



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

DIVISIÓN DE INGENIERÍA MECÁNICA E INDUSTRIAL

*“PARÁMETROS DE PROCESAMIENTO EN
MATERIALES TERMOELÉCTRICOS BASADOS EN
ALEACIONES MAGNESIO ESTAÑO”*

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECATRÓNICO

PRESENTA:

MARCELA RAMÍREZ MENDOZA

DIRECTOR DE TESIS:

DR. JESÚS MANUEL DORADOR GONZÁLEZ

MÉXICO D.F.

ENERO 2015

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por ser mi Alma Máter.

A la Facultad de Ingeniería, por permitirme formar parte de sus aulas y así formarme en lo personal y profesional.

A mis maestros por compartir sus conocimientos y experiencias. Mismos que me enriquecieron y fueron indispensables para culminar con esta etapa de mi vida.

A mi tutor el Dr. Jesús Manuel Dorador por las enseñanzas brindadas a lo largo de mi trayectoria como estudiante de Ingeniería Mecatrónica y por su confianza para el desarrollo de este proyecto.

Al Dr. Álvaro Ayala porque sus consejos me han ayudado a crecer como persona y seguir adelante.

Al Dr. Adrián Espinosa por darme la oportunidad de participar en uno de los proyectos más importantes de mi vida.

Al Dr. Guillermo Aguilar por confiar en mí y permitirme ser parte de una de las experiencias más enriquecedoras tanto a nivel personal como profesional.

Al Dr. Javier Garay por permitirme ser parte de su grupo de trabajo y apoyarme en todo momento durante mi estancia de verano.

I want to thank to Anthony Fong to be my mentor through this adventure. I glad to have the opportunity to work with somebody so intelligent and patient like you.

Thank you to the AMPS Lab Group to be my friends. You made me feel at home.

El genio es un uno por ciento de talento, y un noventa y nueve por ciento sudor.

Thomas Alva Edison

(1847-1931) Inventor estadounidense.

Sonríe y vive por tus sueños.

Marcela Ramírez Mendoza

DEDICATORIAS

A Dios por ser el pilar de mi vida y darme las fuerzas para seguir adelante.

A mi papá Marcelino Ramírez por enseñarme que la vida no es tan sencilla como parece.

A mi mamá Ángela Mendoza por ser mi eterna confidente y amiga.

A mi hermana Olga Ramírez por ser más que eso. Por ayudarme a soñar pero también a mantener los pies en la Tierra.

A mis familiares que siempre me han ayudado y han tenido una palabra de aliento para mí. Pero sobre todo, quiero agradecerte a ti porque siempre me has apoyado y has permitido que muchos de mis sueños se hagan realidad.

A mis amigos con los que he pasado de todo. Gracias por esas horas de risa sin control.

Sonríe y vive por tus sueños.

Marcela Ramírez Mendoza

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	6
1 INTRODUCCIÓN.....	9
1.1 Efecto Seebeck y Peltier	11
1.2 Figura de mérito y desempeño termoeléctrico	12
1.3 Dispositivos termoeléctricos.....	15
1.3.1 Generadores termoeléctricos	15
1.3.2 Temperaturas extremas.....	17
1.4 Técnica CAPAD	19
1.4.1 Aparato CAPAD.....	20
2 TÉCNICA DE MEDICIÓN	22
2.1 Método de 4 puntas para la determinación de la conductividad eléctrica (método Kelvin) ..	23
2.2 Circuito	26
2.3 Corroborando el funcionamiento del circuito	30
3 DESCRIPCIÓN DEL EXPERIMENTO	35
3.1 Preparación de la muestra.....	35
3.1.1 Proceso de preparación	37
4 RESULTADOS.....	45
4.1 Difracción de rayos X (X-Ray Diffraction XRD)	45
4.2 Propiedades eléctricas.....	46
4.3 Análisis de resultados	49
5 CONCLUSIONES Y TRABAJO A FUTURO	54
ANEXOS	58
Anexo 1.....	58
Amplificadores operacionales.....	58
Símbolo y terminales del circuito.....	58
Ganancia de voltaje en lazo abierto.....	59
Amplificador inversor	60
Anexo 2.....	61
Anexo 3.....	64
Anexo 4.....	66

Programa en LabVIEW.....	67
BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS.....	71

RESUMEN

El presente trabajo muestra la investigación sobre los materiales termoeléctricos, específicamente la aleación magnesio–estaño (Mg-Sn), realizada durante mi estancia de verano en la Universidad de California, Riverside; dentro del programa “Mentoring Summer Research Internship Program”. Dicha estancia representa el esfuerzo de la Facultad de Ingeniería (UNAM) y la Universidad de California, Riverside para introducir a los jóvenes universitarios a la investigación.

Los dispositivos termoeléctricos (thermoelectric TE) son dispositivos en fase sólida capaces de producir energía eléctrica a partir de un gradiente térmico y viceversa. Los materiales termoeléctricos tienen aplicaciones especializadas en la generación de energía, tales como la recuperación del calor de escape en la industria automotriz y los generadores termoeléctricos de radioisótopos para naves espaciales. También pueden ser utilizados para la refrigeración tales como los enfriadores portátiles y la refrigeración de componentes en electrónica.

Los materiales termoeléctricos actuales de alto desempeño se componen de elementos raros y tóxicos (Pb,Te, etc.) que limitan su uso para la producción en masa. Para que un material termoeléctrico pueda ser viable para aplicaciones a gran escala, la eficiencia de conversión térmica a eléctrica debe ser alta.

