C, que permitan control en atmósferas de gas. Estos equipos son difíciles de adquirir debido a que su costo es muy elevado; pero más aun, no existen profesionales en Colombia formados en el tema específico de la construcción de hornos, lo que genera un problema para la investigación que requiere de estos equipos.

El proceso de sinterización, y en general el de los tratamientos térmicos de los materiales tienen requerimientos especiales con relación al tratamiento en si, aspecto que es de vital importancia para el desarrollo óptimo de investigación. Basados en esta necesidad se desarrolló el presente proyecto en la construcción de un horno el cual contó con aspectos como es el diseño de las paredes refractarias, las cuales fueron elaboradas con cemento y ladrillo refractario, la fuente calefactora elaboradas con resistencia tipo Kanthal y súper Kanthal, el aislante térmico y el recubrimiento metálico que se colocó sobre las paredes.

Por otra parte se trabajó en la optimización del controlador de temperatura, siendo este el sistema más importante del horno que se estudió, además se comprobó la versatilidad y eficiencia del horno realizando el estudio del óxido de titanio para obtener la fase anatasa y del titanato de bario para obtener sus picos característicos por medio de microscopía infrarroja y compararlos con los reportados en la teoría.

JUSTIFICACION

La actividad investigativa de la Universidad del Cauca por parte de la Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación en el momento actual tiene un gran impulso, el cual ha sido ocasionado por la dinámica de los grupos de investigación que a ella pertenecen, el desarrollo de proyectos que estos grupos realizan necesitan de espectrofotómetros, infrarrojo, ultravioleta – visible, Microscopia electrónica y otras técnicas conocidas. En particular, el grupo de investigación CYTEMAC requiere para el desarrollo de sus proyectos de equipos para la caracterización de materiales y de otros para el procesamiento cerámicos, sinterización que contempla normalmente tratamientos térmicos para los que hay que garantizar un buen sistema de control y monitoreo versátil.

Un aspecto importante a tener en cuenta es el alto costo económico de los hornos para la sinterización de materiales cerámicos. Esto es ocasionado principalmente porque en Colombia no se fabrican con la calidad y especificaciones requeridas. Todo esto se genera porque no existen profesionales con los conocimientos necesarios para diseñar, construir y desarrollar hornos con características especiales. El desarrollo de este proyecto brindara la posibilidad de que estudiantes de Ingeniería Física adquieran conocimientos sobre este tema y la capacidad de realizar el mantenimiento de los hornos cuando ellos lo requieran. Adicionalmente a lo expuesto se pretende dejar un legado importante sobre el tema de hornos para altas temperaturas, pensando que en un futuro se puedan fabricar.

El horno a construir contó con rango de temperatura variables hasta 1200°C. Para alcanzar estos objetivos se aplicarán los conocimientos adquiridos durante la formación de estudiantes en el diseño de sistema de control de temperatura.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL:

Diseñar, construir y poner en funcionamiento un horno provisto de un sistema de control de temperatura versátil y confiable. La funcionalidad del horno se pondrá a prueba estudiando la sinterabilidad del óxido de titanio y el titanato de bario, para determinar las condiciones más adecuadas de temperatura y tiempo de sinterización.

OBJETIVOS ESPECIFICOS:

- Diseñar, construir y poner a punto un horno para altas temperaturas que cuente con un sistema de control de temperatura, fácil de usar y confiable dentro de los requerimientos impuestos para el proceso de sinterización de los materiales.
- Hacer una identificación no paramétrica del horno ante una entrada escalón
- Implementar una estrategia de control adecuada para el sistema de control de temperatura en el horno.
- Comprobar la eficiencia del horno utilizándolo para estudiar la sinterabilidad del óxido de titanio y el titanato de bario.

MARCO TEORICO.

Capítulo I:

HORNOS INDUSTRIALES DE RESISTENCIA

1. Definición de hornos industriales de resistencia

Entendemos por hornos industriales los equipos o dispositivos utilizados en la industria, en los que se calienta las piezas o elementos colocados en su interior por encima de la temperatura ambiente.

El objetivo de este calentamiento puede ser muy variado, por ejemplo:

- Fundir
- Ablandar para una operación de conformado posterior.
- Tratar térmicamente para impartir determinadas propiedades.
- Recubrir las piezas con otros elementos, operación que se facilita frecuentemente operando a temperaturas superior a la del ambiente.

1.2. Clasificación de los tipos de hornos cerámicos

Los hornos cerámicos pueden clasificarse en diferentes grupos, los cuales dependen de su forma, funcionamiento y además de su trabajo, el cual se mide de acuerdo a la eficiencia que mismo muestre. Esta eficiencia está directamente relacionada con el sistema de aislamiento térmico con el que se cuente, con ello se distinguen los hornos de ensayo y laboratorio; además se debe tener en cuenta el tipo de alimentación que tendrán los hornos y ésta normalmente es proporcionada por carbón, gas ó electricidad.

Entre los hornos más conocidos se encuentran los siguientes:

- Los hornos de caldeo directo o llama directa.
- Los hornos de caldeo indirecto o llama indirecta.
- Hornos periódicos y continuos.
- Hornos de laboratorio.
- Hornos Kasseler.
- Horno de túnel.
- Hornos eléctricos.
- Horno anular.
- Horno de mufla.
- Hornos de Gas.

A continuación se hace mención del horno de mufla que fue el diseñado en este proyecto:

1.2.1 Hornos de mufla

Una mufla, en realidad es una cámara cerrada construida con materias refractario. Su construcción es relativamente sencilla empleándose todo tipo de combustibles. Consta de una puerta de acceso al interior de la cámara de cocción, en la que existe un pequeño orificio de observación. En el techo se ubica un agujero por donde salen los gases de la cámara. Las paredes de la misma están hechas de placas de chamota, planchas de carborundo y/o manta de material aislante. Cuando se carga la mufla los objetos se estiban por medio de planchas de chamota o de acero especial para hornos cerámicos y tubos de arcilla de chamota cocidos.

Estos hornos pueden usarse para la cocción de arcilla, mayólica, para el cocido de pinturas encima del barniz en la porcelana, para artículos de fayenza y de gres. [1]

El objetivo principal de los hornos de mufla es proteger de forma directa de las llamas los productos que en ellos se calientan ó evitar que los gases del hogar se mezclen con los que desprende el material calentado. [2]

1.3. Requerimientos generales en la construcción de un horno eléctrico de resistencia

Para la construcción de un horno los elementos que se deben tener en cuenta son:

1.3.1. Material refractario

El recinto del horno eléctrico está formado básicamente por la calderería exterior y el aislamiento térmico en cuyo interior se disponen las resistencias y la carga.

El campo de los aislamientos térmicos en hornos industriales es extraordinariamente amplio y complejo. Aparentemente, su único objetivo es aislar el interior de los hornos, estufas, conductos, etc., con un doble propósito: *Reducir las pérdidas de calor, y conseguir unas condiciones ambientales en el exterior suficientemente aceptables.*

Pero, realmente, las condiciones en el interior pueden ser tales que la capa interna del aislamiento térmico deba ser capaz de:

- Soportar el ambiente del horno (humos, aire en circulación, gases reductores, etc.),
- Conseguir sin reacción química, en términos generales, metales o no metales, fundidos, a alta temperatura, etc.

Por ello, el aislamiento térmico, además de sus características de aislamiento, puede requerir resistencia al ataque químico, resistencia a la abrasión, etc., lo que,

evidentemente, condiciona la elección del aislamiento no solamente por su temperatura máxima de trabajo.

La clasificación indicada a continuación, está en función de la temperatura máxima de utilización, pero solo describimos la fibra cerámica ya que esta fue la utilizada en el desarrollo del proyecto:

1. Productos refractarios densos.
2. Productos refractarios aislantes.
3. Productos aislantes no refractarios (hasta 800-1.000 °C).
4. Productos calorífugos (hasta 100-150 °C).
5. Fibras cerámicas.

1.4 Fibras cerámicas de alta temperatura

Mientras que las lanas minerales partiendo de rocas silíceas no pasan de una temperatura máxima de 700 °C y no resisten además la acción directa de las llamas, las fibras cerámicas se han desarrollado en los últimos años y se han utilizado ampliamente en aislamientos de cara caliente y temperaturas máximas hasta de 1.500°C.

Para su fabricación se funden materiales aluminosos de diversos contenidos de alúmina y zircona, y en el vertido se produce la fibrilización por soplado con aire comprimido o vapor o por centrifugado, dando lugar este segundo procedimiento a la formación de fibras más largas y a menor cantidad de polvo.

Normalmente se fabrica en cuatro calidades bajo diferentes contenidos de A12O3 (últimamente también se fabrican a partir de ZrO2):

- De 40 por 100 A12O3 para temperatura máxima de empleo de 1.000°C,
- De 48 por 100 A12O3 hasta 1.250 °C,
- De 56 por 100 A12O3 hasta 1.400 °C y

- De 85 por 100 Al₂O₃ hasta 1.600 °C.

Sus propiedades principales son:

- Rendimiento térmico elevado, por su baja conductividad térmica y su reducida capacidad de acumulación de calor.
- Facilidad de instalación y de reparación, mucho mayor que las construcciones a base de ladrillos o masas refractarias.
- Resistencia muy elevada al choque térmico, por su propia naturaleza fibrosa que permite calentamientos y enfriamientos sin limitación de velocidad.
- Puesta en funcionamiento inmediata, al instalarse totalmente en seco.

1.4.1. Resistencia eléctrica

El calentamiento de piezas por resistencias eléctricas puede ser directo, cuando la corriente eléctrica pasa por las piezas, o indirecto, cuando las piezas se calientan por radiación, convección o una combinación de ambas, procedente de las resistencias propiamente dichas dispuestas en las proximidades de las piezas.

El calentamiento por resistencia directa es adecuado para piezas metálicas de gran longitud y sección pequeña y uniforme, tales como barras, palanquillas, varillas, alambres y pletinas.

En la industria es mucho más frecuente el calentamiento indirecto por resistencias eléctricas.

Dichas resistencias pueden ser:

- Barras, varillas, alambres o pletinas, dispuestos en las paredes de la cámara de calentamiento del horno, transmitiendo calor a las piezas por radiación.

- Paquetes de resistencias de los mismos materiales que transmiten el calor por convección al aire o gases, y de éstos, también por convección, a las piezas.
- Resistencias blindadas, dispuestas en el interior de fundas metálicas de pequeño diámetro con un material cerámico de llenado de las fundas metálicas. Se adquieren de fabricantes especializados y, normalmente, se aplican a temperaturas inferiores a las de las anteriores.

Las resistencias metálicas de alambre en espiral o pletina plegada, como se muestra en la Figura 1, se colocan frecuentemente sobre soportes cerámicos adecuados.

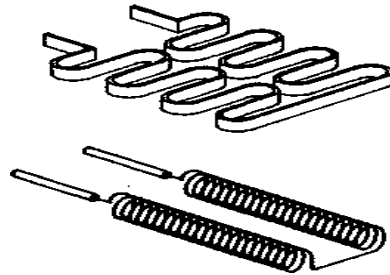


Figura 1. Resistencia en forma de alambre en espira.

1.4.2. Resistencias metálicas

Los materiales empleados para la fabricación de resistencias metálicas en hornos industriales se pueden clasificar en tres grandes grupos:

- Aleaciones de base Ni-Cr.
- Aleaciones Fe-Cr-Al, con posible adición de elementos de las tierras raras, obtenidas por fusión o por pulvimetalurgia.
- Otros materiales empleados, sobre todo, en hornos de vacío de alta temperatura, como molibdeno, tántalo y tungsteno.

1.4.3. Resistencias no metálicas

Los materiales no metálicos utilizados en la fabricación de resistencias son:

1. Resistencias de carburo de silicio
2. Resistencias de bisiliciuro de molibdeno
3. Resistencias de grafito
4. Resistencias de cromita de lantano
5. Tubos radiantes eléctricos
6. Resistencias blindadas
7. Terminales y conexiones

1.4.4 Sensores de temperatura (Termocupla):

Una termocupla se forma al unir dos metales diferentes, como lo indica la figura 2. Como resultado de esta unión aparece entre los extremos libres de los metales una diferencia de potencial que depende de la Temperatura. Este fenómeno se conoce como Efecto Seebeck, quien en 1821 estudió su comportamiento. Este efecto permite utilizar una termocupla como un sensor de temperatura.

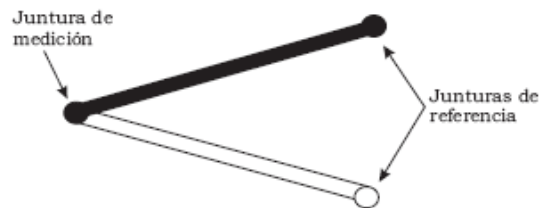


Figura 2. Esquema de una termocupla.

Los materiales de las termocupla deben estar caracterizados por:

- Temperatura de fundición alta
- Alta temperatura de funcionamiento
- Alta resistencia a la oxidación y a influencias atmosféricas
- Propiedades que sean estables en el tiempo
- Propiedades que sean repetibles en la fabricación
- Baja resistividad eléctrica

- Bajo coeficiente térmico de resistencia
- Una continua y preferiblemente lineal relación entre la fem y la temperatura [5]

1.4.4.1. Clases de termocupla:

El estándar internacional IEC584 de la International Electro-Técnica Comisión cubre las siguientes termocupla estandarizadas.

Tabla 1: Tipos de termocuplas.

Tipo.	Composición y símbolo	Rangos de temperatura
B	(PtRh 30% - PtRh 6%)	0 – 1820
R	(PtRh 13% - Pt)	0 -1480
S	(PtRh 10% - Pt)	0-1480
J	(Fe- CuNi)	-200-760
K	(NiCr- Ni)	-200-1100
T	(Cu - CuNi)	-200 – 371
E	(NiCr - CuNi)	-200 – 900

Las fem más usadas son las siguientes:

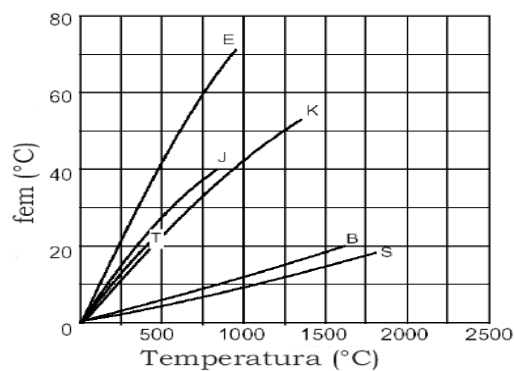


Figura 3: Comportamiento de la termocupla frente a la temperatura.

A continuación se describe la termocupla tipo K. que fue la utilizada en el desarrollo del proyecto.

1.4.4.2. Descripción de la Termocupla Tipo K.

Niquel – Cromo/Niquel – Aluminio, (90%Ni – 10%Cr / 95%Ni – Al, Si, Mn), también conocida como Cromel /Alumel, Código K. La termocupla tipo K, tiene un rango de operación de temperaturas de -200°C a 1100°C que se puede extender a 1300°C, lo que hace que sea una de las usadas. Como se puede ver de la figura 4, su fem está cerca de la linealidad para un amplio rango de valores de temperatura. Esta termocupla es resistente a atmósferas oxidantes pero es afectada por la reducción y al azufre que este contenido en gases a altas temperaturas. La termocupla utilizada fue la siguiente:

Cuyas características son las siguientes:

- Cable flexible revestido
- Rangos de medición: -200 a +1150°C
- Revestido en acero inoxidable 1.4571 o Inconel
- Termocuplas de NiCr-Ni o Fe-CuNi
- Diámetro de revestimiento desde 0.5 mm
- Tiempo de respuesta rápida
- Precisión clase 2 (categoría opcional 1)
- Conexión: cable, conector o cabezal de conexión MA



Figura 4. Termocupla utilizada en el diseño del horno.

Las termocupla revestidas comprenden un cable flexible de pared delgada, revestida, hecha de acero inoxidable o inconel. El cable contiene hilos revestidos en óxido de magnesio prensado a prueba de fuego. La buena transferencia de calor entre el revestimiento y la termocupla permite una respuesta confiable en la medición.

El tubo de sonda flexible permite mediciones de temperatura en lugares de difícil acceso. El radio mínimo de doblado es 5 veces el diámetro exterior. La mínima longitud de montaje es >50mm para un diámetro de revestimiento de 0.5 a 2.0mm y >100m para un diámetro de revestimiento de 3 a 6 mm .

Capítulo II.

2. CARACTERIZACION DEL CEMENTO CONCRAX 1500

2.1 Metodología:

Para la caracterización del cemento se realizaron unas muestra en forma de bloque, las cuales tienen una cantidad de cemento concrax 1500 de 10g y variable cantidades de agua entre 1.5ml hasta 3 ml. Estos datos surgen de un estudio anterior realizado y fue con las cantidades que se obtuvieron mejores resultados.

Después de construir estos bloques se realizaron pesos de los mismos cada 24 horas, en el laboratorio de CYTEMAC, con la finalidad de ver la pérdida de masa y plasmar estos resultados en gráficas de pérdida de agua con respecto al tiempo en nuestro caso días, posteriormente se construyeron unas muestras las cuales fueron revisadas con la misma frecuencia de tiempo hasta los días 7, 14, 21; estas muestras presentan la misma cantidad de agua. Al día 7 los bloques correspondientes a este día fueron sumergidos en 50 ml. de agua y dejado durante 24 horas, esto con el fin de ver la porosidad del material; con relación a la ganancia de masa y luego se procedió a realizar un secado de la muestra en una estufa del mismo laboratorio para poder llevar estos bloques a microscopia, (estereoscopio), aquí se observo la porosidad del material y se tomaron una serie de micrografías las cuales serán mostradas más adelante.

Después de ver la porosidad del material se procedió a llevar las muestras a un horno a una rampa de temperatura determinada para ver posibles fisuras y poder llevar estas muestras nuevamente a microscopia, con ello se pretende ver cómo se comporta el material frente a un nuevo tratamiento térmico en relación con las porosidades, el mismo procedimiento fue realizado para las muestras a los días 14 y 21.

2.2 Resultados:

Los datos obtenidos en el proceso de caracterización del cemento concrax 1500 para cada muestra realizada en laboratorio con relación a la pérdida y ganancia de agua se muestran en unas tablas y gráficos, estas relaciones se hacen teniendo en cuenta el tiempo en nuestro caso días, así pretendemos seguir en parte la norma estandarizada para estos procedimientos correspondientes al cemento Portlan (NORMA ICONTEC 110). Los resultados obtenidos se muestran a continuación, para dichos resultados se utilizó la ayuda de un programa para graficar, conocido como ORIGIN.

2.2.1. Primeras muestras:

Tabla 2: Muestras con el proceso repetido para las muestras trituradas y sin triturar.

MUESTRA	PESO ANTES DEL HORNO	PESO DEPUES DEL HORNO
Sin triturar. 1.5ml	8.5010	7.5914
Sin triturar. 2ml	7.8893	7.3065
Sin triturar. 3ml	8.2371	7.5899
Triturado 1.7ml.	9.7197	8.6794
Triturado 2ml.	7.8099	7.4135
Triturado 3ml.	8.4035	7.838

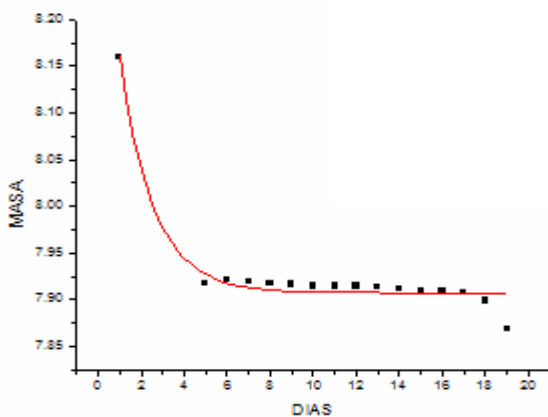


Figura 5: 2 ml sin triturar

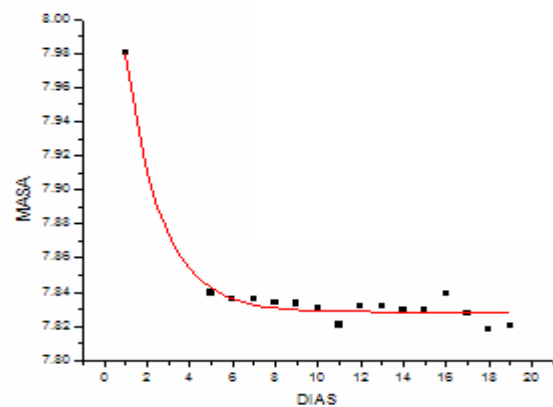


Figura6: 2 ml triturada

En la tabla 2. Se muestran unos datos cuyo etiquetamiento es triturado y sin triturar, esto se hizo por la naturaleza del cemento pues los granos con el que se trabajan son granos grandes y en un inicio se pensó en disminuir el tamaño de grano sometiendo el cemento a maceración. Los resultados de la figura 5 y 6, muestran la relación de pérdida de agua en el transcurso de los días, esto se hizo hasta los 21 días; Se observó posteriormente que las muestras trituradas no presentaron buenos resultados cuando se expusieron a un tratamiento térmico, en ellas se presentaron muchas fisuras en la parte superior, razón por la cual se optó por trabajar con granos grandes y no pequeños.

2.2.2. Segundas muestras:

Tabla 3: Variación de masa de las muestras No 2.

muestra	Peso seco	Peso húmedo	Peso ganado	Peso estufa	Peso antes de horno	Peso después de horno
1.6 ml	8.368	9.0262	0.6582	8.2615	8.2706	7.7287
2 ml	8.6644	9.2880	0.6237	8.4701	8.4792	7.8218
3 ml	10.304	11.0047	0.7007	9.7785	9.7533	8.9007

Resultado para 1.6 ml

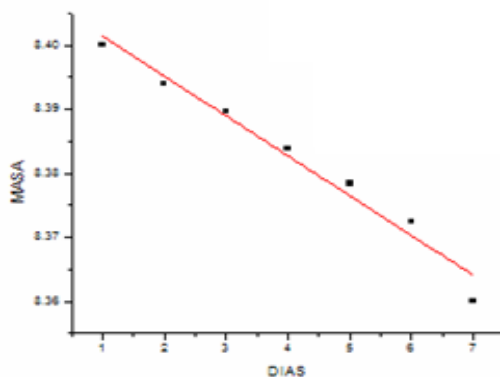


Figura 7: 1.6 ml segundas muestras

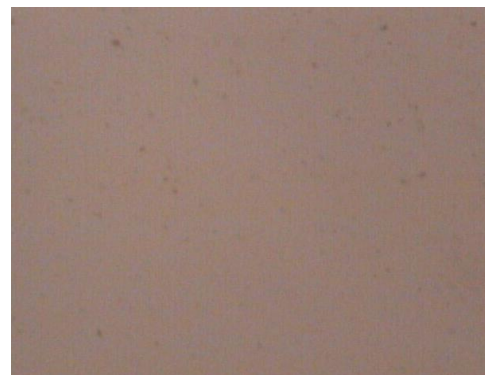


Figura 8: Muestra antes del tratamiento térmico



Figura 9 : Muestra después del tratamiento térmico

Después de el secado a los 7 días como se mencionó con anterioridad se procede a verificar porosidades presentes en la muestra en bloque, lo que en la tabla 3 se ve como peso seco y peso húmedo, este ultimo corresponde al peso que tiene el bloque a las 24 horas de ser sumergido en 50ml de agua, y la parte de peso ganado corresponde a una diferencia entre el peso húmedo y el peso seco, después se realizó un secado en una estufa a 100°C por 5 horas para garantizar que todo el liquido haya salido del bloque que el que se ve como peso estufa, en la tabla 3., también se ve un peso que esta etiquetado como (peso antes de horno) este peso fue el registrado antes de iniciar el tratamiento térmico, cabe resaltar que el clima fue un factor fundamental en este proceso pues normalmente los bloques en tiempo de lluvia y humedad tendían a hidratarse lo que nos mostraba un mayor peso al siguiente día en comparación al anterior que lo que se evidencia en este caso. En la figura 7 se ve el aspecto del bloque antes de realizar el tratamiento térmico y la figura 8 se pude ver que el bloque presenta una serie de fisuras muy notorias y si vemos la tabla el peso que corresponde a (peso después del horno) es mucho menor que el peso que corresponde a (peso seco), lo que indica que el bloque tenia agua y esta es la razón por la cual se fracturó cuando se expone a altas temperaturas. Algo muy similar sucedió con las otras muestras.

2.2.3. Terceras muestras: proceso realizado a los 7 días.

Tabla 4: Variación de masa en las muestras de 2ml y 3ml de agua.

muestra	Peso seco	Peso húmedo	Peso ganado	Peso estufa	Peso antes de horno	Peso después de horno
3ml-1	9.8493	10.3347	0.502	9.0891	9.1453	8.4049
2m-1	9.0612	9.5632	0.4854	8.7322	8.7769	8.1520

Resultado para 2 ml

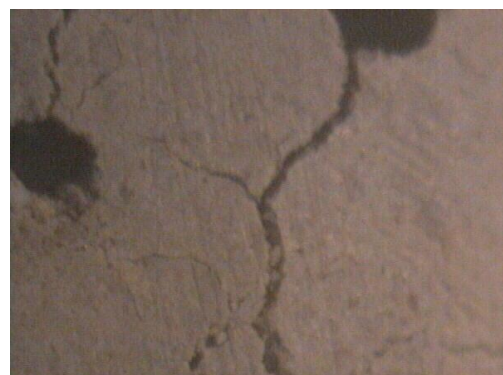
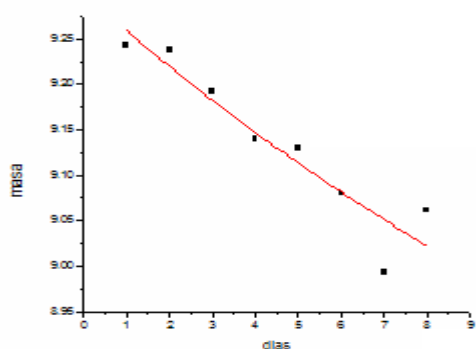


Figura 10. Pérdida de masa para 2ml
Del tercer tratamiento térmico.

Figura 11: Después del tratamiento térmico.

2.2.4. Tratamiento térmico realizado a los 14 días (Proceso repetido.)

Tabla 5. Muestras con el proceso repetido

MUESTRA	PESO SECO	PESO HUMEDO	PESO GANO	PESO SECADO EN LA ESTUFA	PESO ANTES DEL HORNO	PESO DESPUES DEL HORNO
3ml 1.	8.4631	10.1608	1.6977	9.0372	9.0372	8.3149
3ml 2.	8.6759	10.2878	1.6119	8.7879	8.7879	8.6413
3ml 3.	10.0992	11.1301	1.0309	9.3648	10.0436	9.0998
2ml 1.	8.2024	9.4594	1.257	8.6500	8.6500	8.0566
2ml 3.	9.2678	10.0192	0.7514	8.2404	9.2404	8.4114
No 2 1.6ml	7.6303	8.9013	1.271	8.0537	8.0537	7.5371
No 2 2ml	7.8387	9.1303	1.2916	8.2492	8.2492	7.7170
No 2 3ml	8.9469	10.7169	1.777	9.3648	9.3648	8.7410

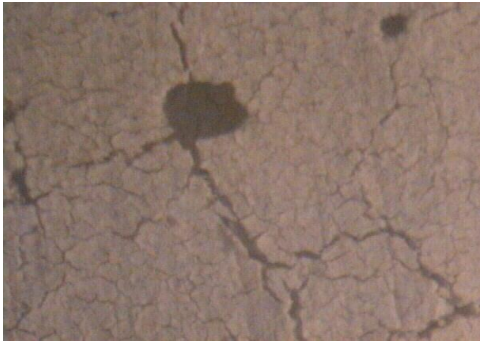


Figura 12 : 2ml. Segundo tratamiento térmico a los 14 días.

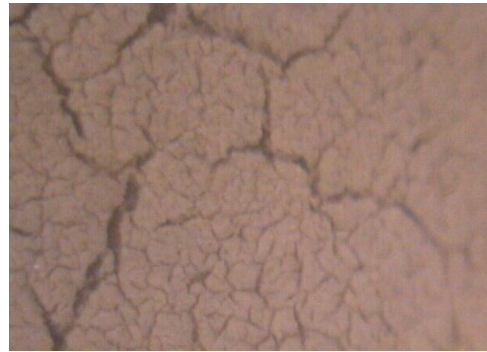


Figura 13: 3ml Segundo tratamiento térmico a los 14 días.

2.2.5. Tratamiento térmico realizado a los 21 días.



Figura 14 : 2ml tercer tratamiento térmico a los 21 días.



Figura15 : 3ml tercer tratamiento térmico a los 21 días.

Podemos ver en la tabla 5 que se presenta el mismo fenómeno que se presenta en la tabla 3, A pesar que han transcurrido 14 días, los bloques siguen presentando agua en su interior lo que se evidencia realizando una comparación de pesos y se puede ver en las figuras 12,13,14 y 15. Que todos los bloques presentan muchas fisuras después del tratamiento térmico, igual sucedió a los 21 días razón por la cual no mostramos estos resultados pues son idénticos a los resultados de los 15 días. Con ello se procedió a dar corrección a este fenómeno y a elegir la mejor cantidad de agua para realizar las pruebas nuevamente teniendo

en cuenta el tiempo de secado y mejorando el tiempo de permanencia en la estufa después de ser hidratado, controlando mas la temperatura a la que serían secados y exponiéndolos a un secado más largo a 100°C antes de realizar nuevamente algún tratamiento térmico; Según los resultado obtenido y escogiendo los mejores decidimos probar con 2ml de agua por 10g. de cemento como se verá a continuación.

2.3. Proceso final de caracterización.

Tabla 6. Muestras finales de caracterización.

MUESTRA	PESO SECO	PESO HUMEDO	PESO GANO	PESO SECADO EN LA ESTUFA	PESO ANTES DEL HORNO	PESO DESPUES DEL HORNO
1. 2ml.	8.0165	8.9455	0.9290	8.0478	8.0721	7.6620
2. 2.1 ml.	8.1897	9.1874	0.9977	8.2498	8.2666	7.8362
3. 1.8ml.	9.1886	10.2803	1.0917	9.2367	9.2573	8.7328
4. 1.9 ml	9.0353	10.1810	1.1457	9.0690	9.0890	8.6405

2.4. Muestras después del tratamiento térmico.

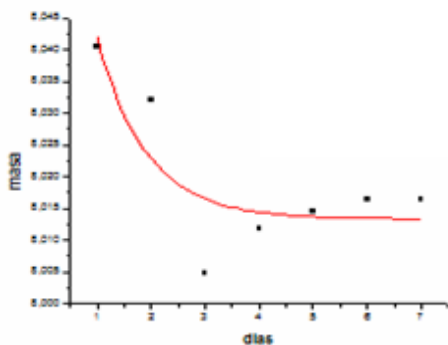


Figura 16: 2.ml muestra final



Figura 17: Micrografía de 2ml muestra final

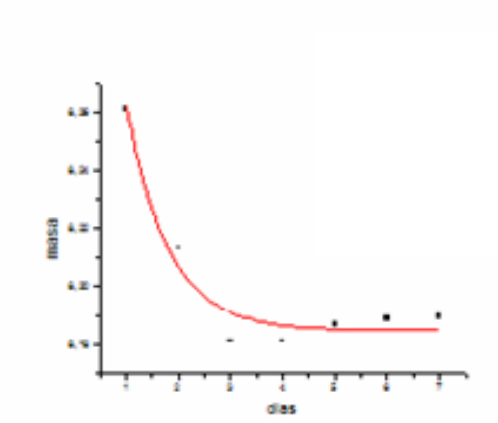


Figura 18 : 2.1 ml muestra final



Figura 19: Micrografía de 2.1 ml muestra final

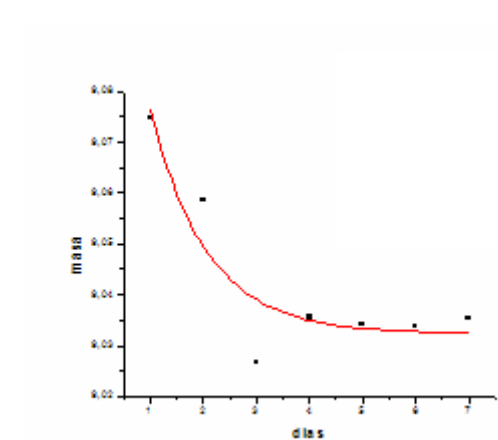


Figura 20 : 1.9 ml muestra final



Figura 21: Micrografía de 1.9 ml muestra final.

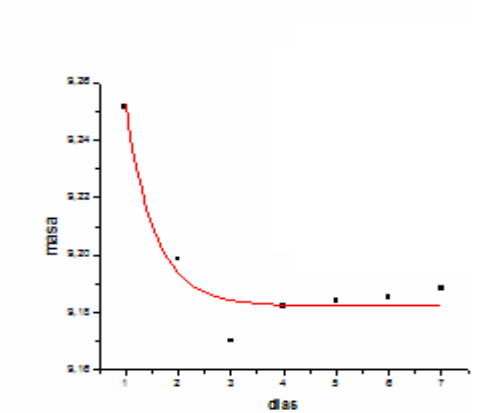


figura 22 : 1 8 ml muestra final



Figura 23: Micrografía de 1.8ml muestra final

Tabla 7: Segundo tratamiento térmico

MUESTRA	PESO SECO	PESO HUMEDO	PESO GANO	PESO SECADO EN LA ESTUFA	PESO ANTES DEL HORNO	PESO DESPUES DEL HORNO
1. 2ml.	7.6959	8.9376	1.2417	7.8804	7.9884	7.6190
2. 2.1 ml.	7.8621	9.1496	1.2875	8.0606	8.1730	7.7840
3. 1.8ml.	8.7648	10.2344	1.4696	9.0095	9.1357	8.6814
4. 1.9 ml	8.6541	10.0535	1.3994	8.8473	8.9632	8.5619
Pequeña.	20.7652					19.2149

Tabla 8. Tercer tratamiento térmico.

MUESTRA	PESO SECO	PESO HUMEDO	PESO GANO	PESO SECADO EN LA ESTUFA	PESO ANTES DEL HORNO	PESO DESPUES DEL HORNO
1. 2ml.	7.6190	8.8835	1.2645	7.8778	7.8778	7.5336
2. 2.1 ml.	7.7840	9.0728	1.2888	8.6553	8.6553	7.6870
3. 1.8ml.	8.6814	10.1704	1.4890	9.0082	9.0082	8.5798
4. 1.9 ml	8.5619	10.0504	1.4885	8.8451	8.8451	8.4644
Pequeña.	19.2149	23.02047	3.80557	20.3659	20.3659	19.0125

2.5. Ganancia de humedad

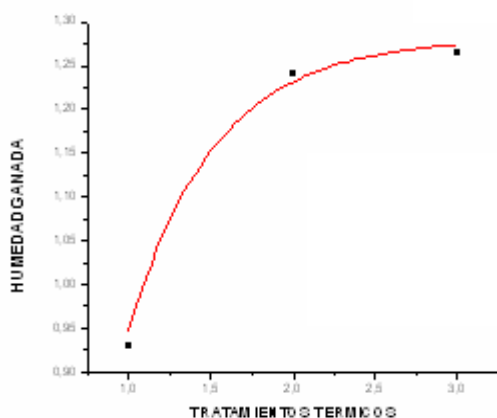


Figura 24: 2ml relación de humedad con respecto a los tratamientos térmicos

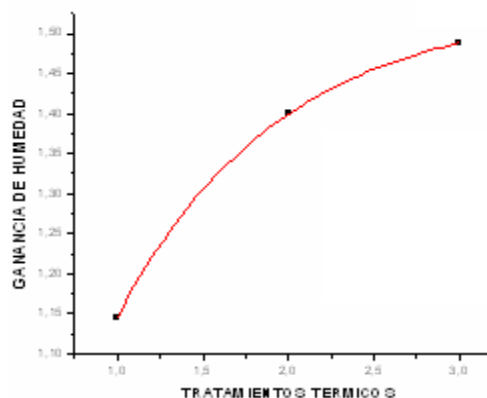


figura 25: 1.9 ml relación de humedad con respecto a los tratamientos térmicos

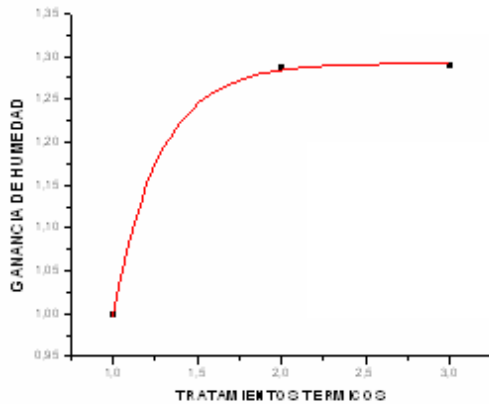


Figura 26: 2.1 ml relación de humedad con respecto a los tratamientos térmicos

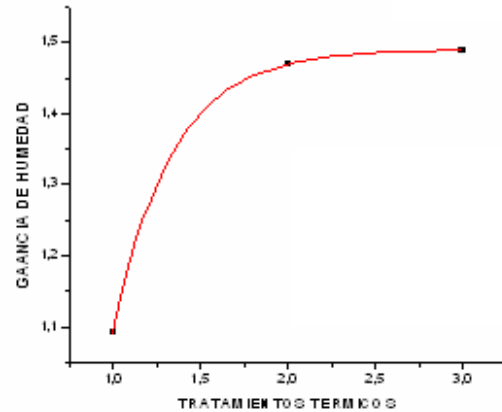


Figura 27: 1.8 ml relación de humedad con respecto a los tratamientos térmicos.

2.6. Análisis de resultados.

Cuando se observan las micrografías anteriormente presentadas se puede ver una serie de porosidades, las cuales corresponden a los puntos más negros que se ven en ellas, estas porosidades son consideradas como normales por la naturaleza del cemento ya que este presenta características refractarias.

Se hace mención de muestras trituradas y sin triturar, es de gran importancia mostrar esto porque cualquier persona que tenga contacto con este cemento puede hacer la consideración de realizar una molienda del mismo para trabajarlo, que fue lo que se hizo, pero se pudo ver en las micrográficas y por los resultados posteriores al tratamiento térmico que respondía de forma más favorable la muestra que estaban conformadas de granos y no de material en polvo, razón que nos llevo a trabajar con granos grandes y dar inicio a desechar ciertas condiciones que no eran favorables para el proyecto.

En la metodología de este capítulo se hace mención del proceso de trabajo, y siguiendo con él se puede ver en las segundas y terceras muestras se hacen muy evidentes una serie de fisuras muy notorias y si se ven las gráficas que

corresponden a estas muestras presentan una reducción de agua considerada como lineal, que no es lo esperado puesto que es sabido por la “Vicat (Norma ICONTEC-110).” que la pérdida de agua para los cementos a consideraciones controladas debe tener un comportamiento exponencial lo que cual indica que algo desfavorable estaba ocurriendo y se verificó cuando se llevaron las muestras al tratamiento térmico y se presentaron las fisuras, esto también se puede ver en las tablas 3 y 4. Cuando se comparan los pesos ahí registrados, teniendo en cuenta lo obtenido se estaba contando con problemas de humedad y con problemas de tipo climático ya que por causa del clima las muestras se estaban humedeciendo y se podía ver a simple vista que habían pasado 7 días y los bloques aun estaban húmedos, siendo ese el principal inconveniente. Es muy importante resaltar que el tratamiento térmico se realizo siguiendo rampas previamente establecidas en los distintos proyectos que se llevan a cabo en el laboratorio y se llevo hasta temperaturas de 1450 °C, ello porque las placas que se construyeran deberían soportar este mismo tratamiento muchas veces.

Se realizaron muchas pruebas más y se pudo ver que aunque se presentaban fisuras los bloques que mejor respondieron fueron los que estaban conformados con 2ml. De agua de esta forma teniendo ya más claro los factores que estaban afectado y ya definido una cantidad de agua para realizar el trabajo se decidió realizar otro proceso nombrado anteriormente como proceso final de caracterización, las cantidades de agua que se consideraron estaban alrededor de 2ml y fueron: 1.8 ml. 1.9 ml. 2ml y 2.1 ml.

Se construyeron los bloques con la cantidad de agua mencionadas anteriormente y se colocaron a secar en un medio en el cual la temperatura fuera mayor a 24 °C de forma tal que fuera un poco más estable y no tener variaciones como ya había sucedido, se pude ver en las figuras 17, 19, 21, y 23 . Que estas tienen un decaimiento exponencial como lo habían mencionado anteriormente, si se observa la tabla 5. se puede notar que de esta forma los pesos antes de realizar el

tratamiento térmico no tuvieron una variación considerable y al ver el peso del bloque después de realizar un tratamiento térmico hasta 1450°C la variación del peso después del tratamiento térmico y antes de realizar la humedad no es grande, además cuando estas muestras fueron llevadas al estereoscopio se pudo ver que prácticamente no presentaba fisuras y se pudo observar con gran facilidad los poros en el material, viendo las figuras 18, 20, 22, y 24 se puede decir que los mejores resultados se ven en la figura 25. Y se presentaron con 2.1 ml de agua por 10g de cemento concrax 1500.