La conductividad térmica (κ), la conductividad eléctrica (σ) y el coeficiente Seebeck son parámetros altamente dependientes de la composición y la microestructura de los materiales. Estas propiedades, junto con la temperatura de procesamiento (T),

se utilizan en la ecuación: $ZT = \alpha^2 \sigma T / \kappa$ para describir la eficiencia de conversión entre energía térmica y eléctrica.

Debido a su baja toxicidad, estabilidad térmica, baja densidad, abundancia relativa y bajo costo de producción, se examinó la aleación de magnesio-estaño (Mg-Sn) para dilucidar la relación entre las propiedades termoeléctricas, los parámetros de procesamiento y microestructura. Así mismo, se diseñó y fabricó un circuito, y una interfaz que permitiera la adquisición de distintas señales que más tarde servirían para analizar las muestras estudiadas.

Capítulo I

Глґвґе I

Introducción

1 INTRODUCCIÓN

La necesidad de desarrollar nuevas aplicaciones para resolver las problemáticas en las que está envuelto el mundo es uno de los asuntos más importantes que la ingeniería actualmente está tratando de investigar con la finalidad de ir hacia adelante en el desarrollo tecnológico.

Los materiales han sido uno de los más importantes campos de estudio debido a que pueden ser utilizados para encontrar o crear propiedades específicas que son requeridas para dar solución a nuevas aplicaciones.

Recientemente, nuevas aplicaciones están requiriendo de materiales que posean características superiores en comparación con las que actualmente existen.

El interés por los materiales termoeléctricos ha ido en aumento, derivado de la necesidad de aplicaciones termoeléctricas como refrigeración de fase sólida y generación de energía. La generación de energía ha llegado a ser apreciada como un medio atractivo de bajo costo para la conversión de calor en energía eléctrica útil con poco impacto ambiental. Para que un compuesto sea calificado como un material termoeléctrico eficiente, éste debe exhibir el más alto valor de figura de mérito (thermoelectric figure of merit), ZT ; definido como $ZT = \alpha^2 \sigma T / \kappa$; donde κ es la conductividad térmica total, σ es la conductividad eléctrica y α es el coeficiente de Seebeck siendo estos parámetros altamente dependientes de la composición y microestructura de los materiales. Durante la temperatura de operación (T). Un material termoeléctrico debería poseer las propiedades electrónicas de un semiconductor altamente dopado con las propiedades térmicas de un vidrio. Debido

a la interdependencia de los términos electrónicos (κ_e , σ , α) y la significativa contribución de κ_L se dificulta alcanzar valores mayores de ZT que van de 1.0 a 1.5 para cualquier valor de temperatura.

Las aleaciones basadas en el sistema $Bi_2Te_3 [(Bi_{1-x}Sb_x)_2(Te_{1-x}Se_x)_3]$ y el sistema $Si_{1-y}Ge_y$ han sido exhaustivamente estudiadas y optimizadas durante 30 años para su uso como materiales termoeléctricos y así realizar una gran variedad de aplicaciones de refrigeración de fase sólida y de generación de energía.ⁱ

El siliciuro de magnesio y aleaciones relacionadas son atractivas para ser estudiadas pues se componen de elementos abundantes y de bajo costo, además de ser relativamente no tóxicos en comparación con sus homólogos, $PbTe$ y $CoSb_3$ que operan en el mismo rango de temperatura media (400 K a 800 K).ⁱⁱ El magnesio (Mg), los elementos de la familia IV, los compuestos Mg_2Si y Mg_2Sn , y sus aleaciones han sido estudiados como materiales potencialmente termoeléctricos en el rango de media a alta temperatura en los últimos sesenta añosⁱⁱⁱ. Teóricamente estos compuestos pueden alcanzar altos valores de figura de mérito ZT debido a sus grandes masas efectivas, alta movilidad y baja conductividad térmica.^{iv}

Hasta el momento Fedorov y sus colaboradores han reportado un valor para ZT de 1.1 correspondiente a un tipo de aleación $Mg_2Si_{0.4}Sn_{0.6}$.

1.1 Efecto Seebeck y Peltier

A inicios del 1800, Seebeck observó que cuando dos materiales diferentes se unen entre sí y las uniones se llevan a cabo a diferentes temperaturas (T y $T + \Delta T$), una diferencia de potencial ΔV es desarrollada; la cual es proporcional a la diferencia de temperatura (ΔT).^v La proporción de la tensión desarrollada para el gradiente de temperatura ($\Delta V/\Delta T$) está relacionada con la propiedad intrínseca de los materiales llamada el coeficiente de Seebeck, α . El coeficiente Seebeck es muy bajo para los metales (sólo unos pocos $\mu\text{V/K}$) y mucho mayor para semiconductores (típicamente unos cientos $\mu\text{V/K}$).^{vi}

La energía cinética de los portadores en el extremo caliente es mayor que la de los portadores en el extremo frío. Esto provocará una migración de partículas portadoras de carga hacia el extremo frío que no se verá compensada por la migración de portadores del extremo frío hacia el extremo caliente. Aunado a esto, si se tiene en cuenta que en los materiales semiconductores la cantidad de portadores aumenta con el aumento de la temperatura, se establecerá un flujo neto positivo de portadores circulando desde la parte caliente hacia la parte fría del material.