Siendo un éxito este tratamiento térmico se procedió a realizar dos nuevos tratamientos cuyos resultados se ven en la tabla 5 y 6, en estos tratamientos se puede ver que la ganancia de peso es cada vez más grande y que la diferencia de peso entre el seco y después del segundo tratamiento es prácticamente cero. Lo que indica que esta bien seco el bloque. A medida que se hace otro tratamiento térmico como lo muestra la tabla 6 se ve que la ganancia de humedad aumenta y esto porque el material es más poroso además la diferencia de pesos es pequeña. También se ve en la tabla una muestra etiquetada como pequeña, esta muestra se realizó con la finalidad de ir aumentando la escala en peso y agua para ver el comportamiento y poder posteriormente realizar las placas. Afortunadamente resulto exitoso el proceso y se aprovecho realizando unas curvas de ganancia de humedad como se ven en las graficas 24,25,26 y 27, podemos ver que la mejor curva la presenta la muestra de 2ml. Este proceso es un proceso un poco extremo porque se sumergen las muestras en agua después de un tratamiento térmico cosa que no sucederá con las placas ya construidas pero es interesante saber que sucede si algo llegase a pasar.

De la misma forma y tomando como referente los resultados obtenidos se procedieron a realizar las placas refractarias y someterlas al tratamiento térmico consiguiendo así un muy buen desempeño y las no fisuras de ellas.

A continuación se muestran unas fotos del resultado final:

Fotos de las placas



Figura 28: Esquemas de las placas.

Capítulo III:

SISTEMAS DE CONTROL Y DISCRETIZACIÓN DEL CONTROLADOR.

3. CONTROLADOR

Cualquier sistema de control debe tener una estabilidad relativamente razonable; es decir, la velocidad de respuesta debe ser razonablemente rápida y la respuesta debe presentar amortiguamiento. Un sistema de control debe poder reducir a cero ó a un valor pequeño los errores. [12]

3.1. *Tipos de sistemas de control.*

Los sistemas de control realimentados se pueden clasificar en diversas formas, dependiendo del propósito de la clasificación por ejemplo de acuerdo al método de análisis y diseño, los sistemas de control se clasifican en:

- Lineales y no lineales.
- Variantes con el tiempo
- Invariantes con el tiempo
- De tiempo continuo o discreto

3.2. *Sistemas de control en lazo abierto.*

Los sistemas de control en lazo abierto se pueden dividir en dos partes, controlador y proceso controlado como se muestra en la figura 29, una señal de entrada se aplica al controlador, cuya salida actúa como una señal actuador u ; la señal actuante control el proceso controlado de tal forma que la variable controlada se desempeñe de acuerdo con los estándares preestablecidos, en los casos simples el controlador puede ser un amplificador, unión mecánica, filtro, u

otro elemento de control, en los casos más complejos el controlador puede ser una computadora como un micro controlador debido a la simplicidad y economía de los sistemas de control en lazo abierto, se les encuentran en muchas aplicaciones o no críticas.[19]

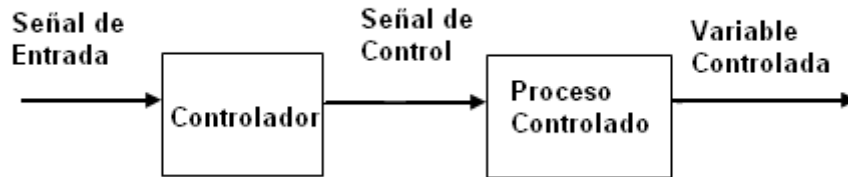


Figura 29. Sistema de control en lazo abierto.

3.3 Sistemas de control en lazo cerrado.

Lo que le hace falta a un sistema de control de lazo abierto para que sea exacto y mas adaptable es una conexión o realimentación desde la salida hacia la entrada del sistema, para obtener un controlador más exacto, como se ve en la figura 30, la señal controlada debe ser realimentada y comparada con la entrada de referencia, y se debe enviar una señal actuante proporcional a la diferencia de la entrada y la salida atreves del sistema para corregir el error.[19]

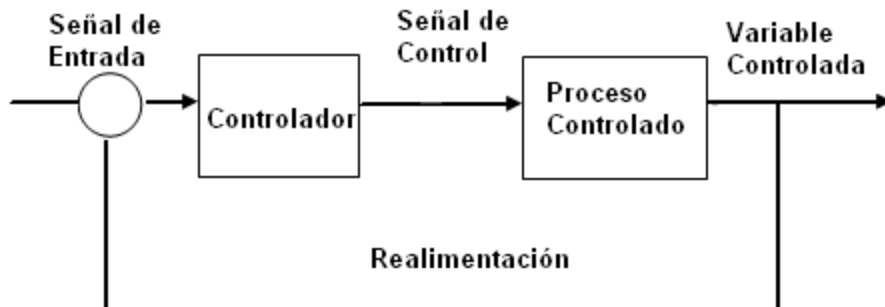


Figura 30. Bucla típica de realimentación analógica.

3.4. Realimentación.

Uno de los efectos más importantes de la realimentación es la reducción del error de sistema, pero no es la única ya que esta tiene influencia directa en efecto de características de desempeño del sistema como la estabilidad, ancho de banda, ganancia global y sensibilidad.[19]

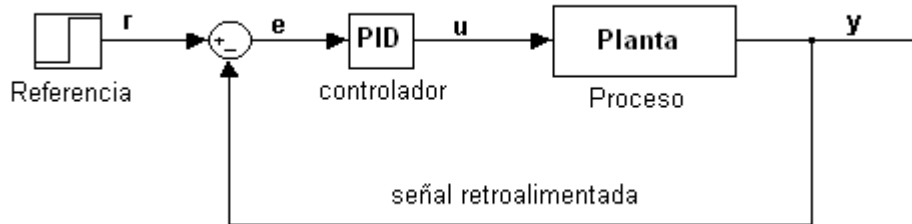


Figura 31. Esquema de realimentación para el control PID.

Donde,

$$e=r - y;$$

Siendo r la referencia, y la señal de salida.

3.5. Función de transferencia (Sistemas con una entrada y una salida)

La función de transferencia de un sistema línea invariante con el tiempo se define como la transformada de Laplace de una respuesta al impulso, con todas las condiciones iniciales iguales a cero, suponga que $G(s)$ denota la función de transferencia de un sistema con una entrada y una salida, con entrada $U(t)$ y salida $y(t)$ y respuesta del impulsos $g(t)$.Entonces la función de transferencia $G(s)$ se define como:

$$G(s) = \ell \left[\frac{y(t)}{u(t)} \right]$$

La función de transferencia $G(s)$ se relaciona con la transformada de Laplace de entrada y salida a través de la siguiente relación:

$$\frac{Y(s)}{U(s)} = G(s)$$

Con todas las condiciones iniciales puestas a cero, $Y(s)$ y $U(s)$ son las transformada de Laplace de $y(t)$ y $u(t)$ respectivamente.

Aunque la función de transferencia de un sistema lineal se define en términos de la respuesta al impulso, en la práctica la relación entrada-salida de un sistema lineal invariante con el tiempo con entrada en tiempo continuo, se describe a menudo mediante una ecuación diferencial.[19]

3.6. Clasificación de los sistemas de control

Dentro de esta clasificación citaremos algunos de los controladores industriales analógicos e inteligentes más importantes y utilizados en la industria:

- On/off
- Proporcional
- Control de adelanto y control de atraso.
- Proporcional-Integral
- Proporcional –Derivativo
- Proporcional-integral-derivativo (PID)
- Fuzzy
- RST

3.7. Controlador PID

El controlador PID es un sistema de control que utiliza tres términos para realizar lo que es el control de una planta, este control utiliza un término Proporcional, un término Integral y un término Derivativo, de ahí el nombre de controlador PID. La sumatoria de estos tres términos constituye la señal u (Figura 31) con la que se alimenta a la planta. Para obtener los tres términos que conforman el control PID se utiliza la señal de referencia r esta señal puede ser una señal variable en el

tiempo o una señal constante, esto dependiendo si queremos que nuestro sistema cambie su estado de acuerdo a otro proceso anterior o si queremos que este proceso se mantenga constante no importando los factores que afecten a este sistema.[15]

3.7.1. Control Proporcional

El control proporcional está basado en el valor del error actual, el cual está definido como $e=r-y$. El control proporcional no es más que el valor actual de la función del error multiplicado por una constante K_p que es una ganancia proporcional, el trabajo de este tipo de control es dar la mayor aproximación desde el valor actual hasta el valor del set-point, cuando la diferencia es muy grande este control es el que actúa para disminuirla lo más rápido posible, el problema que puede haber si se utiliza sólo este tipo de control es que en ocasiones este control no es suficiente para estabilizar la planta (el error no tiende a cero) y puede mostrar un sobretiro u oscilar indefinidamente, Para corregir estos errores se utiliza en combinación con los controles integral y/o Derivativo. [15]

La ecuación para el control proporcional es la siguiente:

$$u = K_p * e(t) \quad (3-9)$$

Donde:

$K_p =$ Constante Proporcional.

$e(t) =$ Función del error

o su equivalente en función de transferencia se obtiene aplicando transformada de Laplace.

$$\frac{U(s)}{E(s)} = K_p \quad (3-10)$$

3.7.2. Control Proporcional- Integral (PI)

Este tipo de control es usado en combinación con un control Proporcional ya que si se utiliza el control Integral por si solo decrementa o elimina por completo la estabilidad del sistema, el control integral es usado para eliminar error en estado estacionario es decir con el control integral se analiza el pasado, para lo cual se realiza una integración de la señal del error.

Hay que tomar en cuenta que dependiendo de nuestro tiempo de muestreo o del algoritmo de integración (periodo en el que se calcula el control PID) el control Integral puede crecer demasiado rápido y saturar a la planta antes de que esta pueda estabilizarse es por eso que deben ponerse límites superior e inferior.

El resultado del control integral es calculado multiplicando la integral de la señal e por la ganancia Integral, a esto se le suma la parte del control Proporcional para formar el control PI.

$$u = K_p * e(t) + K_i \int_0^t e(t) dt \quad (3-11)$$

Donde:

$K_p =$ constante Proporcional.

$K_i =$ constante Integral.

$e(t) =$ función del error.

3.7.3. Control Derivativo Integral-Proporcional (PID)

La parte derivativa del control PID trata de prever o pronosticar la tendencia de la salida de la planta, se usa para hacer ajustes en el proceso basados en la razón de cambio de la salida de la planta en relación al set-point, una característica de este tipo de control es que cuando el error se mantiene constante o está en su

límite máximo su efecto es mínimo Haciendo una analogía al igual que con el termino integral se dice que con el termino derivativo se anticipa el comportamiento futuro de la planta. El control Proporcional utiliza la derivada de la señal de error (Figura 31) [15].

$$u = K_p * e(t) + K_i \int_0^t e(t)dt + K_d \frac{d}{dt} e(t) \quad (3-12)$$

Donde:

$K_p =$ Constante Proporcional.

$K_i =$ Constante Integral.

$K_d =$ Constante Derivativa

$e(t) =$ Función del error

Dependiendo del tipo de planta a controlar, es posible utilizar un control P,PI,PD ó PID, los valores de las ganancias Proporcional, Integral y Derivativa se pueden obtener a través del uso de fórmulas y gráficas de rendimiento como la Regla de Ziegler Nichols, aproximación vía Padé, ó por ajuste manual. Sin embargo no existen métodos generalizados para seleccionar estas ganancias para cualquier planta. [15]

Por otro lado se puede obtener la función de transferencia de este control y es la siguiente:

$$\frac{U(s)}{E(s)} = K_p \left(1 + \frac{1}{T_i} s + T_d s \right) \quad (3-13)$$

En términos de la frecuencia se puede hacer análisis obteniéndose que este tipo de control no es estable puesto que la ganancia de la parte derivativa sigue aumentando ya que este es un derivador puro como se muestra a continuación:

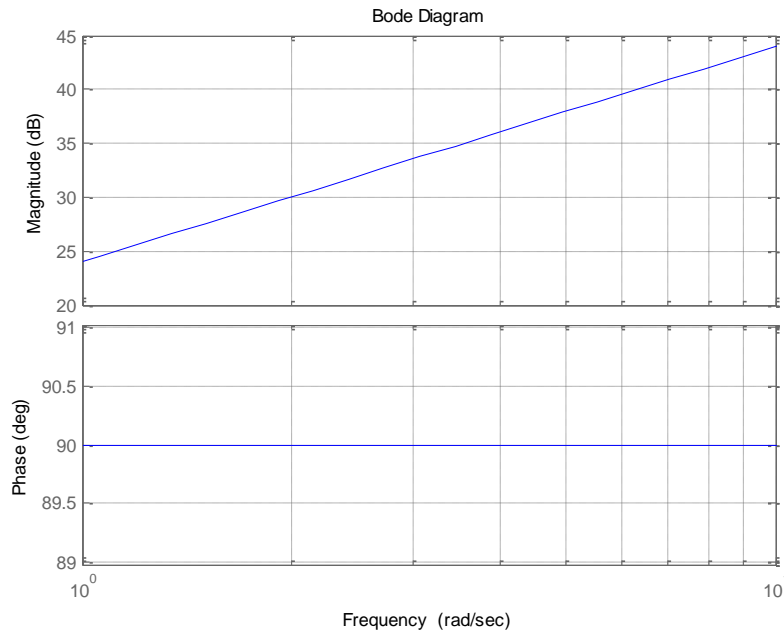


Figura 32. Diagrama de magnitud y fase de un derivador puro

Según la figura 32, un derivador resulta sensible a altas frecuencias. Por tanto, no es recomendable su implementación, dado que esto amplificaría las señales de ruido. Para evitar esto, la ganancia del controlador debe ser limitada. Esta limitación puede ser realizada modificando la ecuación de la siguiente forma:

$$\frac{U(s)}{E(s)} = \frac{KsT_d}{1 + \frac{sT_d}{N}} \quad (3-14)$$

Donde $1/(1 + \frac{sT_d}{N})$ corresponde a un filtro pasa bajas, con ello obteniéndose una respuesta como la que se muestra a continuación:

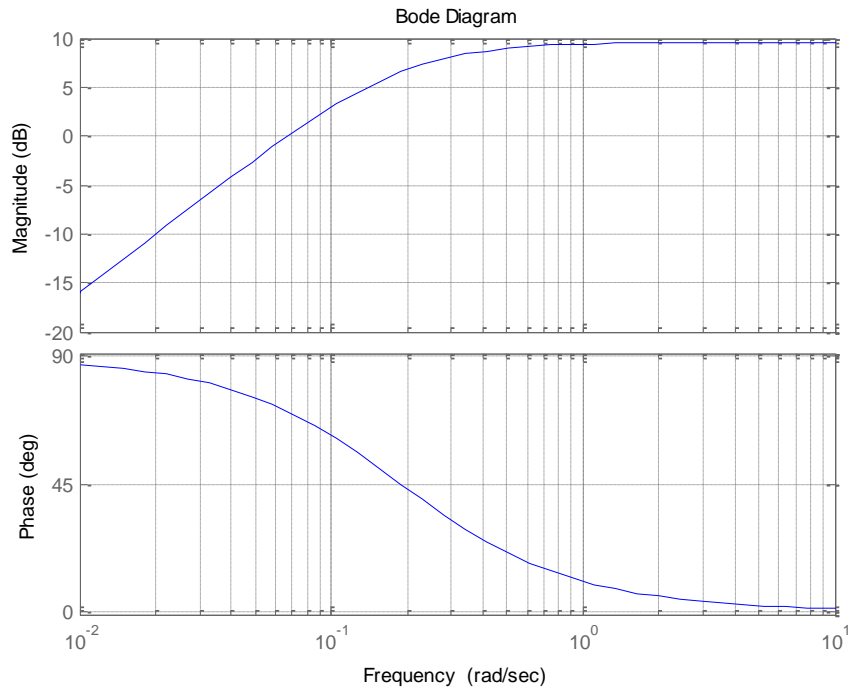


Figura 33. Diagrama de magnitud y fase de un derivador con limitación de frecuencia.

Otra modificación es la que se hace a la parte proporcional donde es conveniente separar la respuesta de la señal de referencia de la respuesta a disturbios. [5]

$$U_p = K(bSP(s) - Y(s)) \quad (3-15)$$

Donde b es un parámetro de ajuste y $SP(s)$ es el set point ó referencia.

Del parámetro b se puede decir que tiene poca influencia en las cercanías del estado estable, de modo que la acción integral dominaría. Ahora, si $b=1$, la acción proporcional es diferente de cero en estado estable.[5]

Reemplazando las ecuaciones (3-14) y (3-15), el control PID queda de la siguiente forma:

$$U(s) = K \left[(bSP(s) - Y(s)) + \frac{1}{sT_i} E(s) - \frac{KsT_d}{1 + \frac{sT_d}{N}} Y(s) \right] \quad (3-16)$$

3.8. Modelos de primer orden con retardo (vía Padé).

Obtenida la función de transferencia de la ley de control se hace necesario encontrar los parámetros del controlador, y contando que el modelo matemático que describe la planta presenta un retardo es adecuado utilizar este método.

Para modelos nominales de primer orden con retardo descritos de la siguiente forma:

$$G_o(s) = \frac{K_o e^{-s\tau_o}}{v_o s + 1} \quad (3-17)$$

Donde K_o corresponde a la ganancia en lazo cerrado de la planta, v_o es el tiempo de estabilización de la planta y τ_o es el tiempo muerto ó de retardo.

Podemos aproximar el retardo con una aproximación de Padé de primer orden

$$e^{-s\tau_o} \approx \frac{-s\tau_o + 2}{s\tau_o + 2} \quad (3-18)$$

Así, reemplazando (3-17) en (3-18), obtenemos la aproximación racional del modelo de la planta

$$G_{op}(s) = k_o \frac{\underbrace{(-s\tau_o + 2)}}{(v_o s + 1)(s\tau_o + 2)} \approx G_o(s) \quad (3-19)$$

Que resulta de segundo orden, estable, aunque de fase no mínima. Para construir $Q(s) = F_Q(s)G_o^i(s)$ se aproxima a la inversa de $G_{op}(s)$ (cambiando el factor $-s\tau_o + 2$ por $s\tau_o + 2$, con ello se logra:

$$G_o^i(s) = \frac{v_o s + 1}{K_o} \quad (3-20)$$

Así, con un filtro de primer orden $F_Q(s) = (\alpha s + 1)^{-1}$ obtenemos

$$G_o^i(s) = \frac{v_o s + 1}{K_o} \quad (3-21)$$

Reemplazando las ecuaciones Ecuación (3-21) y el filtro se tiene:

$$Q(s) = (\alpha s + 1)^{-1} \frac{v_o s + 1}{K_o} \quad (3-22)$$

Que sería la forma análoga del caso sin retardo, pero que en este caso, usando nuevamente

$K = \frac{Q}{(1 - QG_{op})}$ y reemplazando las ecuaciones (3-19) y (3-22) tengo el controlador

PID descrito de la siguiente forma:

$$K(s) = (k_o(\alpha + \tau_o))^{-1} \frac{(\frac{v_o \tau_o}{2})s^2 + (v_o + \frac{\tau_o}{2})s + 1}{s \left(\left(\frac{\tau_o \alpha}{2(\alpha + \tau_o)} \right) s + 1 \right)} \quad (3-23)$$

Ya que nuestro controlador presenta la siguiente forma:

$$K(s) = K_p + \frac{K_i}{s} + \frac{K_d s}{\tau_d s + 1} \quad (3-24)$$

Que puede expresarse de la siguiente manera:

$$K(s) = \frac{s^2 \overbrace{(K_p \tau_d + K_d)} + s \overbrace{(K_i \tau_d)} + \overbrace{(K_p + K_d)}}{s \overbrace{(\tau_d s + 1)}} \quad (3-25)$$

Con ello se igualan los polinomios y se hace separación de variables obteniéndose las siguientes ganancias.

$$K_p = \frac{2v_o + \tau_o}{2k_o(\alpha + \tau_o)} - \frac{\alpha\tau_o}{4k_o(\alpha + \tau_o)^2} \quad (3-26)$$

$$K_i = \frac{1}{k_o(\alpha + \tau_o)} \quad (3-27)$$

$$K_d = \frac{v_o\tau_o}{2k_o(\alpha + \tau_o)} - \frac{\alpha\tau_o(2v_o + \tau_o)}{4k_o(\alpha + \tau_o)^2} + \frac{\alpha^2\tau_o^2}{4k_o(\alpha + \tau_o)^3} \quad (3-28)$$

$$\tau_d = \frac{\alpha\tau_o}{2(\alpha + \tau_o)} \quad (3-29)$$

De las ecuacion (3-13) y (3-24) podemos ver que:

$$K_i = K / T_i$$

$$K_d = K T_d$$

$$K_p = K$$

de donde se obtienen los parametros del controlador.

3.9. Discretización del controlador PID.

Para la discretización del controlador PID analogico existen numeras tecnicas para hacerlo entre las cuales estan las siguientes aproximaciones en el dominio de la frecuencia s:

- $s \equiv e^{sT} - 1$ Regla de Euler.
- $s \equiv \frac{e^{sT} - 1}{T e^{sT}}$ Diferencia hacia atrás.

- $s \equiv \frac{2 e^{sT} - 1}{T e^{sT} + 1}$ Regla de Tustin.

Apartir de estas expresiones se puede obtener la discretización de un sistema; todas las aproximaciones son válidas y presentan un comportamiento similar en la medida en que el periodo de muestreo es pequeño de acuerdo a la dinámica a controlar; condiciones que se suelen verificar en procesos industriales.