En la mayoría de metales y en los semiconductores de tipo n la conducción es debida a los electrones. De esta manera, al aumentar la energía cinética de las cargas negativas en el extremo caliente del material, se produce una migración de las cargas hacia el extremo frío, cuya acumulación crea un potencial negativo. En los semiconductores de tipo p y en metales como el aluminio se produce la

migración de portadores positivos hacia el extremo frío, creando un potencial positivo.^{vii}

Por otra parte, el efecto Peltier fue descubierto pocos años después por Peltier^{viii} quien observó que cuando la corriente eléctrica pasa a través de la unión de dos materiales diferentes, energía en forma de calor es absorbida o rechazada en la unión, dependiendo de la dirección de la corriente. Este efecto es debido en gran medida a la diferencia de energías de Fermi de los dos materiales.^{ix} La explicación al efecto Peltier se encuentra en el hecho de que la energía térmica asociada a un electrón es diferente para cada material. Al pasar un flujo de electrones (corriente eléctrica) desde un material A hacia un material B, se produce una absorción (o liberación) de calor para adecuar la energía térmica de los electrones a la nueva situación en el material B. Al invertir el signo de la corriente eléctrica que circula por el circuito se invierte el sentido del flujo de calor en la unión entre los dos materiales. ^{vii}

El efecto Peltier es la base para muchos dispositivos TE de refrigeración de hoy en día y el efecto Seebeck es la base para los dispositivos TE de generación de energía.

1.2 Figura de mérito y desempeño termoeléctrico

La conversión de la energía termoeléctrica utiliza el efecto Seebeck, en el que se establece un gradiente de temperatura a través de un dispositivo, lo que resulta es una tensión que se puede utilizar para conducir una corriente a través de una

resistencia de carga o dispositivo. Esta es la conversión directa de energía en forma de calor a energía eléctrica.

Por el contrario, el calor Peltier generado cuando una corriente eléctrica pasa a través de un material TE proporciona un gradiente de temperatura, siendo el calor absorbido en el lado frío, transferido a través de (o bombeado por) los materiales TE, y rechazado en el lado donde es generado, proporcionando así una capacidad de refrigeración. Las ventajas de la conversión de energía mediante dispositivos termoeléctricos de fase sólida son lo compactos que pueden ser, el no depender de partes móviles, y calentamiento o enfriamiento localizado. Figura 1.

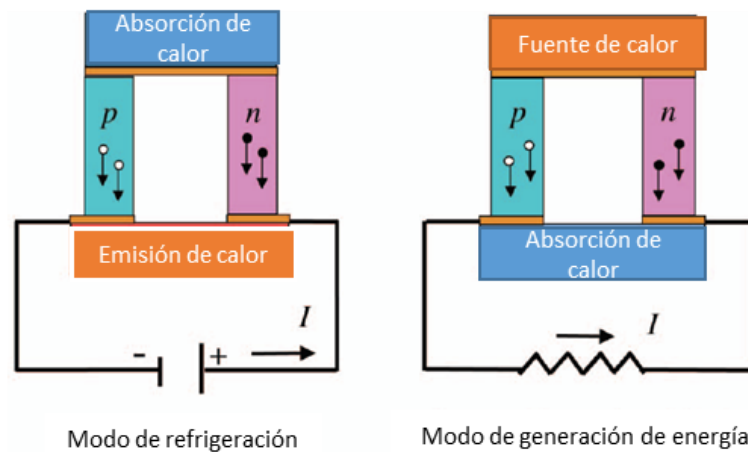


Figura 1: Diagrama de un par Peltier termoeléctrico hecho de un material termoeléctrico tipo N y tipo P. El modo de refrigeración o generación de energía es posible dependiendo de la configuración. [1]

Algunos de los objetivos actuales de la investigación en el campo de los materiales termoeléctricos están enfocados a encontrar nuevos materiales que aumenten la

eficiencia actual de los dispositivos termoeléctricos (es decir, aumentar el ZT) o bien tener la capacidad de operar en regímenes nuevos y más amplios de temperatura, especialmente a bajas temperaturas ($T < 250$ K) y a temperaturas más altas ($T > 400$ K). Por otra parte, una de las dificultades en la investigación de materiales TE reside en la obtención de mediciones fiables y precisas de sus propiedades eléctricas y térmicas, tales como el coeficiente de Seebeck o thermopower α , la resistividad eléctrica ρ , y la conductividad térmica total κ .

Para que un compuesto sea calificado como un material termoeléctrico eficiente debe exhibir el valor más alto de figura de mérito, ZT, posible a la temperatura de operación T. $ZT = \alpha^2 \sigma T / \kappa$.

Donde T es la temperatura absoluta en kelvin. La conductividad térmica total κ , se compone de dos partes, $\kappa = \kappa_L + \kappa_E$, que corresponden a las contribuciones electrónicas y de la red (lattice and electronic contributions), respectivamente. El factor de potencia $\alpha^2 \sigma T$ es optimizado como una función de la concentración de los portadores (típicamente alrededor de 10^{19} portadores/cm³), a través del dopaje, para dar el mayor valor de ZT. Los portadores de alta movilidad son los más deseables, con el fin de tener la conductividad eléctrica más alta para una concentración de portadores dados.

Los mejores materiales utilizados en dispositivos termoeléctricos actualmente tienen un valor de $ZT \approx 1$. Este valor ha sido el límite superior en la práctica por más de 30 años. Sin embargo, no hay razones teóricas o termodinámicas para $ZT \approx 1$ como una barrera superior^{Vii}.

1.3 Dispositivos termoeléctricos

Los dispositivos termoeléctricos basan su funcionamiento en el uso de materiales semiconductores tales que sean capaces de convertir diferencias de temperatura en energía eléctrica, y viceversa.

1.3.1 Generadores termoeléctricos

Los generadores termoeléctricos consisten en la conexión eléctricamente en serie y térmicamente en paralelo de un gran número de pares de elementos termoeléctricos de tipo p y n, de manera que al ser sometidos a una diferencia de temperatura generen una diferencia de potencial y una corriente eléctrica que puedan ser adecuados para su uso en aparatos eléctricos o bien ser suministrados a la red eléctrica.

Hoy en día, los generadores termoeléctricos se emplean en sistemas remotos que trabajan en condiciones difíciles, como en gasoductos o líneas submarinas, para alimentar instrumentación de control de las instalaciones. Su utilidad radica en su absoluta fiabilidad debido a la ausencia de partes móviles y a la elevada tolerancia a las condiciones ambientales. Pueden ser operados sin mantenimiento, como en el caso de los empleados en satélites para exploración del espacio. Por ejemplo, la sonda Voyager 1 se alimenta mediante la corriente eléctrica producida por 3 generadores termoeléctricos que funcionan con radioisótopos (RTGs); los RTG generaban alrededor de 470 watts de potencia eléctrica, al momento de su lanzamiento, pero la degradación de los termopares provocará una disminución de

la potencia a lo largo del tiempo. Sin embargo, los RTGs de Voyager 1 permitirán seguir apoyando algunas de sus operaciones hasta 2025.^x

Por otro lado, un generador termoeléctrico de alta temperatura (TEG) se integró recientemente en dos vehículos de pasajeros: un BMW X6 y el Lincoln MKT. Este esfuerzo fue la culminación del programa de recuperación termoeléctrica de calor residual en vehículos (2004-2011) (premio #DE-FC26-04NT42279), patrocinado por el departamento de energía (DOE) de los Estados Unidos. Se construyó un generador termoeléctrico que se ha probado con temperaturas de entrada de aire hasta de 620 C° alcanzando una potencia de salida de 700W.^{xi} Figura 2.



Figura 2: Prototipo de la primera generación de generadores termoeléctricos TEGs que han sido desarrollados e instalados en los vehículos Lincoln KKT (superior izquierda) y BMW X6 con un TEG cilíndrico; Suburban GM (superior derecha) con un TEG rectangular. [2]

Otro ejemplo que resulta interesante es el reloj de pulsera diseñado por CITIZEN Eco-Drive Thermo Watch (figura 3) que contiene un generador compuesto por 1242 pares de elementos termoeléctricos capaces de producir una diferencia de potencial

de 640 mV con una potencia de 13.8 μ W, por grado de diferencia de temperatura entre el cuerpo y el aire circundante.^{xii}



Figura 3: Reloj CITIZEN Eco-Drive Thermo Watch. [3]

1.3.2 Temperaturas extremas

Hoy en día, el control de procesos industriales sería una aplicación típica de tecnología de recolección de energía térmica. Sin embargo, existe la posibilidad de utilizar esta tecnología en cualquier lugar donde hay una gran diferencia de temperatura suficiente. Nextreme (empresa de generadores termoeléctricos) ha trabajado en un proyecto para la Fuerza Aérea de Estados Unidos, para diseñar una fuente de alimentación para un dispositivo sensor que monitoriza el estado de los cojinetes de las turbinas de los motores a reacción (figura 4). La idea es reemplazar los rodamientos únicamente cuando sea necesario para optimizar el mantenimiento usando un sensor de vibración inalámbrico en la tapa del motor. Los requisitos para

el generador termoelectrico para alimentar el sensor y sus comunicaciones inalámbricas fueron: una salida de estado estacionario de 5mW, el voltaje mínimo de 5 VDC, y una potencia máxima de 30 mW en 100 ms.



Sistema TEG, Sensor, Transmisor

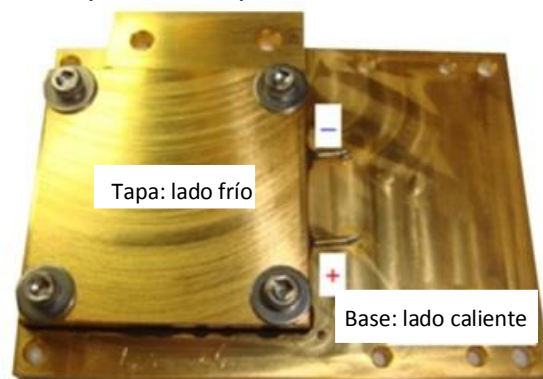


Figura 4: Generador termoelectrico usado para generar la energía eléctrica, en una turbina de jet, que permite alimentar a los sensores de vibración que monitorean el estado de los cojinetes.[4]

Collins explica: "Tomamos el calor desde el marco de la turbina a unos 220 ° C, que es la fuente de calor, se llama el lado frío. Para el rechazo, llevamos el calor lejos en el otro lado del dispositivo, utilizando aceite lubricante que está pulverizado en el interior del motor. Este aceite se encuentra a 185 °C. Ambos se encuentran a una elevada temperatura, pero hay una diferencia, por lo que funciona muy bien el TEG. Estamos en los límites superiores de supervivencia para los materiales termoeléctricos, pero podemos manejarlo".^{xiv}

1.4 Técnica CAPAD

Corriente de activación, densificación asistida por presión CAPAD (Current-Activated, Pressure-Assisted Densification) de materiales es una técnica que utiliza corrientes eléctricas y de presión mecánica para densificar polvos.

Los beneficios del uso de corrientes eléctricas y la presión mecánica para densificar los polvos son impulsados principalmente por dos factores: la eficiencia del proceso y los materiales únicos que pueden ser fabricados por este método.

- Con la ayuda de corrientes eléctricas elevadas, es posible mediante el uso de CAPAD consolidar los polvos densificándolos totalmente mucho más rápido y a una temperatura más baja que los métodos tradicionales como sinterización sin presión y prensado en caliente (HP). Por ejemplo, una ejecución típica utilizando CAPAD es de aproximadamente 20 minutos de principio a fin, en contraste con los tiempos de procesamiento, en orden de horas, para los métodos convencionales.