La aproximación de Euler presenta el inconveniente frente a las otras técnicas que al partir de un sistema analógico estable esta puede dar un sistema digital inestable, por lo cual requiere mayor sintonización, por ello no es conveniente aplicar esta técnica de discretización a nuestra planta.

Las aproximaciones también pueden ser expresadas haciendo un cambio de variable de la siguiente forma:

- $s \equiv \frac{1 - Z^{-1}}{T}$ Diferencia hacia atrás.
- $s \equiv \frac{2}{T} \frac{1 - Z^{-1}}{1 + Z^{-1}}$ Regla de Tustin.

Aplicando la regla de diferencia hacia atrás a la Ecuación (3-13) se tiene:

$$U(s) = E(s)K_p \left(1 + \frac{T}{Ti(1 - Z^{-1})} + T_d \frac{1 - Z^{-1}}{T} \right) \quad (3-30)$$

Que puede ser descrito de la siguiente forma:

$$\frac{U(s)}{E(s)} = a + \frac{b}{1 - Z^{-1}} + c(1 - Z^{-1}) \quad (3-31)$$

Donde:

$$a = K_p$$
$$b = \frac{K_p T}{T_i}$$
$$c = \frac{K_p T_d}{T}$$

Donde el periodo de muestreo T está definido como:

$$T < \frac{\tau}{10}$$

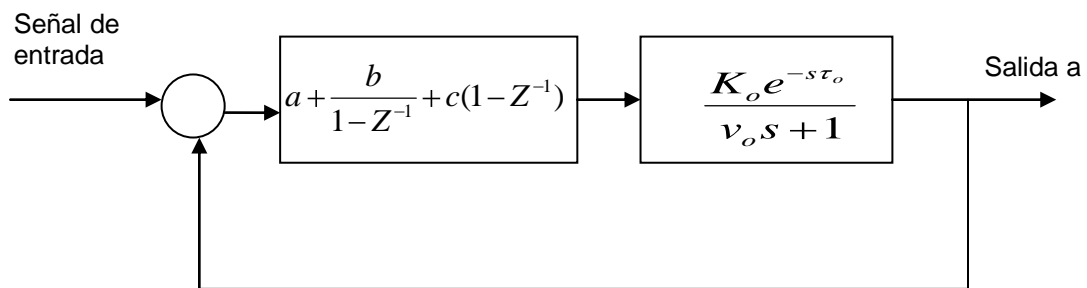


Figura 34: Esquema de un control PID discreto.

Capítulo IV.

4. CARACTERIZACIÓN DE LA TERMOCUPLA Y EL HORNO.

4.1. Metodología:

Para la caracterización de la termocupla a realizar los siguientes pasos:

- Se realiza el montaje indicado en la figura 35.

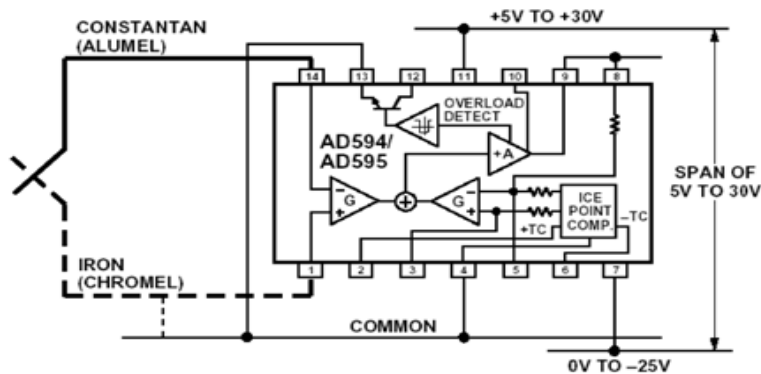


Figura 35: Montaje de la termocupla al AD595.

- Una vez se haya instalado la termocupla en el horno, se toman los datos de temperatura en forma ascendente partiendo de 25°C hasta llegar a 1150°C, mediante una serie de funciones rampas, tal como se muestra en la figura 36.

Para la caracterización del horno se realizó lo siguiente pasos:

- Se coloca un voltaje de 20V, y se deja estabilizar la temperatura
- Cuando el horno alcanza su estabilidad se introduce la termocupla y introduce una señal escalón de 10 V.

4.2. Resultados:

4.2.1. Caracterización de la termocupla.

Para la caracterización de la termocupla se utilizó la programación que tiene el controlador existente en el horno en nuestro caso un horno del laboratorio CYTEMAC, a continuación se presenta el tratamiento térmico utilizado.

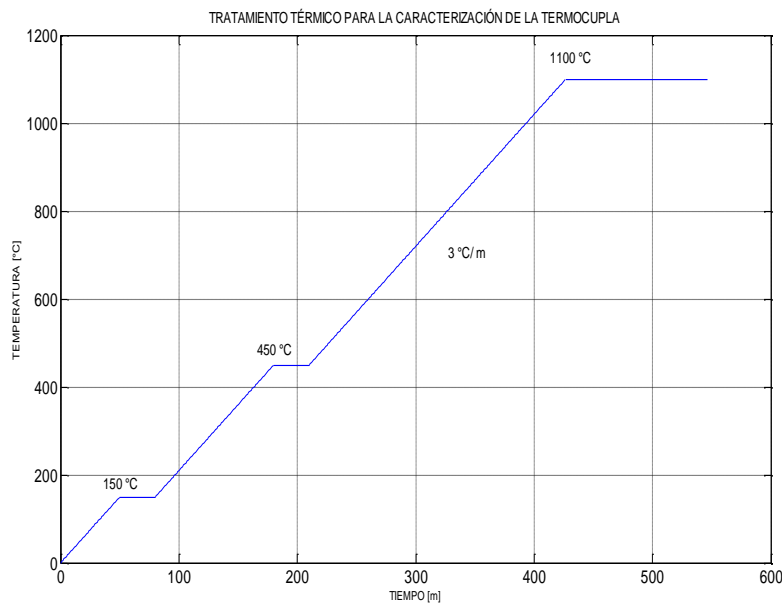


Figura 36. Rampas de caracterización.

La figura 36, muestra el comportamiento de la señal de entrada para la caracterización de la termocupla, teniendo en cuenta esta señal se tomaron datos de temperatura y voltaje cada 10°C. y se procedió a graficar Voltaje vs Temperatura, para ello se consideraron los datos de subida y bajada.

Los datos de temperatura vs voltaje se grafican en la figura 37, de los cuales mediante ajuste lineal se obtuvo la ecuación.

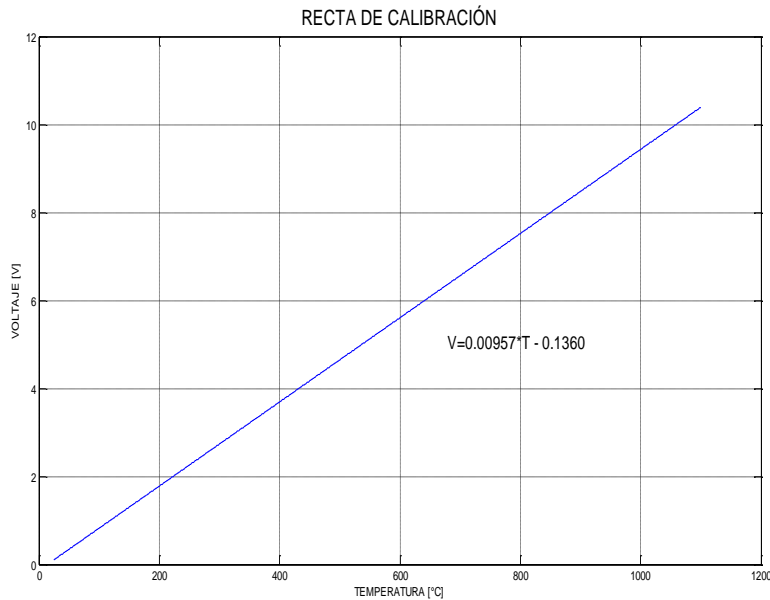


Figura 37. Recta de caracterización.

$$V = 0.00957 * T - 0.1360 \quad (4-1)$$

Donde:

T= es temperatura en °C.

0.00957 es la pendiente en °C/m.

-0.1360 es el voltaje de calibración en V.

4.2.2. Respuesta de la termocupla:

Siguiendo con la metodología del capítulo III, para ver la respuesta de la termocupla se realizaron los siguientes pasos:

- Se deja estabilizar el horno a una temperatura de 150°C.
- Se introduce la termocupla y se toman los datos. Aplicando una entrada escalón de 10V.

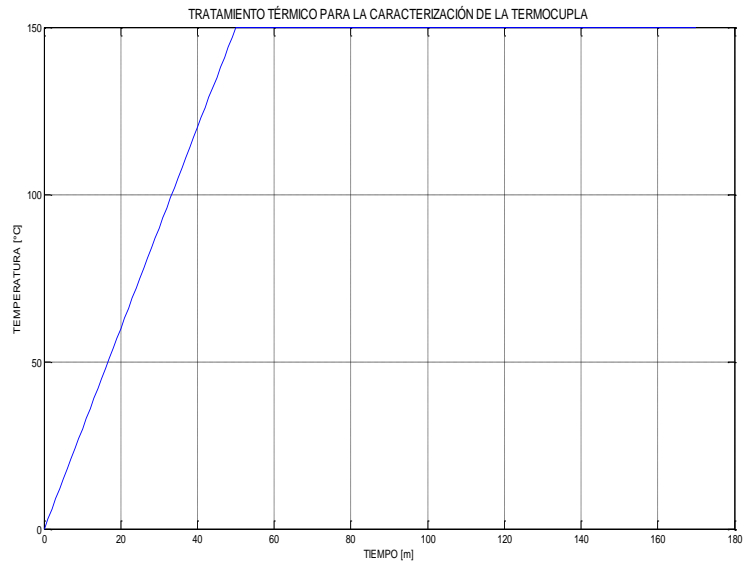


Figura 38: Rampa utilizada para encontrar el tiempo de respuesta.

El proceso anterior fue realizado dos veces y las gráficas obtenidas fueron las siguientes:

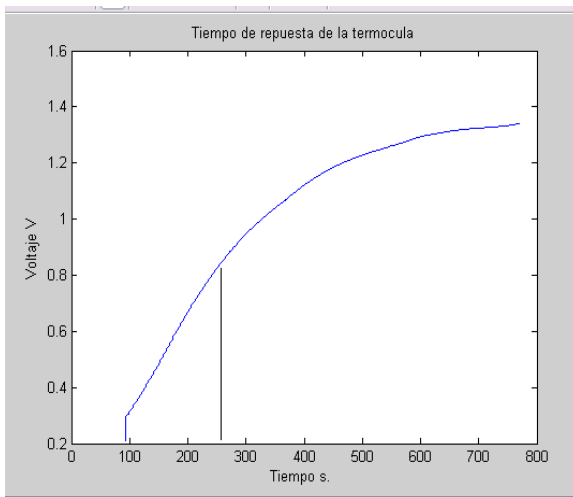


Figura 39. Respuesta a la entrada Escalón uno.

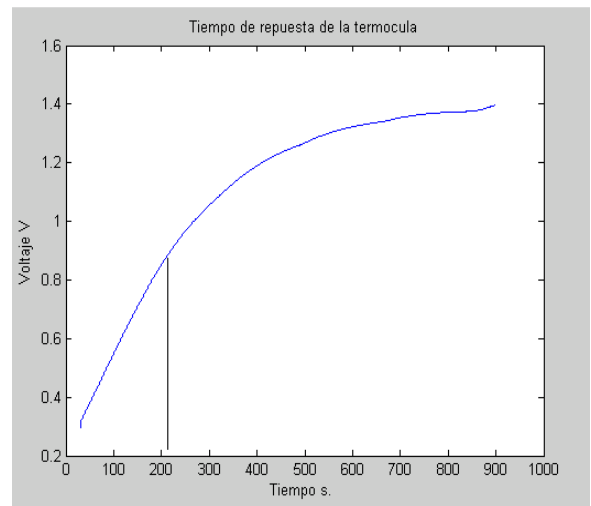


Figura 40. Respuesta a la entrada Escalón dos.

En la figura 39 se observa que el voltaje máximo es 1.3V y el 63.2% de este voltaje corresponde a 0.8216. Para este valor el tiempo que corresponde es 249s; y en la figura 40 se observa que el voltaje máximo es 1.4V y el 63.2% de este voltaje corresponde a 0.8848. Para este valor el tiempo que corresponde es $\tau = 212.8s$.

Promediando los valores anteriores el tiempo de respuesta es: $\tau = 230.9 s$

4.3. Caracterización del horno.

Para esta caracterización se alimentó el horno con 20 V y se dejó que estabilizará la temperatura durante 5 horas. Luego se conectó la termocupla y se procedió a aumentar en 10 v mediante una estrado escalón. La respuesta del sistema a esta entrada paso se analiza en la figura 41.

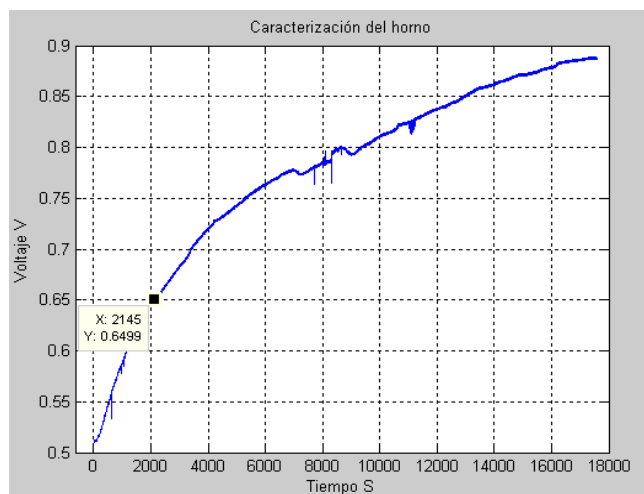


Figura 41. Caracterización del horno.

Según esta figura se puede ver que el voltaje mínimo es 0.51 V y el máximo es 0.89 V. con ello se observa que el aumento ante la entrada escalón de 10V es 0.38 V y el 63.2% es 0.24016 s, entonces:

$$\Delta T = 0.89 - 0.24016$$

$$\Delta T = 0.64984.$$

$$\tau = t(\Delta T)$$

$$\tau = 2145 \text{ s}$$

Teniendo en cuenta los parámetros hallados anteriormente y tomando en cuenta que la descripción matemática del horno está dada por:

$$G_H(s) = \frac{K_H e^{-sL_H}}{1 + s\tau_H} \quad (4-2)$$

Donde τ es constante de tiempo, K_H ganancia del horno, L_H tiempo de retardo.

Para este caso haciendo los respectivos reemplazos tenemos:

Constante de tiempo (τ)	2145 s.
Ganancia del horno (K_H)	3.8 °C/v
Tiempo de retardo L_H	32.18 s.

Donde la ganancia del horno está representada por:

$$K_H = \frac{\text{Temperatura final (}^\circ\text{C)} - \text{Temperatura inicial (}^\circ\text{C)}}{\text{voltaje escalón (V)}}$$

$$K_H = \frac{(89^\circ\text{C} - 51^\circ\text{C})}{10\text{V}}$$

$$K_H = 3.8^\circ\text{C/V}$$

Por consiguiente la función de transferencia para la planta está dado en:

$$G_H(s) = \frac{3.8 * e^{-s*32.18}}{1 + 2145 s} \quad (4-3)$$

La anterior ecuación representa la descripción matemática de la planta (Horno.), la cual se utiliza en el diseño del controlador, tal como se muestra en el siguiente capítulo.

Capítulo V

5. Diseño e implementación del sistema de control

5.1 Metodología.

Una de las partes más importantes de este trabajo es la definición y elaboración de la técnica de control, para ello se decidió trabajar con un control tipo PID (Proporcional, integral, derivativo.)

Para la elaboración del modelo de control se procedió de la siguiente forma:

- Se caracterizó el horno, como se había mencionado anteriormente y se construyo con los datos obtenidos la función de transferencia que describe la planta (Horno.).
- Con la función de transferencia de la planta se realizó el diseño del controlador, para ello se siguieron los pasos que se mencionaron anteriormente en el literal 3.7 titulado control PID, con ello se encontraron una serie de ecuaciones que son los utilizados para la identificación de la ley de control como se verá más adelante.
- Se realizó el montaje del controlador y se adecuo una etapa de potencia para poder manejar los voltajes y corrientes que se requieren para la calefacción de las resistencias.

5.2 Resultados:

De la ecuación (4-3) correspondiente a la caracterización de la planta se obtiene:

$$0 < T < 214.5s \text{ Donde } T \text{ es el periodo de muestreo.}$$

Con base en estos datos y tomando $T=1s$ y un máximo sobre impulso $Mp=5\%$. y utilizando las siguientes expresiones:

$$\omega_d = \omega_n \sqrt{1 - \xi^2} \quad (5-1)$$

$$T = \frac{2\pi}{10\omega_d} \quad (5-2)$$

$$Mp = e^{\frac{-\pi\xi}{\sqrt{1-\xi^2}}} \quad (5-3)$$

Donde ω_d es la frecuencia de amortiguamiento, ω_n frecuencia natural, ξ constante de amortiguamiento.

Se requiere un periodo de muestreo de 1s, de la ecuación (5-2) se tiene:

$$\omega_d = 0.6283 \text{ rad / s.}$$

$$\omega_n = 0.8687 \text{ rad / s.}$$

$$\xi = 0.6906$$

$$U(s) = 17.4 * \left\{ (SP - Y(s)) + \frac{E(s)}{2160.84s} - \frac{15.765s}{1 + \frac{15.765}{3}s} Y(s) \right\} \quad (5-3-1)$$

La ecuación (5-3-1) se valida mediante la simulación numérica, utilizando SIMULINK, Los resultados se muestran en la figura 42.a, 42b, 42c y 42d.

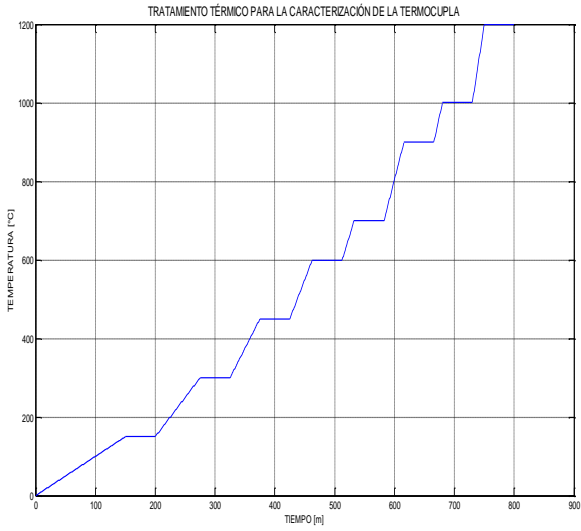


Figura 42 a. señal programada

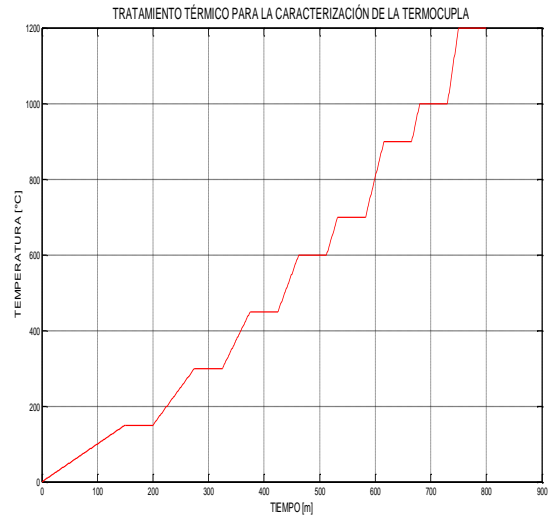


figura 42 b. seguimiento de la señal.

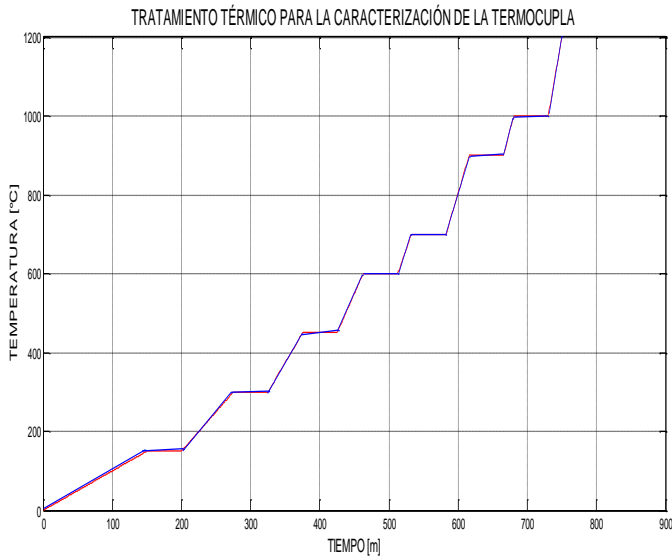


Figura 42.C: Simulación del controlador PID.