- Los beneficios van más allá de la eficiencia y ofrecen una plataforma para la producción de materiales que son extremadamente difíciles de producir por otros medios.

1.4.1 Aparato CAPAD

El sistema consiste de una cámara de vacío, los electrodos sirven tanto para la entrega de corriente y carga mecánica, y una fuente de alimentación capaz de suministrar altas corrientes eléctricas a voltajes relativamente bajos. Figura 5.

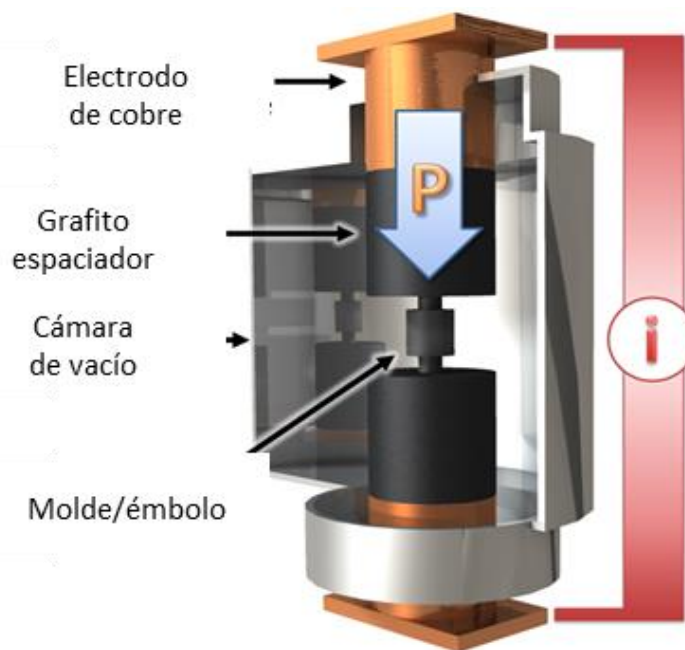


Figura 5: Esquema que representa los componentes principales del aparato CAPAD.

La capacidad actual de las unidades típicas oscila entre ~1000 A - 10,000 A con un rango de 10 -15 V máximo. Mientras que las capacidades de carga van de los ~50 kN a 250 kN.

Las muestras, que en un principio son polvo, se densifican en el interior de un dado que se coloca entre los electrodos. El dado y el émbolo están hechos de grafito de la más alta pureza y alta densidad ya que tiene una excelente resistencia mecánica a altas temperaturas así como una alta conductividad térmica y eléctrica. Figura 6.

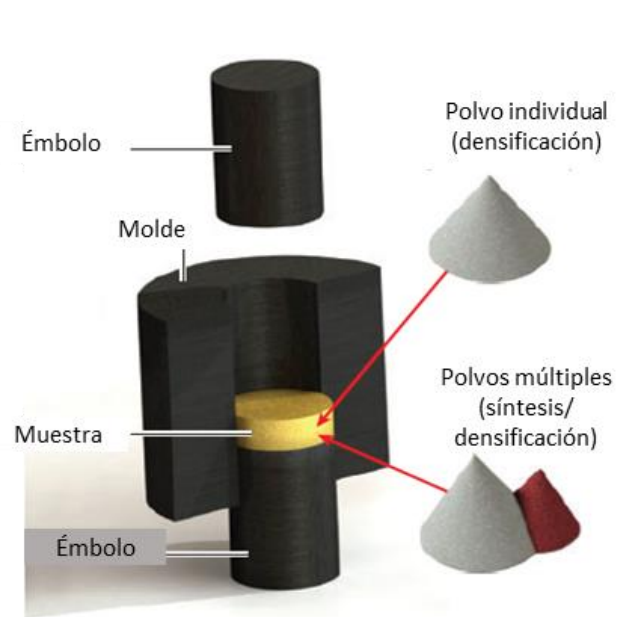


Figura 6: Esquema del dado, émbolo y polvos. [5]

Capítulo II

Capítulo II

Técnica de Medición

2 TÉCNICA DE MEDICIÓN

En el presente capítulo se describen las técnicas de caracterización que se emplearon con la finalidad de obtener datos para cuantificar las propiedades más relevantes de las muestras estudiadas. Entre ellas se encuentra el método de las 4 puntas que sirvió para determinar la conductividad eléctrica de la muestra. Así mismo, se describe el circuito que se utilizó para aplicar dicho método.

2.1 Método de 4 puntas para la determinación de la conductividad eléctrica (método Kelvin)

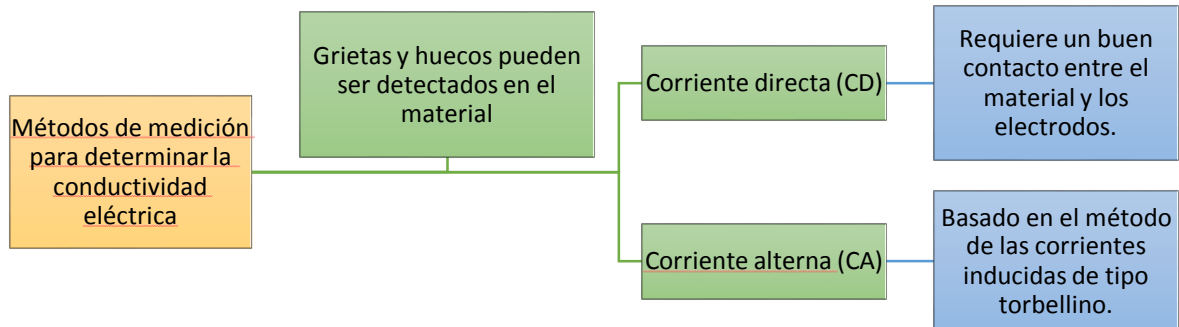


Figura 2.1: Descripción de los métodos de medición para determinar la conductividad eléctrica en un material.