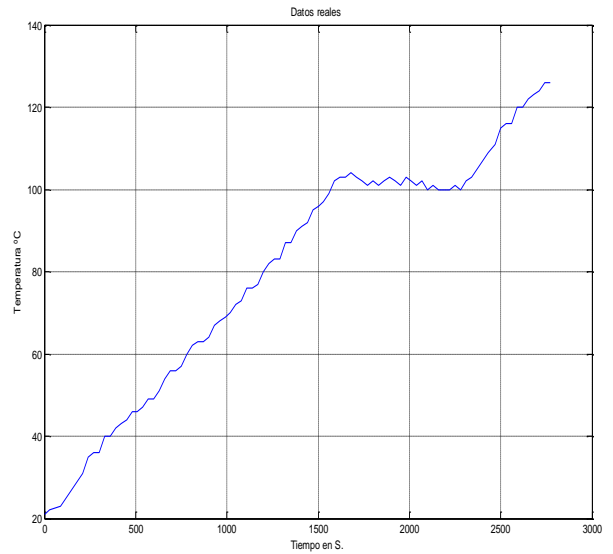


Figura 42.D: Datos experimentales controlador PID

Estas gráficas fueron realizadas por medio del siguiente modelo de bloques:

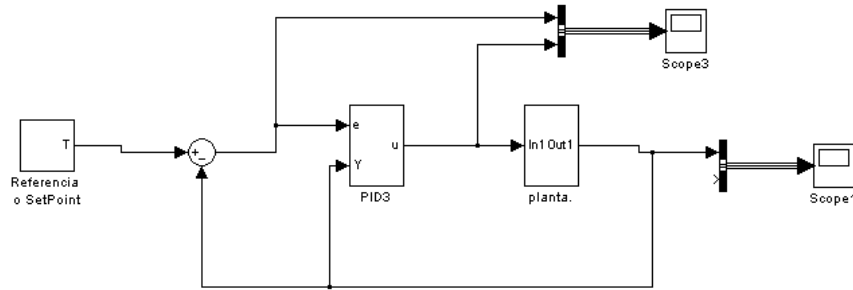


Figura 43: diseño del control PID.

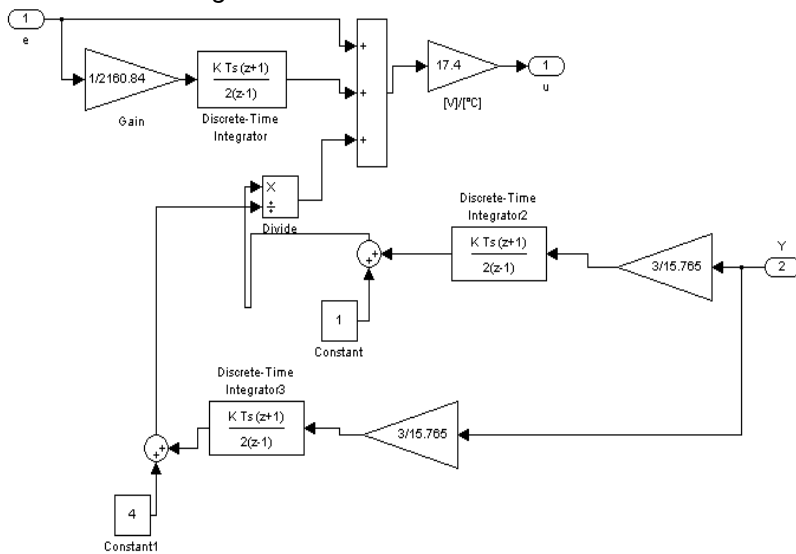


Figura 44: Parte interna del control PID.

En la figura 42.a se puede ver la señal programa, esta señal como se observa tiene 8 rampas pues el controlador diseñado para el horno maneja esta cantidad de rampas como se ha mencionado anteriormente, y esta fue la señal que se programó en la ley de control, en la figura 42b. Se puede observar el resultado que arroja la ley de control, este resultado es el seguimiento de la señal que se programó anteriormente, se puede ver además que la señal que se obtuvo tiene la misma naturaleza que la señal de entrada, que era lo que se esperaba, la figura 42.c se obtuvo de superponer la señal de entrada con la señal que se obtuvo a la salida de la ley de control y se pudo observar que en efecto el seguimiento que

realiza la señal es muy bueno puesto que esto se verifica a simple vista con la superposición de las dos señales, tal como lo muestra la figura 42 c.

5.3 Componentes de controlador:

Micro controlador PIC18F452

Reloj de tiempo real DC1307

Compensador de junta fría AD594

Dispositivo de despliegue de información. LCD

Teclado matricial

Optoacoplador MOC3022

Triac. BTA40 600B

5.3.1 Compensador de junta fría AD595.

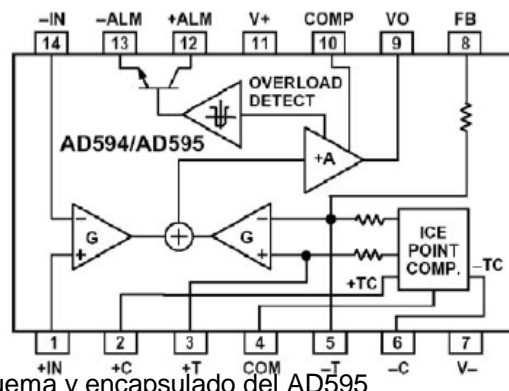


Figura 45: Esquema y encapsulado del AD595

El AD595 es un amplificador de instrumentación y un compensador de junta fría para termocuplas, embebidos en un chip. El amplificador está pre calibrado para dar una salida de $10\text{mV}/^\circ\text{C}$ directamente desde la señal de la termocupla. Puede ser usado como un amplificador lineal o como controlador de setpoint.

El AD595 es alimentado por una fuente simple o por una fuente dual, en cuyo caso pueden medirse temperaturas por debajo de los 0°C . El AD594 es pre calibrado para termocuplas tipo J, mientras el AD595 es pre calibrado para termocuplas tipo

K. La figura 46 muestra como debe ser conectado el AD595, la parte a es para una fuente simple de +5V , esta conexión provee un rango de medición de temperatura de 0°C a 300°C.

La parte b muestra una conexión para una fuente dual, lo que incrementa el rango de las mediciones. Si el rango de el voltaje positivo se incrementa de 5V a 15V , se pueden obtener medidas de temperatura hasta 1250°C para termocuplas tipo K usando el AD595 [5].

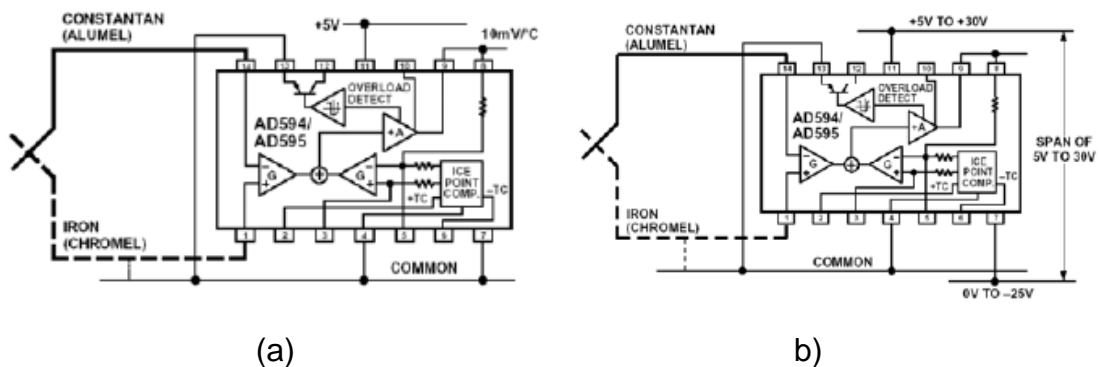


Figura 46: conexiones del AD595.

5.3.2. Micro controlador Pic 18f 452

Este elemento es el encargado del control y manejo de la información del sistema, es fabricado por Microchip, su diagrama de configuración se muestra a continuación.

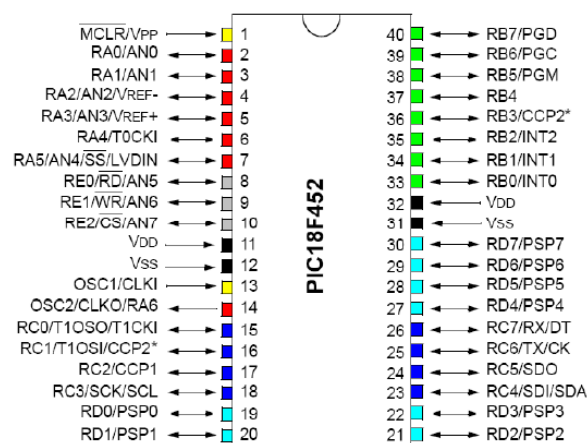


Figura 47: Esquema del PIC18F452.

Este dispositivo se encarga de manipular los actuadores del proceso a través de los puertos digitales de entrada y/o salida, además se encarga de la conversión analógica-digital de la variable, es decir del cambio de la señal de continua a discreta con una resolución de 10 bits. Debido a que el tiempo de conversión es muy pequeño (τ próximo 12 microsegundos), se realizan varias conversiones y se toma un promedio en un ($\Delta \tau$) determinado, e esto se le conoce como filtro moving average.

Las características generales de este micro controlador se muestran a continuación: [6]

- Conversión AD de 10 bits de resolución
- Dos módulos PWM
- Puertos digitales de entrada y/o salida.
- Módulo de comunicación USART
- Modulo de comunicación I²C™
- Memoria FLASH de 32kbytes.
- Tres módulos Timer de hasta 16 bits.
- Número de instrucciones: 16384.
- RAM (incluida) de 1536 bytes.
- Datos EEPROM 256 bytes.
- 1.2 Características Periféricas:
 - Posee 5 puertos I/O, de 8 bits, menos el puerto A que sólo tiene 7 bits.
 - Compatibilidad A/D de 10 bits.
 - Tiene un generador de oscilación que le brindan características de timer

5.3.3. Reloj de Tiempo Real

El reloj de tiempo real que se uso para este proyecto fue un DS1302 de la compañía MAXIM. Este dispositivo se uso principalmente por las ventajas que

tiene frente al micro controlador para contar tiempos largos, además que trabaja independientemente una vez es inicializado, labor que es realizada por el micro controlador. Su esquema se muestra en la figura.

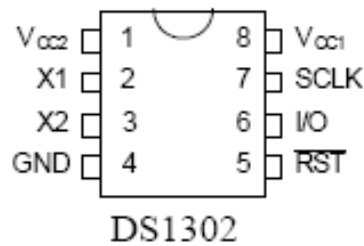


Figura 48: Reloj de tiempo real DS1302

El *DS1302* contiene un reloj/calendario de tiempo real y 31 bytes de RAM. Su comunicación es por una interfase serial a un micro controlador. El reloj/calendario de tiempo real entrega segundos, minutos, horas, día de la semana y día del mes, mes y año. El calendario se ajusta para meses de menos de 31 días y para años bisiestos. El reloj opera en formato de 24 o 12 horas con un indicador para AM/PM.

La interface entre el *DS1302* y el micro controlador es serial síncrona. Tan solo un bus de tres líneas se requiere: CE (pin de habilitación de la comunicación), I/O (línea de datos bidireccional) y SCLK (señal de reloj). El dato puede ser transmitido del reloj o al reloj byte por byte o en modo burst de 31 bytes.

Además de lo anterior, el *DS1302* es capaz de conmutar entre dos fuentes de alimentación, la principal *VCC2* y una alterna *VCC1*, que se encuentra como respaldo, en caso de fallo eléctrico y así mantener el calendario [7].

La figura 49, muestra la conexión serial entre el reloj de tiempo real *DS1302* y el micro controlador. [7].

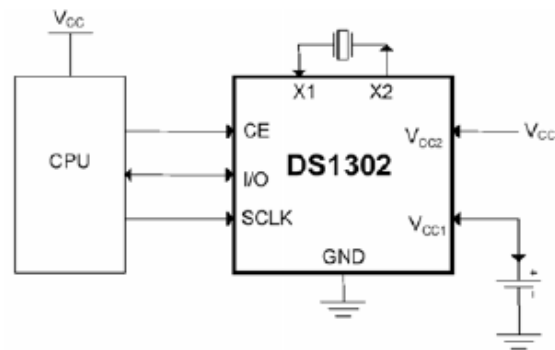


Figura 49: Conexión entre el reloj de tiempo real DS1302 y el micro controlador.

5.4 Etapa de potencia del controlador PID.

La elaboración de la etapa de potencia es muy importante debido a la imposibilidad que se presenta para poder calentar las resistencias del horno de forma eficaz y controlada, puesto que estas requieren 220V AC para poder llegar a su temperatura máxima y por lo tanto manejan corriente al rededor de los 10A, lo que llevo a la necesidad de construir un sistema circuital que fuese capaz de suplir las condiciones que el horno necesita para su optimo funcionamiento y que a la vez proteja los elementos del controlador así evitando daños, debido a que el voltaje que se le suministra a las resistencias es demasiado alto y de no controlarse eficazmente podría dañar los elementos de control; esta etapa consta generalmente de un opto acoplador y un Triac, a esta combinación se le conoce como Diac, para poder llevarla a cabo se utilizó un Moc 3022 y un BTA40 600B. Los cuales se describen a continuación:

5.4.1. Optoacoplador Moc 3022



Figura 50: Esquemático y encapsulado del Optoacoplador Moc3022.

El MOC 3022 es un opto acoplador con Triac de baja corriente de mantenimiento no superior a 10mA su principal función es separar la parte de baja potencia de la alta potencia de forma tal que se proteja la parte circuital de una aplicación específica, este elemento lleva incorporado un diodo infrarrojo de GaAs, el cual cuando le llega el impulso de corriente, hace que se active el interruptor bilateral de silicio. Conocido común mente como Triac, lo cual ocasiona que el Triac funcione con un corte y este conduzca, permitiendo así realizar el control de la etapa de potencia, estos elementos son útiles para la implementación de Triacs que controlen cargas resistentes e inductivas para 115/240 VAC operación, común mente son utilizados en la industria para diferentes aplicaciones que requieran el uso de corriente alterna.

5.4.2 Triac BTA40 600B

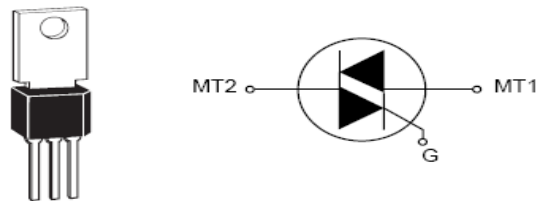


Figura 51: Esquemático y encapsulado del Triac BTA40600B.

Este dispositivo es conocido común mente como Triac, el elemento manejan un rango de corriente de 0.8 a 40A. y voltajes que van desde los 200V a los 1000V. y corriente de compuerta de 50 mA y una potencia de disipación de 1w, este elemento funciona como compuerta de bloqueo u obstrucción de conducciones para una u otra polarización de voltajes utilizando corriente alterna, por lo tanto permite control fase para diferentes aplicaciones entre las que están: velocidad, la temperatura , modulación, alumbrado y conmutación estática Relays.[11]

5.5. Diseño del sistema de control utilizado y etapa de potencia.

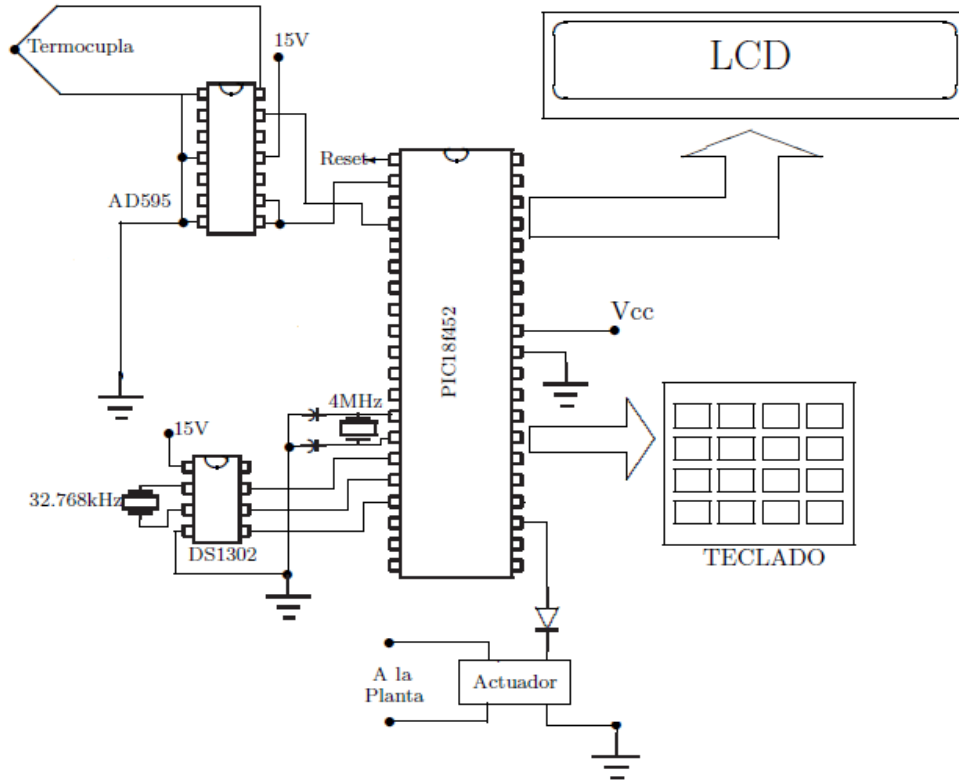


Figura 52: Esquemático del montaje del controlador.

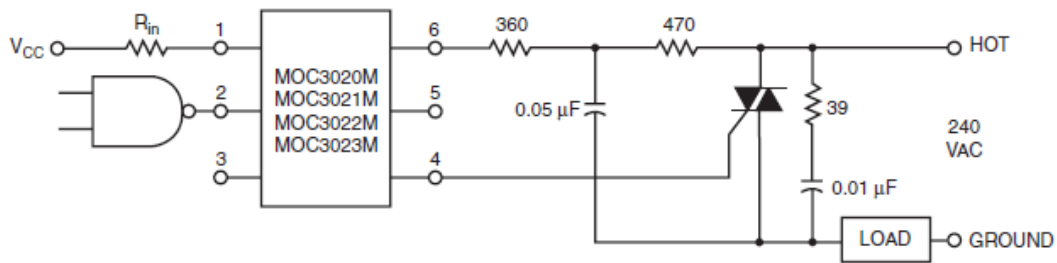


Figura 53: Esquemático del actuador.

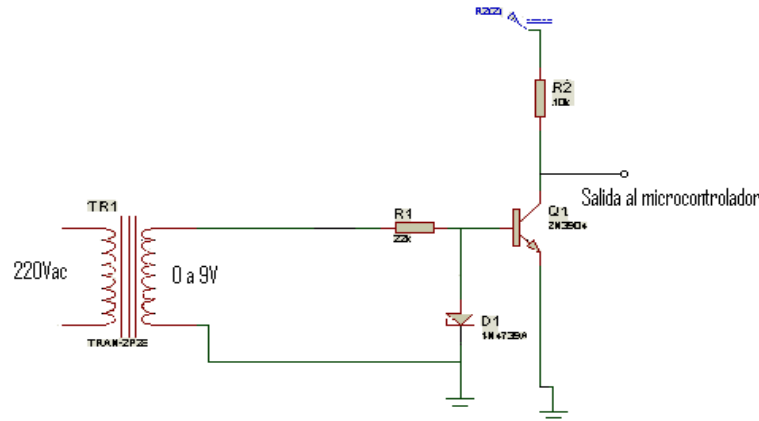


Figura 54: circuito de cruce por cero.

5.6. Análisis de resultados:

En la figura 54. Se ve el circuito de cruce por cero implementado en este trabajo; uno de los inconvenientes al trabajar con este tipo proyectos es la identificación del cruce por cero de la señal, debido a que si no se identifica correctamente, no se podrá contabilizar el tiempo para el adecuado disparo del Triac; en la figura 54. Se muestra que hay una salida al micro controlador, esto es debido a que por medio de las interrupciones internas de este componente se adecua esta etapa, mediante la interrupción (IntExt0) del pin 33 (RB0/int0).

Del pin 7 (RA5/AN4/SS/LVDIN) del microcontrolador sale una señal de voltaje, la cual está conectada al moc3022, tal como se ve en la figura 53, Se puede ver que hay una resistencia de R_{in} . Cuyo valor es de 200Ω , con esto hay que ser cuidadoso puesto que el moc3022 sólo soporta corrientes de 10mA y la funcionalidad de la resistencia es mantener el control de corriente de forma tal que no destruya el dispositivo.