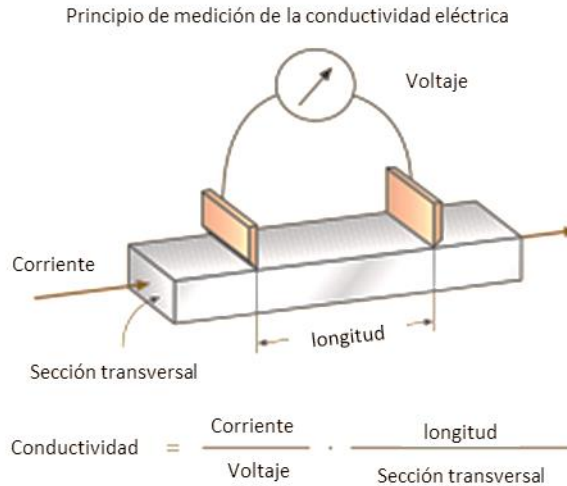


Figura 2.2: Principio de medición de la conductividad eléctrica [1]

La muestra (figura 2.2) que se utiliza para realizar las pruebas debe ser una barra con un área de sección transversal conocida. La corriente pasa a través de la muestra en la dirección de su eje longitudinal. La caída de tensión se mide con dos contactos, a una distancia conocida. [1]

La fórmula que permite obtener la conductividad de la barra puede ser analizada a través de la ley de ohm.

Partiendo de la ley de ohm

$$V_{ab} = R \dots (1)$$

Recordando que la resistividad se describe como:

$$\rho = R \frac{A}{l} \dots (2)$$

Donde R = resistencia [Ω], A = área transversal [m^2] y l = longitud [m]

Despejando de la ecuación (2) a R y sustituyendo en (1) se tiene:

$$V_{ab} = \frac{\rho l}{A} i \dots (3)$$

Donde

$$\rho = \frac{1}{\sigma} \dots (4)$$

Despejando la conductividad σ de (4) y sustituyendo en (3) se obtiene:

$$V_{ab} = \frac{l}{\sigma A} i \dots (5)$$

Finalmente, despejando σ de (5) se obtiene la fórmula de la conductividad, la cual es descrita por el principio de medición de la conductividad eléctrica.

$$\sigma = \frac{i l}{V_{ab} A} \dots (6)$$

Usualmente, la conductividad es descrita como la proporcional entre el campo eléctrico \vec{E} y la densidad de corriente \vec{J} .

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \dots (7)$$

Donde, la densidad de corriente \vec{J} para una sección transversal constante puede ser descrita como

$$J = \frac{i}{A} \dots (8)$$

Mientras que el campo eléctrico \vec{E} puede expresarse como:

$$E = \frac{V_{ab}}{l} \dots (9)$$

Sustituyendo (8) y (9) en (7):

$$\frac{i}{A} = \sigma \frac{V_{ab}}{l} \dots (10)$$

Finalmente, despejando σ de (10) se obtiene la fórmula de la conductividad, esta vez partiendo de la fórmula de la densidad de corriente.

$$\sigma = \frac{i}{V_{ab}} \frac{l}{A} \dots (11)$$

2.2 Circuito

El circuito que se utilizó está construido con un arreglo de amplificadores operacionales debido a que éstos pueden ser utilizados para detectar y medir valores muy pequeños de señales de corriente alterna. Se utilizó la configuración inversora debido a que es posible tener un control sobre la ganancia. Inclusive es posible obtener una ganancia unitaria si es necesario. Figura. 2.3

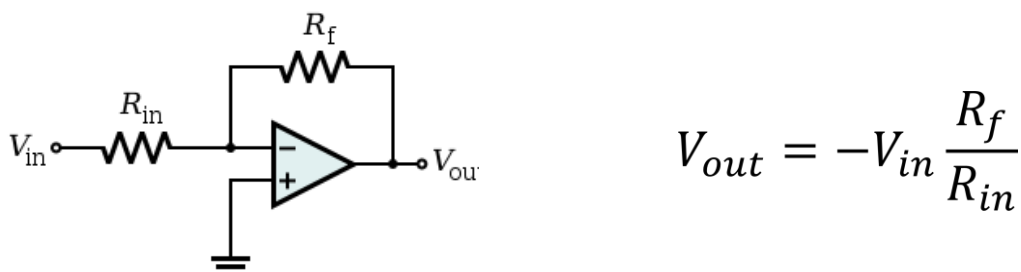


Figura 2.3: Amplificador inversor; configuración y fórmula [2]

Además de las ventajas que ofrece la retroalimentación negativa. Basada en el hecho de que el desempeño del circuito ya no depende de la ganancia de lazo

abierto del amplificador operacional, A_{OL} . Al agregar la resistencia de retroalimentación se forma un circuito de la salida a la entrada (-). El circuito resultante tiene ahora una ganancia de lazo cerrado o ganancia de amplificador, A_{CL} , que es independiente de A_{OL} . (Siempre que A_{OL} sea mucho mayor que A_{CL} .) [3]
Ver anexo 1.