Cuando llega esta señal activa el optoacoplador el cual emite un pulso que es capaz de disparar al triac BTA40 600B que controla la carga resistiva pura (Resistencias del horno.), cuando este Triac es disparado mediante el pulso enviado por el moc3022 que está sincronizado con la señal de entrada y esta previamente programado según lo indique la termocupla, el Triac funcionará como

un cortocircuito dejando pasar toda la señal AC y a si aumentando la temperatura en la carga del horno (Resistencias.), pero si la temperatura a la que se encuentra el horno está por encima de la programada según lo mida la termocupla, el Triac funcionará como un circuito abierto, dejando así de alimentar las resistencia y por tanto estas se enfriarán hasta que la temperatura del horno sea la misma programada por el usuario, y cuando esto suceda se estabilizará, y de esta forma el ciclo se repetirá tantas veces como lo requiera el sistema.

También se puede ver en el diseño de la figura 53. Que hay un capacitor y un resistor en serie y en paralelo con el Triac, este funciona como un filtro, el cual ayuda a disminuir rizados en la señal, otra de las aplicaciones es que es muy útil cuando se está trabajando con cargas inductivas, puesto que sirve como método de protección para estas; sintetizando lo anteriormente dicho el funcionamiento de la etapa de potencia es el siguiente:

El horno tiene una señal previamente programada por teclado según lo requiera el usuario, la etapa de potencia inicia a mandar pulsos cuando ha identificado el cruce por cero y este hace que el Triac se corte y comience a pasar corriente, la funcionalidad de la termocupla es comparar la temperatura a la que está el horno con la señal previamente programada de forma que mandará más o menos corriente según lo requiera el horno. Y eso lo hace disparando el Triac en partes diferentes de la señal sinusoidal AC. Tal como lo muestra el siguiente esquema:

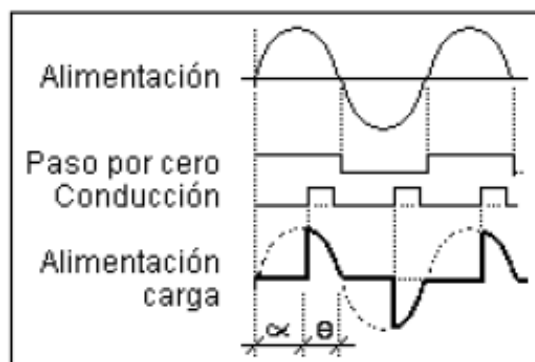


Figura 55: forma de onda implementadas en la etapa de potencia.

Podemos ver en la figura anterior que hay una onda sinusoidal la cual corresponde a la alimentación, esta señal es la que viene de la red alterna, podemos ver también que hay una señal en forma de pulso y es la correspondiente al cruce por cero que es lo que hace el circuito mostrado en la figura 54. Y es de vital importancia debido a que en cada ciclo de la señal AC hay 8.33ms. y en este tiempo se debe hacer el disparo del Triac, pero este no se podrá hacer adecuadamente si no se identifica el inicio de cada semiciclo, en la figura 55. También se ve una señal que corresponde a la alimentación de la carga y es la señal que está llegando a las resistencias y es la que esta ocasionando estas aumenten su temperatura de acuerdo a la potencia requerida por las resistencias se disparará el Triac en una parte del semiciclo adecuando, si requiere más potencia se disparará en un ángulo menor, si la potencia es menor el Angulo de disparo será mayor, esto se puede ver más claramente en el siguiente esquema que muestra el comportamiento de esta etapa:

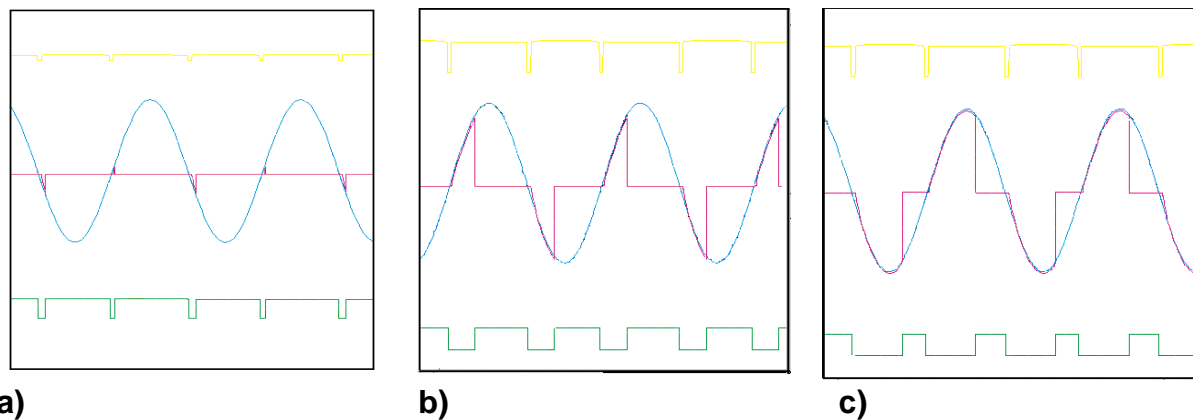


Figura 56: Control de potencia simulado voltaje vs tiempo. a) potencia máxima. b) potencia media. C) Potencia mín.

En la figura anterior se muestra el comportamiento del la etapa de potencia frente a una simulación realizada:

Señal amarilla: Identificación del cruce por cero.

Señal roja: Respuesta del Triac

Señal verde: Señal del microcontrolador.

Señal azul: voltaje de la red alterna.

Llevando el montaje simulado que arrojó los resultados que se muestran en la figura 56, a la realidad se obtienen señales cuyo comportamiento es similar al descrito anteriormente; estas imágenes se muestran a continuación:

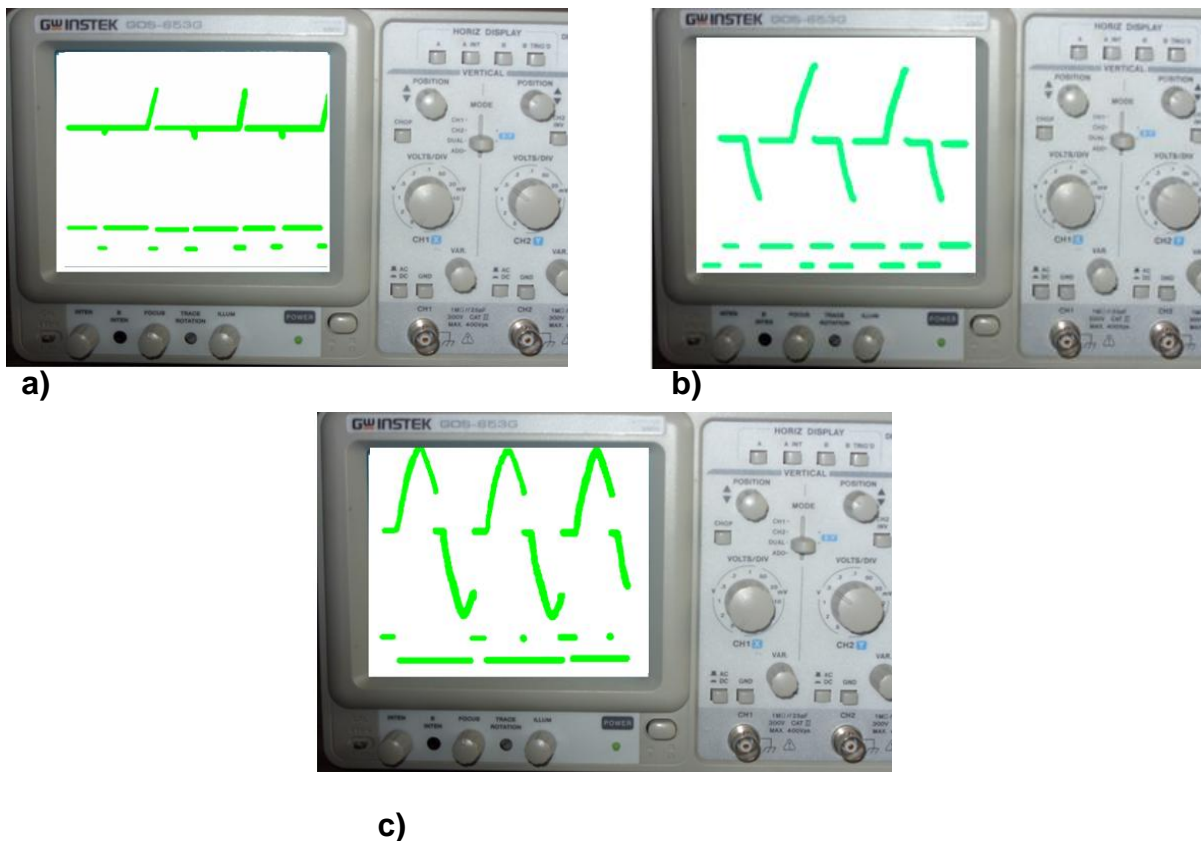
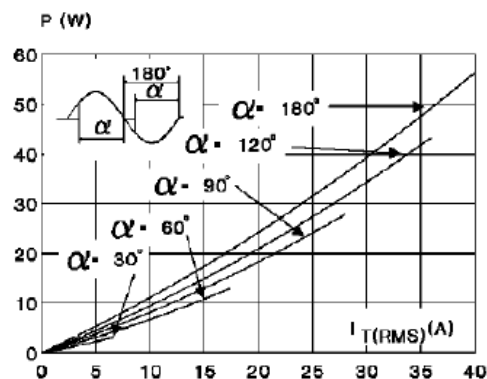


Figura 57: Control de potencia real. a) potencia máxima. b) potencia media. C) Potencia mínima; las figuras anteriores se les realizó un realce de color debido al inconveniente para su impresión.

En la figura 57 se puede ver el comportamiento de la etapa de potencia y si se compara con la figura 56 que corresponde a la simulación se puede ver que las graficas guardan una gran similitud, con base a ello podemos decir que el control de potencia lo hace adecuadamente según lo pedido.

5.7 Control de Fase

Como actuador de la parte de potencia se tiene a un TRIAC, el cual tiene un rango de operación desde los 30o hasta los 180o.



Este ángulo de disparo se traduce a una espera de tiempo entre el cruce por cero y el instante en el cual se dispara el triac para que comience a conducir. Para 30° ($\pi/6$) se tiene una equivalencia de

$$t\left(\frac{\pi}{6}\right) = 1.4ms$$

De igual manera para un ángulo de disparo de 180o (π) de tiene una equivalencia de:

$$t(\pi) = 8.33ms$$

Según la hoja técnica del TRIAC se necesitan un pulso de mínimo 20μS de duración en el GATE del TRIAC para que éste conduzca. Para garantizar el cebado del TRIAC se asume un ancho de pulso de disparo de 100μS.

El valor para el ángulo de disparo a 180° sería entonces:

$$t(\pi) = 8ms$$

En donde ya está compensada la pérdida de los 100µsegundos que toma hacer el disparo del TRIAC. Para garantizar que el TRIAC se dispare en el cuadrante adecuado y no haya interferencias entre el IV y I cuadrante, se toma un tiempo de 8mS.

El span del actuador se define entonces como:

$$\Delta t = 8ms - 1.4ms = 6.6ms$$

Para asignar el conteo del tiempo de espera, se toma el TIMER0 del microcontrolador. Este timer posee una resolución de 8 bits, por lo que se podrá obtener un desborde cada 51,2µS teóricamente.

En la práctica se tiene que el desborde del timer es cada 64µS, debido a que dentro de la rutina de interrupción en el timer hay líneas de código que consumen tiempo de proceso.

Si la base de tiempo de conteo es 64µS, y el span del actuador es de 6,6mS, el span del actuador será:

$$t_q = \frac{6.6ms}{64 \mu s} = 103$$

Es decir el valor que puede tomar la referencia del timer para su conteo estará entre 0 y 103. Ahora se debe calcular el valor mínimo y máximo permitido para cargar en el timer para garantizar los tiempos de disparo máximo y mínimo del TRIAC. Esto se hace dividiendo el valor del tiempo de disparo entre la base de tiempo de conteo.

$$MAX = \frac{1.4ms}{64 \mu s} = 22$$

Para el valor mínimo se tiene:

$$MIN = \frac{8ms}{64 \mu s} = 125$$

Para garantizar que se dispare el TRIAC a los 30o y no trabajar al límite descrito por el datasheet, se da un tiempo de espera más. Para que el span de trabajo se mantenga estable se debe disminuir en proporción equivalente al valor MIN. Los valores resultantes son:

$$MAX = 30 \quad MIN = 115$$

Si se asigna el valor máximo (MAX=30) se tendrá que el pulso de disparo para encender el TRIAC será de 1.92mS y por lo tanto pasara el resto de onda desde ese valor de tiempo hasta los 8,33mS en el cual termina el semiciclo positivo, de igual forma para el semiciclo negativo.

El código del controlador arroja valores en el rango de $(-\infty, \infty)$ ya que se trata de una ecuación matemática y responde a las variables de entrada, por lo tanto corresponde poner limites ya que el actuador solo responde a cierto rango de valores, ya calculados anteriormente.

Como la ley de acción de control es inversamente proporcional a la relación de salida del actuador, se debe restar el valor de control resultante al valor MIN. Por ejemplo, si la ley de control nos da un valor de 34, se resta ese valor a 115, lo cual da 81. Este último valor es el que se asigna para el conteo para el timer. Si el valor resultante esta por debajo del valor MAX=34 (es decir, si el error es demasiado alto y la señal de control es alta también), el cual equivale al valor máximo de

potencia que se puede suministrar al controlador, se asigna por medio de un if que trunque el valor en 34. De igual manera para el valor MIN=115. Para relacionar el rango del controlador con el rango del actuador se toma un factor de 10.

Este valor se calcula teniendo en cuenta el máximo error posible en el sistema, el cual es de 10°C/min, este valor corresponde al máximo cambio de temperatura permitido según la configuración de las rampas. Si se asume otro valor, lo cual es válido también, se tendría una variación en la velocidad de respuesta del controlador respecto a los cambios en el SetPoint del mismo.

Teniendo terminada la etapa de potencia se pasa a realizar la conexión de esta con el controlador de temperatura PID, para realizar las pruebas finales cuyos resultados se muestran en el siguiente capítulo.

Capítulo VI

Verificación del funcionamiento del horno mediante la sinterización de material cerámico

Introducción:

Ya diseñado e implementado el horno para la sinterización de materiales cerámicos, se procede a la verificación del mismo mediante el tratamiento térmico de un material cerámico, que sufre transformaciones en su estructura interna por efectos de la temperatura, por lo que se puede usar este equipo para propiciar el cambio de ordenamiento cristalino del material y así poder verificar su funcionalidad haciendo uso de este cambio, mediante los rangos y velocidad de ascenso que el mismo maneja, por lo cual se hace necesario conocer el proceso de sinterización de los materiales, que se describe a continuación y con ello se procedió a trabajar, para este ensayo se utilizó dióxido de titanio y titanato de bario, material previamente sinterizado por nosotros en el laboratorio de CYTEMAC; Teniendo esto se realizó una comparación de espectros infrarrojos (FTIR) reportados en la literatura y con ello se pudo vislumbrar la efectiva transformación de fase que presenta el material por efecto de la temperatura.

6.1 Metodología:

En esta etapa se sinteriza el material en el laboratorio y se procede a la realización del TiO_2 el cual se tratara térmicamente a $450\text{ }^\circ\text{C}$, y BaTiO_3 el cual se trata a 650°C , para encontrar los puntos donde se produce la transformación de las diferentes fases cristalinas (anatasa) para el oxido de titanio y los picos característicos del titanato de bario, este método se realizo utilizando el polvo obtenido en el laboratorio cuyo pH es 9.5 y 9 respectivamente y se obtuvo mediante el método de precursor polimérico (Pechini), del cual se hablará mas adelante.

Después de obtenido este polvo se realizaron los tratamientos térmicos ya mencionados y unos espectros infrarrojos los cuales se comparan con los reportados en la literatura y con trabajos previamente presentados, ello con la finalidad de verificar el adecuado funcionamiento del equipo, a continuación se presentan los espectros bases reportados en la literatura con los cuales se hará la comparación:

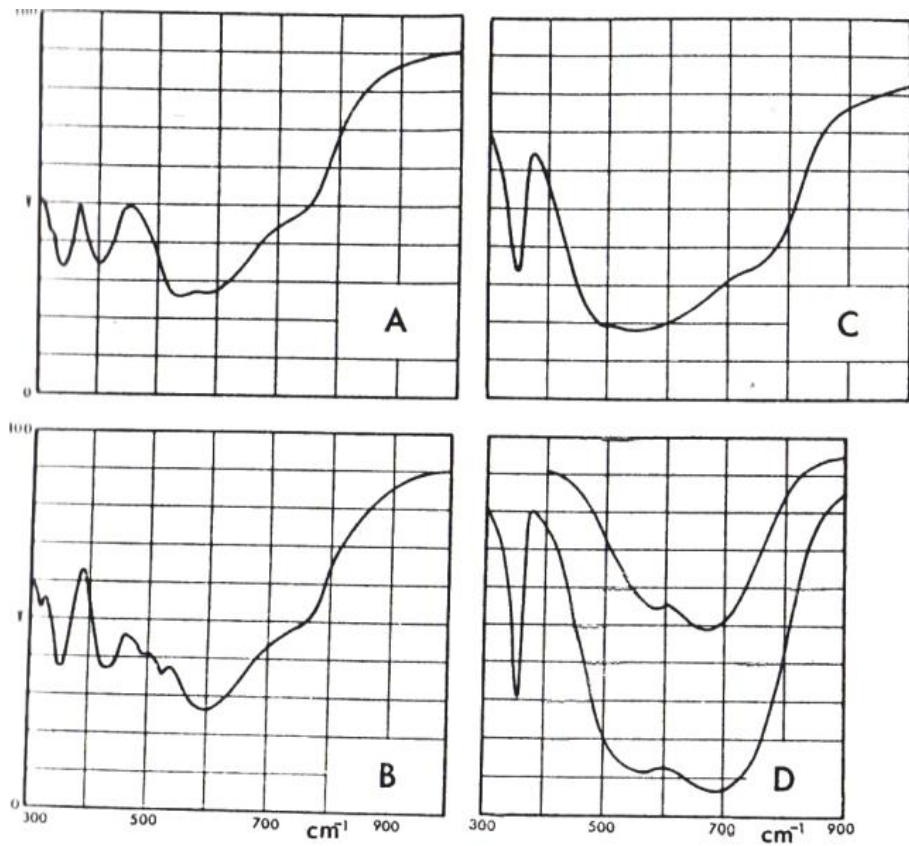


Figura 58: espectros de la forma natural de TiO_2 . A) Rutilo, B) Brookita, C) anatasa, D) Forma comercial de la anatasa. La diferencia entre el espectro de anatasa con su forma comercial está en su forma y tamaño de partícula.

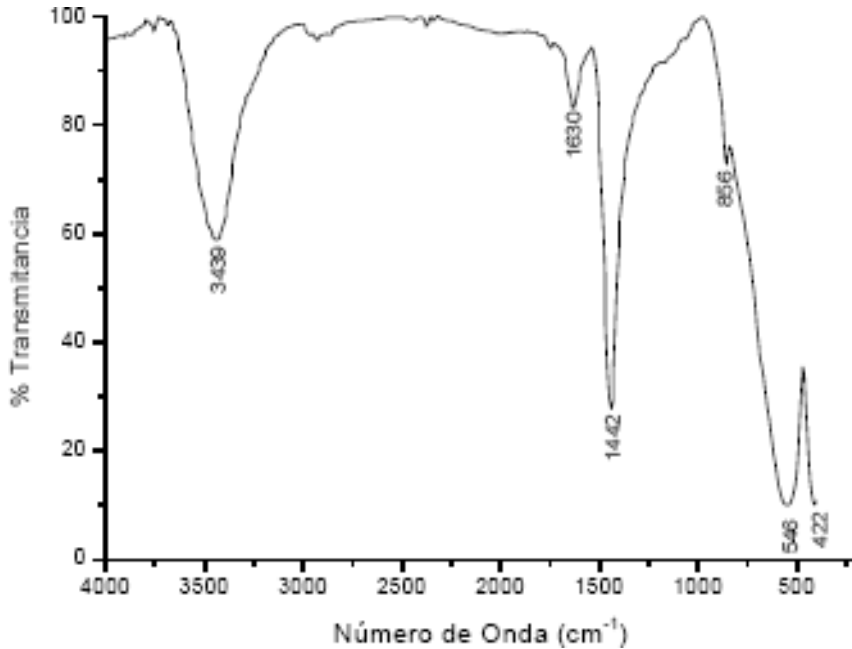


Figura 59. FTIR de muestras solidas obtenidas a diferentes valores de pH (a), y tratadas a diferentes temperaturas (b), del sistema BTO 0,06 M de precursor y 0,5 N de HNO₃

6.2 Titanio.

El titanio es un metal de transición de número atómico 22, peso atómico 47.88 g/mol y cuya configuración electrónica es [Ar] 3d²4s². La capa d incompleta hace del titanio un elemento muy reactivo, que puede adoptar las valencias +2, +3 y +4 y, además, formar soluciones sólidas con muchos elementos sustitucionales. Este metal ocupa el noveno lugar entre los elementos más abundantes en la corteza terrestre (su concentración es del 0.8% en peso del total) y el cuarto entre los metales más empleados habitualmente, a continuación del Al, Fe y Mg. El titanio se encuentra muy diseminado en la Tierra en forma de dióxidos de titanio y diversas clases de titanatos en minerales como la ilmenita, la anosovita, el rutilo y la pseudobrookita. Las minas que contienen minerales de titanio están ampliamente distribuidas y son muchos los países que poseen depósitos explotables.