En el diseño del circuito se utilizó un amplificador LM741CN, el cual es un amplificador operacional de propósito general. Es decir, este integrado es fabricado por National Semiconductor Corp. Con un intervalo de temperatura de 0 a 70 °C ; siendo un encapsulado de plástico. Una de las principales razones por la que se decidió utilizar este integrado es debido a la protección de cortocircuito con la que cuenta, la factibilidad de un rango de voltaje diferencial de 30 volts y la facilidad con la que se puede encontrar en el mercado. Además, las características con las que cuenta resultaron ser las mínimas necesarias para que el experimento entregara los resultados esperados.

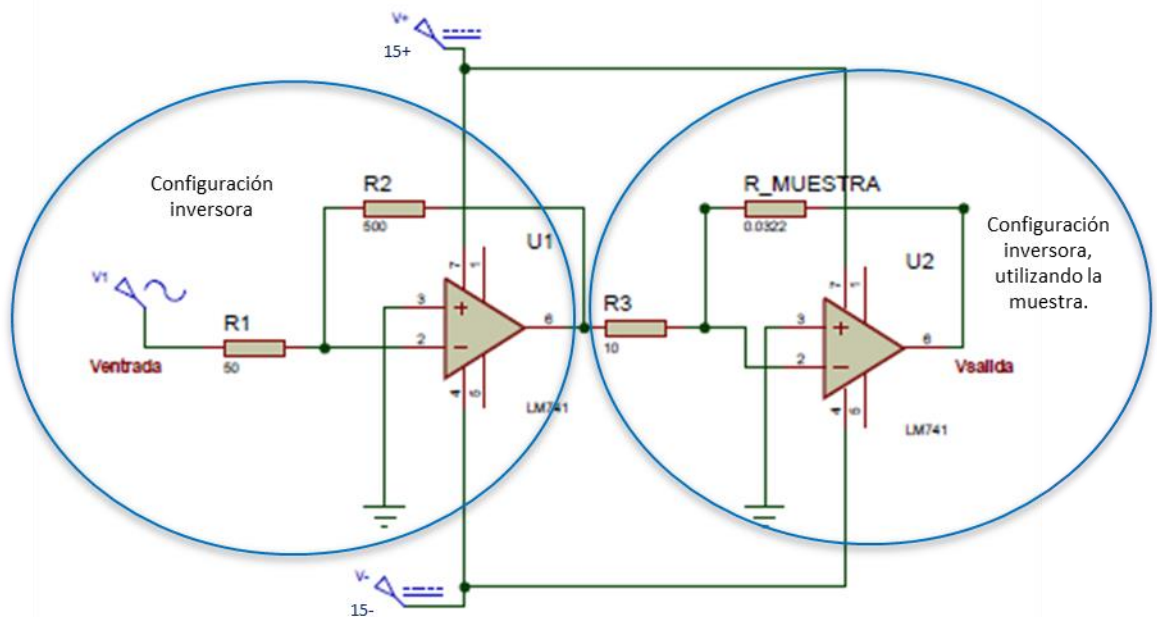


Figura 2.4: Diagrama eléctrico

En la figura 2.4 se muestra el diagrama eléctrico de las conexiones correspondientes a los amplificadores operacionales. En el cual se muestran 2 arreglos de amplificadores en su configuración inversora. En la primera configuración se obtiene una ganancia de lazo cerrado A_{CL} igual a 10, lo que permite la amplificación del voltaje en un factor de 10. Por otro lado, en la segunda configuración se coloca la muestra en el sitio correspondiente a la resistencia de retroalimentación; al tener la resistencia R3 un valor de 10 ohms, el voltaje de salida está afectado directamente por el valor de la resistencia de la muestra, no dependiendo así del valor de las resistencias utilizadas en el circuito.

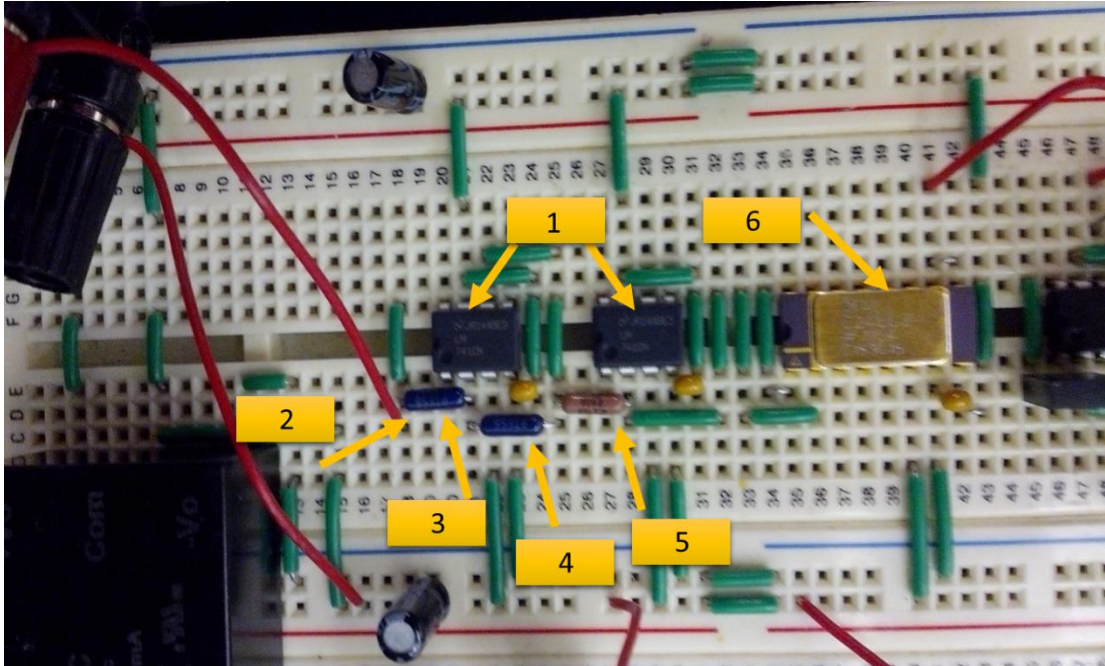


Figura 2.5: Circuito físico utilizado para la adquisición de las mediciones.