El titanio en estado metálico es un material alotrópico, es decir, puede existir en más de una forma cristalográfica. A temperatura ambiente presenta una estructura hexagonal compacta (fase α) cuya densidad es de 4.5 g/cm³. Sin embargo, a temperaturas superiores a 885 °C sufre una transformación reversible a la

estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β) con una densidad de 4.4 g/cm³ Fig. 58. En estado puro, el titanio presenta una resistividad eléctrica en el rango 0.4 - 0.6 $\mu\Omega\text{m}$, un valor bajo comparado con el de otros metales. En cuanto a sus propiedades térmicas, el calor específico a presión constante es de 0.528 J/g°C, la conductividad térmica es de 17 W/m°C, el calor latente de fusión es de 435.4 J/g, la temperatura de fusión, de 1670°C y, por último, la de ebullición, de 3260°C. El titanio puro es un material rígido y dúctil, que presenta un gran módulo de elasticidad (108 GPa) y una elevada resistencia a la tracción (103 MPa), además de ser muy tenaz. Sin embargo, adolece de una baja resistencia al desgaste debido al bajo valor de la relación de los parámetros de red c/a (1.59) típico de las estructuras hcp. Por este motivo, el titanio comercialmente puro (cp) consiste en titanio del 98.635-99.500% de pureza al que se le añaden impurezas intersticiales de C, H, O, N, Fe y otras que disminuyen su reactividad y, además, incrementan la relación c/a , mejorando así sus propiedades mecánicas[13]



Figura. 60. Estructuras cristalinas del titanio (fases α -Ti y β -Ti).

6.3 Dióxido de titanio (TiO₂).

El TiO₂, debido al amplio espectro de aplicaciones tecnológicas en el que es empleado, es el óxido de titanio por excelencia. Este óxido, también alotrópico, se encuentra de forma natural en tres fases cristalinas: la brookita (romboédrica), la anatasa y el rutilo (ambas tetragonales) (figura 59 c y d). La brookita y la anatasa son fases meta estables, mientras que el rutilo es un material termodinámicamente muy estable. A estas fases hay que añadir otras dos, el TiO₂-II (ortorrómbico) y el TiO₂-III (hexagonal), obtenidas sintéticamente en condiciones de muy alta presión, que presentan durezas extremadamente elevadas La Tabla 9 muestra los

parámetros de red así como algunas de las propiedades físicas de la brookita, la anatasa y el rutilo.

Estas fases presentan elevada resistividad eléctrica, considerable dureza, estimada en el rango 5 - 6.5 en la escala de Mohs, son transparentes en el espectro visible (ancho de banda prohibida entorno a 3 eV), birrefringentes y con los mayores valores de índice de refracción de los óxidos conocidos. La brookita es muy difícil de obtener de forma artificial. Recientemente se ha conseguido sintetizarla en forma de capa fina. Es también conocido que, entre los 750°C y los 1000°C, la anatasa sufre una transición de fase irreversible a rutilo. La anatasa y el rutilo merecen una mención aparte, dada la gran cantidad de propiedades físico-químicas que les confieren un enorme interés tecnológico. [13]

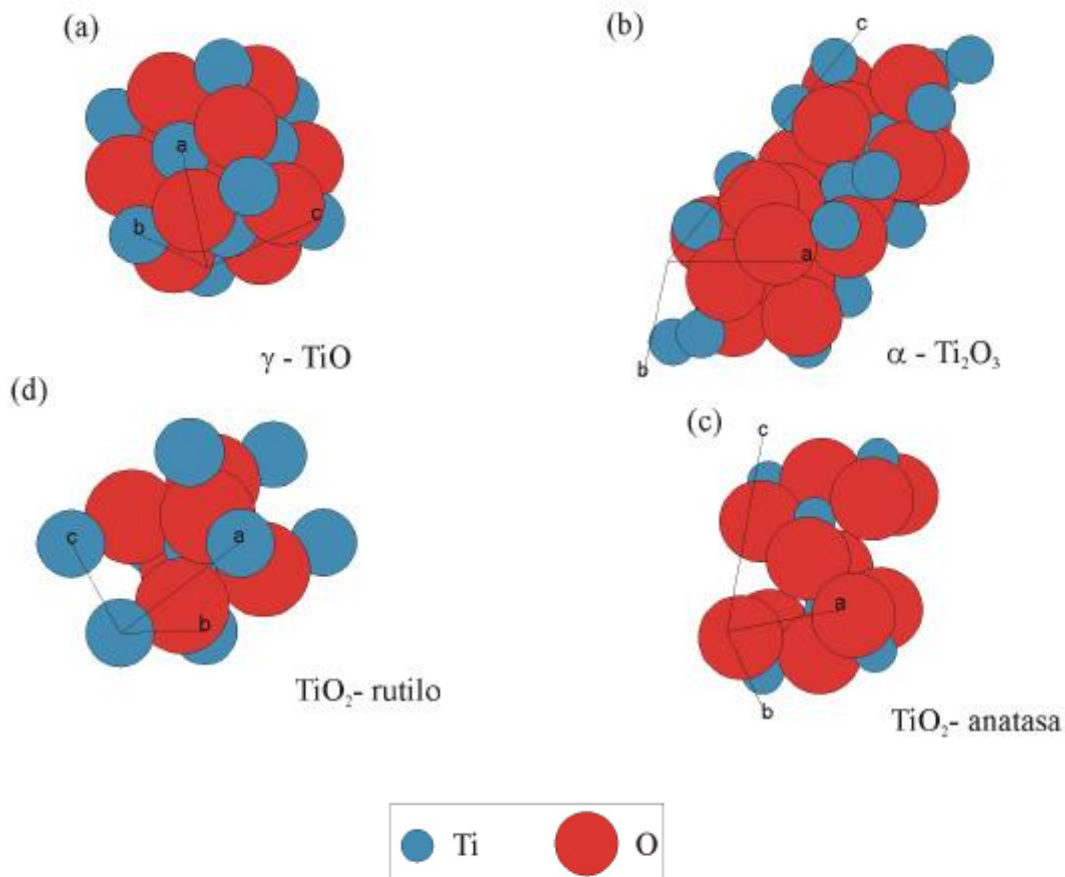


Figura 61. Estructura cristalina de varios óxidos de titanio: (a) γ -TiO, (b) α -Ti₂O₃, (c) TiO₂-anatasa y (d) TiO₂-rutilo.

El TiO₂ presenta en su forma natural en un color gris. Debido al elevado valor de su índice de refracción, partículas sub-micrométricas de TiO₂ en dispersión proporcionan al material un olor blanco mate que hacen que sea utilizado como pigmento en prácticamente todo tipo de pinturas. Igualmente, su uso es también muy extendido en la óptica de capas finas para realizar capas anti reflejantes, espejos dieléctricos para láseres y filtros interferenciales. La elevada permitividad dieléctrica de este material ($\epsilon_r = 110 - 117$) permite que, en forma de capa de pocos nanómetros de espesor, sea uno de los mejores candidatos a reemplazar el SiO₂ en la puerta de los transistores MOSFET [Samara, Ha2]. A pesar de no ser materiales magnéticos, capas finas de anatasa y rutilo dopadas con una pequeña cantidad de Co son ópticamente transparentes, semiconductoras y ferro magnéticas a temperatura ambiente. Estas características las convierten en candidatas ideales para ser utilizadas en dispositivos electrónicos basados en el espín. Capas finas de TiO₂ nano cristalino son también utilizadas en dispositivos electro crómicos, por ejemplo, en espejos y displays. El rutilo es de gran importancia en el proceso de osteo integración de los implantes médicos de titanio. De modo natural, al exponer el titanio al oxígeno, se forma una capa continua de rutilo nativo de pocos nanómetros de espesor que lo recubre completamente. Este óxido es muy estable, adherente, biocompatible y presenta buenas propiedades mecánicas. [13]

Tabla 9. Algunas propiedades físicas del TiO₂.

	Parámetros de red (Å)			Densidad (g/cm ³)	Temperatura de fusión (°C)	Resistividad eléctrica (Ωm)	Índice de refracción
	a	b	c				
Brookita	9.18	5.45	5.15	4.14	1825	10 ¹³	2.58
Anatasa	3.79	3.79	9.51	3.89	1825	10 ¹³	2.55
Rutilo	4.59	4.59	2.96	4.25	1855	10 ¹³	2.62

6.4 Titanato de bario.

El titanato de bario, BaTiO₃, es hasta la fecha el material ferroelectrico mas investigado. Es extremadamente interesante, desde el punto de vista del estado solido, debido a que su estructura es mas simple que la de cualquier otro ferroelectrico conocido. Entre las propiedades mas sobresalientes que presenta el BaTiO₃ se pueden destacar su estabilidad tanto química como mecánica, sus propiedades ferroelectricas a temperatura ambiente y su facil sintetizado considerando su uso como cerámica poli cristalina El BaTiO₃ es ampliamente usado en la fabricación de dispositivos piezoelectricos, elementos electro-opticos, capacitores cerámicos y resistores PTC. Es conocido que los ceramicos de BaTiO₃ presentan una alta constante dieléctrica y exhiben interesantes propiedades semiconductoras cuando ellos son modificados utilizando aditivos adecuados

El método clasico de síntesis de los polvos cerámicos de BaTiO₃ exige mezclar y tratar térmicamente carbonato de bario (BaCO₃) y oxido de titanio (TiO₂). El proceso implica una serie de etapas que impiden alcanzar el grado de pureza y homogeneidad que requieren muchas de las aplicaciones tecnológicas actuales. Para obtener el BaTiO₃, por el método convencional, se promueve la reacción en estado solido entre el BaCO₃ y el TiO₂. El BaCO₃ es un compuesto muy estable y su descomposición térmica, en presencia de TiO₂, comienza a temperaturas del orden de 700 °C. De igual forma, el hecho de que la reacción se produzca por difusión de Ba⁺² requiere de altas temperaturas, por encima de 1000 °C y tiempos de reacción largos para la obtención del BaTiO₃, lo que lleva a la aparición de segundas fases cristalinas remanentes.[16].

6.5 Método de precursor polimérico Pechini

el método utilizado ampliamente debido a que permite controlar la estequiometria y composición de un sistema, garantizando una mezcla intima de los iones, permitiendo además control sobre el tamaño de grano [14].

El proceso Pechini, también denominado mezcla de líquidos, resina intermedia o complejo polimerizable, es un método que permite, de manera general, obtener un polímero homogéneo órgano-metálico en el cual el metal se ubica en la cadena principal de polímero. El proceso utiliza la capacidad de ciertos ácidos débiles (ácido piroxicarboxílicos α) de formar quelatos ácidos polibásicos con cationes de los elementos Ti, Zr, Cr, Mn, Ba, La, Sn, etc. Los quelatos que se forman pueden experimentar poliesterificación al calentarlos en presencia de un alcohol polihidroxílico generando un polímero transparente, resina, en la que los cationes estarían distribuidos uniformemente. La resina retiene la homogeneidad, a escala atómica, de los iones del sistema debido a su alta viscosidad y al calcinarla a una temperatura relativamente baja, entre 500 y 650°C, se obtienen óxidos con partículas finas y una composición química que ha sido controlada de manera precisa durante el proceso.

Comúnmente, en el proceso Pechini, se utiliza una solución de ácido cítrico y etilenglicol de tal manera que la quelación del metal, que ocurre también por la acción de la temperatura, se puede esquematizar así:

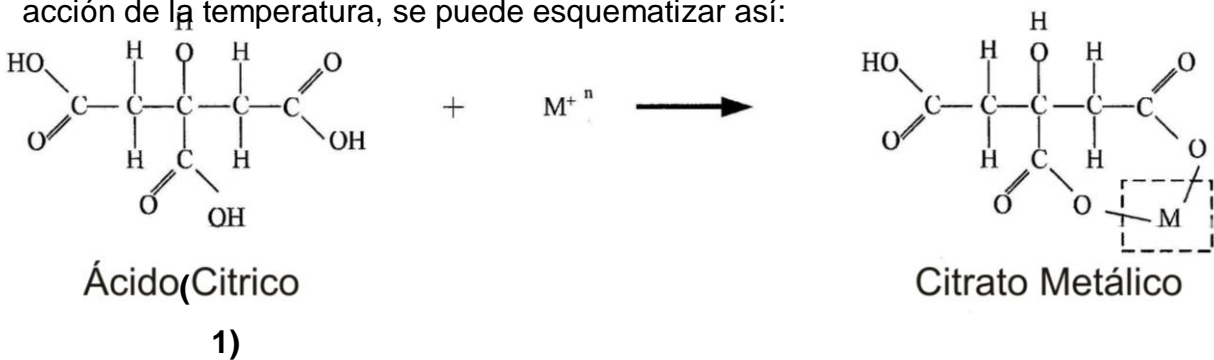


Figura 62: Quelacion mediante acido cítrico.

Por otro lado, la poliesterificación del citrato metálico con el etilenglicol, que también ocurre por acción de la temperatura se puede representar así [14].

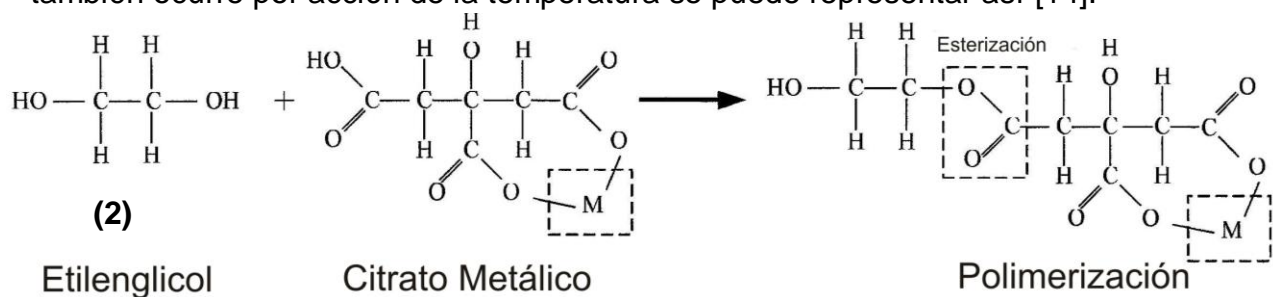


Figura 63: Polimerización del citrato metálico.

En la práctica no se ha determinado si las reacciones (1) y (2) ocurren simultáneamente o en secuencia. El calentamiento de la solución se debe realizar continuamente hasta que toda el agua y el ácido acético se destilen dando como resultado el polímero. Aparentemente, la presencia del grupo hidróxido α , del ácido carboxílico en el ácido cítrico, es muy importante porque permite la reacción del ion metálico con el grupo ácido de manera completa. Si esta reacción no ocurre de manera completa se produciría la precipitación del ion metálico que no reaccionó, ocasionando segregación del metal en el sistema.

En el trabajo de Fang y Tsay se hace evidente que la esterificación tiene una gran influencia sobre la reacción entre el ion del metal, M^{+n} , y el ácido cítrico. Por otro lado, se conoce que la esterificación del ácido cítrico y el etilenglicol, y la formación del citrato metálico, depende del valor del pH al que los procesos fisicoquímicos ocurren en la solución precursora. Específicamente en la obtención de $BaTiO_3$, por el método Pechini, Khmer y Messing consideraron que la formación de este compuesto no era afectada significativamente por el pH, mientras que Fang y Tsay encontraron que el valor de este parámetro afectaba tanto la formación del citrato metálico como de la resina. [14].

6.6 Conformación de la Resina de TiO_2 :

Se calentó el etilenglicol ($C_2H_6O_2$ Fischer, 99.9%) en un vaso de 250 ml. Hasta una temperatura de $70^\circ C$, con la finalidad de favorecer la disolución del ácido cítrico por ello este permanece en constante agitación, cuando comienza a evaporar se agregó ácido cítrico ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ Merck, 99.5%) y se sigue agitando y se deja enfriar, posteriormente se agregó TBT (tetrabutoxido de Titanio), se siguió agitando, este se llevó hasta un pH de 9.5 con hidróxido de amonio NH_4OH , ya lista la mezcla se calienta aproximadamente 1 hora con 30 minutos hasta que quede una resina oscura que es lo que se conoce en la

práctica como Pechini, seguido se colocó en el horno con la finalidad de quemar la parte orgánica de la resina, formándose así el TiO_2 (óxido de titanio), después se coloca a secar en una estufa a 250°C durante 24 horas, saliendo primero el hidróxido de amonio, y obteniéndose así un conformado seco de color oscuro en forma de globo, el cual se despegó del vaso de 250 ml. Quedando de esta forma listo el compuesto para escoger el proceso térmico adecuado para la obtención de la fase, en nuestro caso se escogió 450°C para obtener la fase anatasa del TiO_2 . Y con ello realizar la verificación del comportamiento del horno como lo hemos indicado previamente.

6.7 Conformación de la Resina de BaTiO_3 :

Para la síntesis del titanato de bario se mezcló etilenglicol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ Fischer, 99.9%) con ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Merck, 99.5%) en una relación molar 4:1, a una temperatura de 70°C , a la que se mantuvo el sistema hasta obtener una solución transparente que posteriormente se dejó enfriar. Simultáneamente en 50 mL de etanol se diluyó tetrabutóxido de titanio (TBT) en continua agitación para evitar que se forme un precipitado; esta solución de TBT-Etanol se adicionó lentamente a la solución de ácido cítrico-etilenglicol. Aparte se disolvió la sal de bario, acetato o carbonato de bario, en 100 mL de agua acidulada con 0.5 N de ácido nítrico y en continua agitación. Esta solución, que contenía al precursor de Ba, se agregó a la solución inicial y se mantuvo la agitación por 5 min. Para evaluar el efecto del pH tanto la solución obtenida utilizando acetato como carbonato de bario se llevó a pH 9 adicionando 2 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH), Posteriormente se hace un procedimiento de secado en una estufa tal cual como se menciona anteriormente y después se realizó un tratamiento térmico a 650°C durante dos horas y se obtuvieron infrarrojos para verificar la conformación del titanato de bario.

6.8 Análisis de Resultados

Siguiendo con la metodología a continuación se muestra el espectro del óxido de titanio (TiO_2).

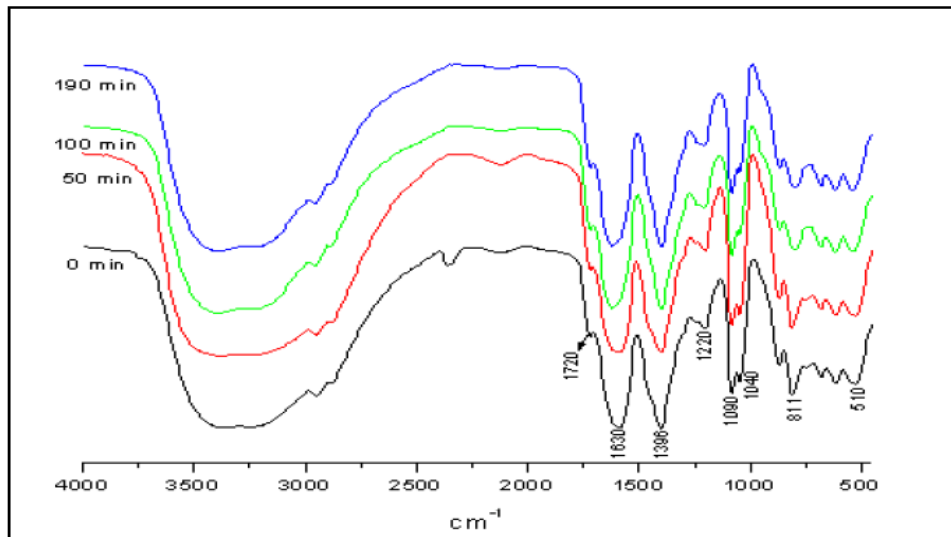


Figura 64. Espectros IR correspondientes a la resina del sistema de Ti a pH 9.5, en diferentes instantes de la etapa de calentamiento, temperatura de poliesterificación (80°C)[17].

El espectro mostrado en la figura anterior es uno de los cuales se utilizó para comparar lo obtenido por nosotros en el proceso térmico que se le realizó a este material. Cabe notar que el espectro corresponde a un proyecto que se desarrolló en el laboratorio de CYTEMAC para COLCIENCIAS.[17]

Debido a que en la elaboración de la resina se utilizaron diferentes reactivos estos son evidenciados en el espectro obtenido en la figura 64 se presentan bandas provenientes de los reactivos de partida como son: bandas a $\sim 1040\text{-}1090 \text{ cm}^{-1}$, del etilenglicol, las cuales corresponden al (O-H) de un alcohol secundario en modo de torsión. Se presentan bandas que indican el avance de las reacciones de poliesterificación tal como la ubicada a ~ 1720 que corresponde al modo de tensión del grupo éster [17]

Otras bandas de interés son las que se asocian al enlace C-O en modo de tensión que ubicadas a 855 y 861 cm^{-1} . Las bandas a 1220 cm^{-1} y $\sim 1400 \text{ cm}^{-1}$ corresponden al O-H de un alcohol, modo de torsión, y al CH₃-C para un metilo en modo de torsión, respectivamente. Las bandas a 558 y 643 cm^{-1} corresponden a los enlaces formados entre el oxígeno y el titanio, O-Ti-O.[17]

Además de considerar el anterior espectro se considerará también el reportado por otros autores, a continuación se presenta este resultado:

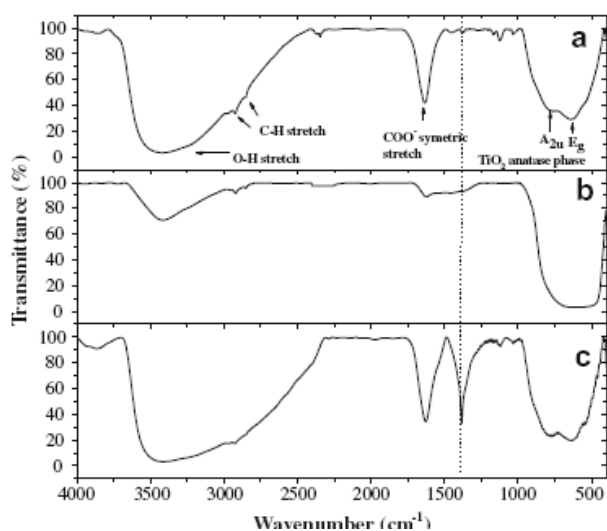


Figura 65: Espectro IR (a) preparación del TiO₂, (b) TiO₂ tratado a 450°C (c) composición del Ag-TiO₂ [18]

Donde nos interesa la parte b, que muestran el tratamiento del TiO₂ 450°C. a continuación mostramos los resultados obtenidos por nosotros, para el TiO₂ con su respectivo tratamiento térmico.

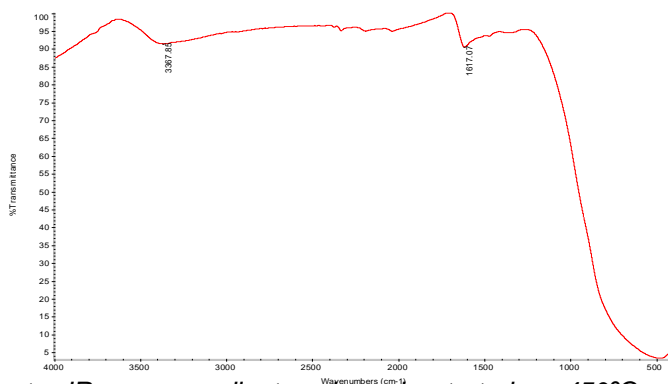


figura 66: Espectro IR correspondiente a la resina tratada a 450°C para la obtención de la fase anatasa.

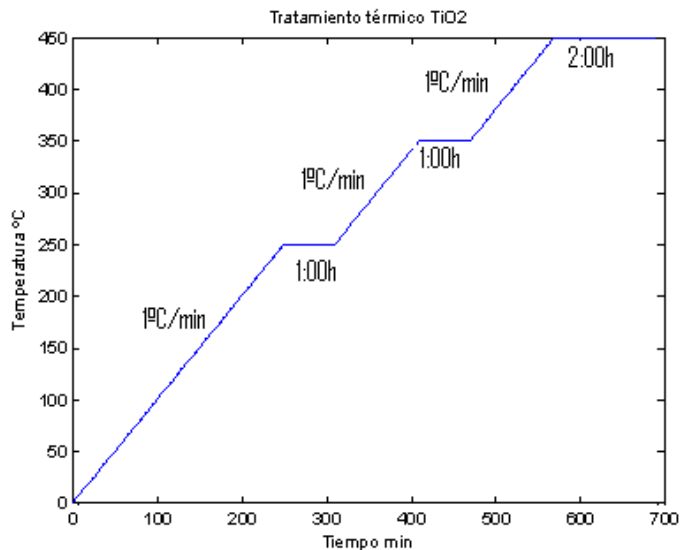


Figura 67 : Tratamiento térmico para la obtención de la fase anatasa a partir del TiO_2 .

En la figura 67 podemos ver el correspondiente tratamiento térmico al que fue expuesto la resina después de su obtención, en la grafica también se ven la condiciones con la que se trato térmicamente el material, estas condiciones fueron tomadas considerando trabajos anteriormente realizados con los que se han obtenido buenos resultados.

Observando la figura 66 encontramos a 1720 cm^{-1} corresponde al modo de tensión del grupo éster además se puede ver que los picos mas importante mencionados 558 y 643 cm^{-1} corresponden a los enlaces formados entre el oxígeno y el titanio, O-Ti-O. y se ve que esta es una banda ancha que era lo que esperaba obtener puesto que esta es característica de los óxidos inorgánicos, si vemos la figura 66, se evidencia la presencia de esta banda pero no se ve el pico mas angosto debido a que el equipo con el que cuenta el departamento de química de la universidad del cauca el rango que esta entre $4000-500\text{cm}^{-1}$, adicionalmente a eso podemos ver la figura 58 c. donde se muestra un espectro típico reportado en la literatura donde se ve la banda ancha de la que se ha estado haciendo mención alrededor de 500cm^{-1} .

Por otro lado si comparamos el espectro tomado con el mostrado en la figura 65, se puede ver que estos guardan gran similitud y además se puede concluir que la calcinación fue exitosa debido a que no hay picos que nos indiquen que hay presencia de agua.

Espectroscopia Infrarroja para el BaTiO₃

observando la figura 59 tenemos que evidentes las bandas a 3448 y 1630 cm⁻¹ correspondientes a $\nu(\text{OH})$ y al modo de flexión del grupo H-O-H del agua, la ubicada a 3135 cm⁻¹ del NH₄⁺, la del grupo -OH asociado al carboxilo, 2422 cm⁻¹, la banda a 1769 cm⁻¹ correspondiente al NO₃⁻ libre^[7], las ubicadas a 1387, 820 y 731 cm⁻¹ que dan información sobre un complejo NO₃⁻ unidentado, flexión del OH y al modo $\nu(\text{COO})$ y las bandas a 682 y 570 cm⁻¹ asociadas al TiO₂ tipo anatasa que aún no ha reaccionado. Se nota que a pH bajos se incrementa la presencia de grupos funcionales a bajo número de onda donde estarían los modos vibracionales M-O y M-OH con (M = Ti, Ba), los cuales son importantes a la hora de la conformación de nuestro compuesto de interés.[16]

para el tratamiento térmico del BaTiO₃ se realizó la siguiente rampa en horno diseñado:

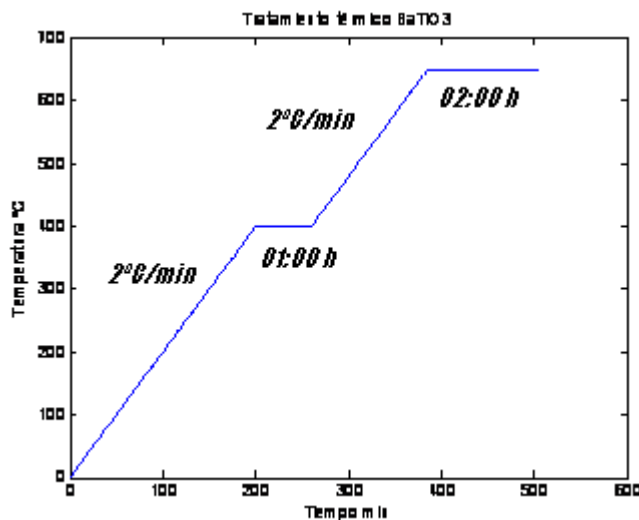


Figura 68: Tratamiento térmico realizado a la resina de BaTiO₃.

Con ello se obtuvo el siguiente espectro:

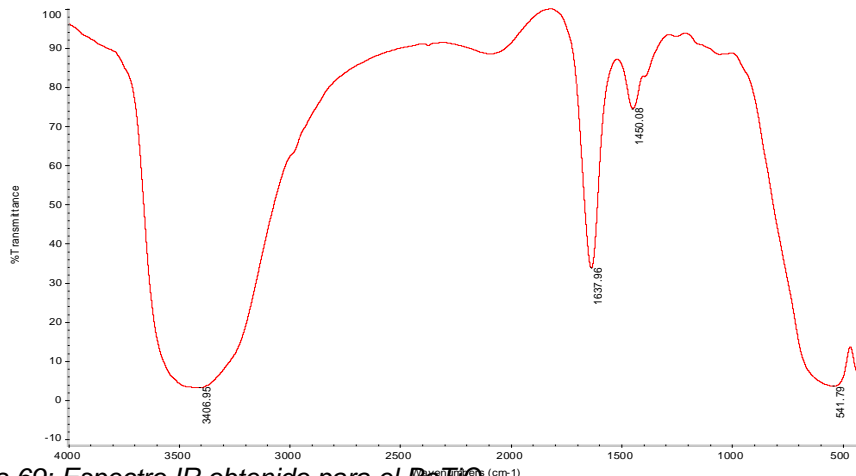


Figura 69: Espectro IR obtenido para el BaTiO₃.

Observando la figura 69, podemos ver que en 3406 y 1637 cm^{-1} correspondientes a $\nu(\text{OH})$ y al modo de flexión del grupo H-O-H del agua, lo cual evidencia algo de humedad en la muestra, además a 1380 cm^{-1} obtenemos una banda que dan información sobre un complejo NO_3^- , debido a que este compuesto tiene Titanio también se hace evidente la formación de la fase anatasa la cual se muestra en la banda ancha a 541 cm^{-1} , el cual puede ser comparado en la figura 58.

Por otro lado si se compara la forma del espectro obtenido para el BaTiO₃, con el mostrado en al figura 59 se puede ver que el tratamiento térmico que corresponde a 500°C muestra gran similitud con el obtenido por nosotros.

Analizando los resultados obtenidos y comparándolos con los resultados que ha dado el laboratorio CYTEMAC, y complementándolos con los reportados por distintos autores que conocen del tema, podemos concluir que el horno realizado para la sinterización de materiales cerámicos en realidad cumple su función y que este equipo a diferencia de los otros adquiridos por el laboratorio esta calibrado de acuerdo a las condiciones ambientales y de trabajo con las que cuenta el laboratorio de CYTEMAC de la Universidad del Cauca.

CONCLUSIONES:

Se puede concluir que la diferencia que se ven en las curvas de pérdida de masa con relación a los días esta muy afectada por la humedad con la que cuenta el ambiente, la cual en la ciudad de Popayán es muy elevada.

En las muestras de la figura 11 y 12 se ve una pérdida de masa exponencial, pero las muestras que se muestran en la figura 13 y 16 se ve que tienen una pérdida de masa aproximada a una forma lineal. Esto se puede explicar por que en los días en los que se realizaron eran días muy lluviosos y el material estuvo húmedo durante mucho días, a diferencia de los primeros días de las trituradas y sin trituradas.

En las tablas 3 y 4, se esperaba que los datos obtenidos de masa, después de salir de la estufa sean los mismos antes de entrar al horno al proceso térmico, pero esto no ocurre y es debido a que las muestras están siendo hidratadas por la atmósfera lo que se evidencia en la pequeña ganancia de masa que se presenta.

Cuando se revisan las 18 a 21 se puede observar que estas presentan una serie de fisuras después del tratamiento térmico, lo cual es debido a que las muestras estaban secas en su exterior pero en el interior conservaban humedad, lo cual ocasiona estas fisuras cuando esta agua se inicia a evaporar, otro aspecto muy importante es que los moldes que se tenían eran demasiado lisos en sus parte inferior, y en esta parte se presentaba mayor numero de fisuras, por ello se decidió cambiar de moldes y de método de secado.

Se puede observar en las figuras 24 y 25 que los mejores resultados se obtienen con 2.1ml de agua en 10g. de cemento CONCRAX 1500.

Se presenta un mejor secado cuando se trata de estabilizar la temperatura, que fue lo que se procuró con el acercamiento al horno en el secado del cemento.

Utilizando como cantidad de agua 3ml, se obtienen muy malos resultados puesto que los bloques presentan una serie de fisuras muy notorias cuando se expone a altas temperaturas como se muestran en las figuras 18 a 21. Por otro lado analizando con 1.5 ml. Los resultados son mejores que con 3ml pero no son los más óptimos, cabe notar que esta es la relación que señala el fabricante de cemento, y que no se acomoda a lo requerido por efectos ambientales.

Cuando se observa en el estereoscopio las muestras finales mostradas en la figura 24, se vio que prácticamente no presentan fisuras, lo cual indica que el cambio de método de secado funcionó satisfactoriamente obteniendo así la cantidad de agua ideal y el método de secado adecuado.

La etapa de potencia es una de las más importantes del proyecto puesto que de esta depende el adecuado funcionamiento del horno, por lo cual se requiere que esta sea confiable y que no se fuerce frente al aumento de temperatura al cual será expuesto el equipo y es de vital importancia identificar correctamente el cruce por cero de la señal AC, puesto que si no se hace este no se podrá realizar el respectivo control de potencia.

Lo más conveniente cuando se trabaja con elemento de alta potencia es hacer una previa simulación y conocer de ante mano el respectivo comportamiento del sistema antes de montarlo debido a que la corriente que maneja es del orden de los Amperios por lo cual debe ser manipulada con mucha precaución.

Se debe tener en cuenta la sensibilidad de los dispositivos como el moc 3022 pues este dispositivo electrónico recibe corrientes no superiores a 10mA. Y el Triac BTA40 600B es disparado con corrientes superiores a 50mA, de no controlar esto

sería imposible el montaje adecuado del sistema de potencia del horno, lo cual nos lleva a manipular un control de fase para poder disparar adecuadamente el dispositivo de acuerdo a la potencia requerida para la obtención de la temperatura deseada.

El adecuado funcionamiento del horno se comprobó sinterizando el TiO_2 y el BaTiO_3 obteniendo la fase anatasa para el óxido de titanio y los picos característicos respectivamente para el Titanato de bario, siguiendo reportes de la literatura y trabajos previos realizados en el laboratorio de CYTEMAC que indican que la fase anatasa del óxido de titanio se obtiene realizando tratamientos térmicos a 450°C y los picos característicos del Titanato de bario a 600°C , durante dos horas, estos resultados fueron verificados realizando infrarrojos y comparándolos con trabajos de grado que están llevando a cabo en este momento y que trabaja con las mismas características de sinterización, además es muy importante realizar las pruebas adecuadas al laboratorio para el cual se diseñó y construyó el equipo que cumpla con las especificaciones requeridas.

Analizando los resultados obtenidos y comparándolos con los resultados que ha dado el laboratorio CYTEMAC, y complementándolos con los reportados por distintos autores que conocen del tema, podemos concluir que el horno realizado para la sinterización de materiales cerámicos en realidad cumple su función y que este equipo a diferencia de los otros adquiridos por el laboratorio está calibrado de acuerdo a las condiciones ambientales y de trabajo con las que cuenta el laboratorio de CYTEMAC de la Universidad del Cauca.

En el desarrollo del proyecto se evidencia que es fundamental el uso de herramientas de programación, que permitieron la construcción y simulación de la técnica de control utilizada, lo cual permitió predecir el comportamiento que tendría el controlador a medida que el horno aumente su temperatura.

Esta técnica de control se enfoca en mantener lo mas estable posible el cambio de rampa a escalón, que como se puede observar en las simulaciones fue en lo que se enfatizó, puesto que el sostener la temperatura de forma exacta y confiables es lo en verdad se requiere en el laboratorio de CYTEMAC para la sinterización de materiales cerámicos.

El comparar espectros teóricos, prácticos y obtenidos en las condiciones de trabajo es de vital importancia para poder concluir que el equipo diseñado cumple con lo requerido y que es apto para ser utilizado en el laboratorio para el trabajo cotidiano que en el se desarrolla

Con los resultados favorables mostrados en la verificación del horno con control de temperatura, se concluye que este equipo funciona adecuadamente para los tratamientos de sinterización y caracterización de materiales y es un equipo apto y que será de mucha ayuda para facilitar los trabajos que en el laboratorio de CYTEMAC se están desarrollando y para los futuros trabajos que en este laboratorio se desarrollen futuramente.

BIBLIOGRAFIA:

[1] A, Luengo, Romero, Cerámica artística y acuarela.

[2] Calvet Dr. Enrique, Química general aplicada a la industria con prácticas de laboratorio, Tomo II, segunda edición, imprenta hispanoamericana SA, Barcelona España. 1947, Pgs; 160, 165, 170, 171.

[3] Termocuplas revestidas, KOBOLD Messring GmbH Nordring 22-24, D-65719 Hofheim/Ts. _ (06192) 299-0 Fax (06192) 23398 E-mail: info.de@kobold.com Internet: www.kobold.com

[4] Katsuhiko Ogata, Sistemas de control en tiempo discreto, segunda edición, editorial Prentice Hall Hispanoamericana SA, 1996, PAGINAS 24, 25, 37, 39, 40

[5] Ronald Hurtado: Diseño y construcción de un controlador de temperatura para un horno utilizado en el proceso de caracterización y calcinado de la cascarilla de arroz,. Universidad del Cauca. Ingeniería física 2006, Pagina 36, 37.

[6], Miguel Adolfo López Ortega, Diseño e implantación de un sistema de refrigeración de recirculación de agua para equipos de laboratorio., Universidad de Cauca ,ingeniería física 2007. Págs. 61, 62.

[7] Maxim *DS1302 Trickle-Charge Timekeeping Chip*, USA, Maxim Integrated Products, 2005.

[10] semiconductor MOC3041, Zero-Cross Optoisolators Triac Driver Output, (250/400 Volt Peak), Data sheet, Fairchild semiconductor, junio del 2005.

[11] Litterfuse Triacs Q4015L5, *Littelfuse, Inc,2004*

[12], Katsuhiko Ogata ingeniería de control moderno, segunda edición, editorial hispano América S.A,1993, Pag. 654,653,655,195

[13] Ángel Pérez del Pino, coloración del Titanio mediante el tratamiento superficial del oxidación con laser, Memoria presentada para optar al grado de Doctor Barcelona, Universidad de Barcelona departamento de física aplicada a óptica, Av. Diagonal, 647, 08028 Barcelona, noviembre de 2003, Pags. 14,15,16,20,21,22,

[14]. A. Mosquera^{1*}, J.E. Rodríguez Páez, obtención de nano-estructuras bi-dimensionales de SnO₂ utilizando el método pechini: estudio de la conformación de la resina,1. Grupo cytemac. Departamento de física/facened. Universidad del Cauca. Calle 5 # 4-70.Popayán – Cauca / Colombia.Tel. 57-8209800 Ext 2410. Fax 578209860. *E-mail: aamosquera@unicauca.edu.co*

[15] Israel Lugo Cárdenas¹, Luís Roberto Reyes Romero¹, Otto Yhoda Álvarez Devars¹, Blanca Mireya Ramírez Salgado¹, Juan Reyes Reyes², Regulación De La Distancia De Un Móvil Electromecánico A Una Fuente , Luminosa, departamento de Sistemas y Computación del Instituto Tecnológico de Zacatepec Ingeniería en Sistemas Computacionales.

[16] Claudia Fernandez Perdomo, Edison Rivera Figueroa, Jorge Rodriguez Paez, BaTiO₃ obtenido por el método de coprecipitación ,batio₃ obtained by coprecipitation method, recibido para revisar octubre 10 de 2007, aceptado febrero 25 de 2008, version final marzo 12 de 2008, grupo cytemac, Departamento de física, Universidad del Cauca.

[17] Yeimi milena franco pachón ,obtención y caracterización de recubrimientos de dióxido de titanio por el método de precursor polimérico (pechini) y estudio preliminar de su uso como agente oxidante, Universidad del Cauca, facultad de ciencias naturales exactas y de la educación, departamento de química ,popayán,2009

[18] J. García-Serrano a, E. Gómez-Hernández b, M. Ocampo-Fernández c, U. Pal,Effect of Ag doping on the crystallization and phase transition of TiO₂ nanoparticles,a Centro de Investigaciones en Materiales y Metalurgia, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carretera Pachuca Tulancingo Km 4.5,Mineral de la Reforma, Hidalgo, C.P. 42184, Mexico,b Universidad Popular Autónoma del Estado de Puebla, 21 sur 1103, Col. Santiago, C.P. 72410, Puebla, Pue., Mexico,c Instituto de Física, Universidad Autónoma de Puebla, Apdo. Postal J-48, Puebla, Pue. 72570, Mexico