En la figura 2.5 se detallan los elementos que componen el circuito.

Correspondiendo estos a:

- 1.- Amplificador operacional LM741CN (ver anexo 2)
- 2.- Voltaje de entrada de 0.004 [V] a 0.020 [V] con variaciones de 0.002 [V]
- 3.- Resistencia de 50 [Ω]
- 4.- Resistencia de 500 [Ω]
- 5.- Resistencia de 10 [Ω]
- 6.- Amplificador de instrumentación de precisión AD 524BDZ (ver anexo 2)

El amplificador de instrumentación de precisión AD 524BDZ fue utilizado debido a su utilidad para la adquisición de datos que requieren la mayor exactitud bajo las

peores condiciones de operación. Es decir, este integrado resultó de gran ayuda debido a los valores de voltaje y corriente manejados. Correspondiendo éstos a un intervalo de 0.004 – 0.020 [V].

2.3 Corroborando el funcionamiento del circuito

Con el fin de corroborar que el funcionamiento del circuito era el adecuado y que las señales de ruido que podían presentarse tanto en las conexiones realizadas en la protoboard como por el tiempo de respuesta de los elementos, no afectaban los datos que eran recabados por el sistema. Se realizó una prueba en la que se colocó una resistencia de 10 [Ω], en el lugar que experimentalmente se colocaría la muestra. De esta manera, a través del circuito y el programa de labVIEW se buscó determinar experimentalmente el valor de la resistencia (en este caso un valor conocido de 10 [Ω]). Así, sería fácil determinar qué tan confiable resultaba el circuito.

A continuación, en la figura 2.6 se muestra el esquema del circuito que se utilizó para realizar las pruebas.

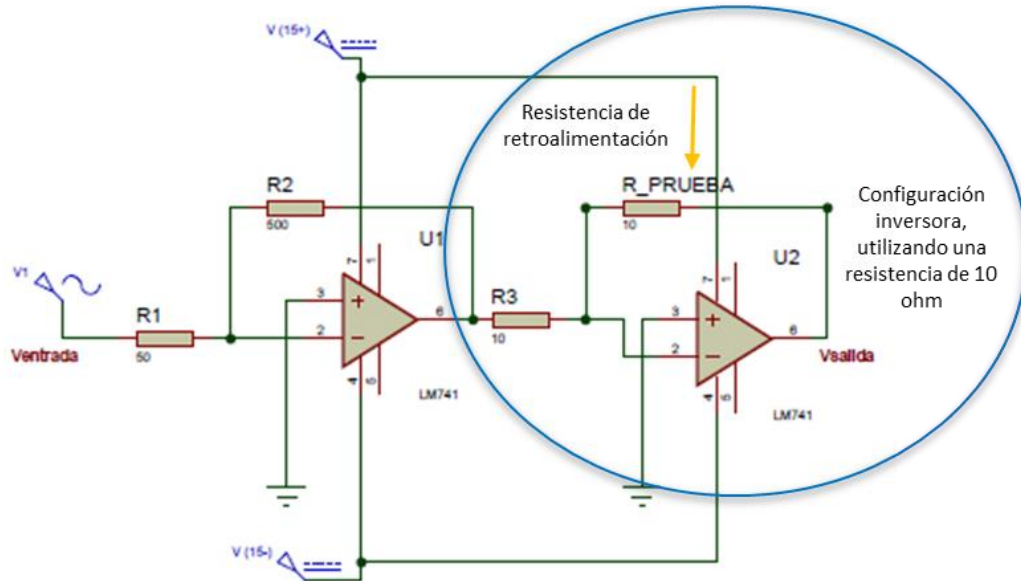


Figura 2.6: Circuito utilizado para verificar que tan confiable resultaba para la adquisición de los datos.

En la figura 2.7 se muestran los resultados que se obtuvieron para las pruebas realizadas, bajo las mismas condiciones en la que se realizó el experimento. Las cuales se describen en el capítulo siguiente.

Como se muestra en la tabla, se realizaron pruebas en un intervalo de 0.004 -0.020 [V] con incrementos de 0.002 [V]. A partir de ello, se recabaron los datos de corriente a través de la resistencia y la diferencia de potencial en sus extremos; con estos datos se realizó una gráfica de corriente v/s voltaje (figura 2.8) y se realizó una regresión lineal, con la cual se determinó el valor experimental de la resistencia.

Muestra#	Vin[V]	Corriente [A]	Vout[V]
0	0.004	0.004	0.037912
1	0.006	0.006	0.05676
2	0.008	0.008	0.075654
3	0.01	0.01	0.094498
4	0.012	0.012	0.113412
5	0.014	0.014	0.132256
6	0.016	0.016	0.151178
7	0.018	0.018	0.170006
8	0.02	0.02	0.18892
9	0.022	0.022	0.207612

Figura 2.7: En la tabla se muestran los datos correspondientes al experimento realizado para verificar la funcionalidad del circuito.

En la figura 2.8, se muestra la gráfica de corriente v/s voltaje. Como se puede apreciar, el valor experimental de la resistencia de acuerdo a la regresión lineal fue de 9.4335 [Ω].

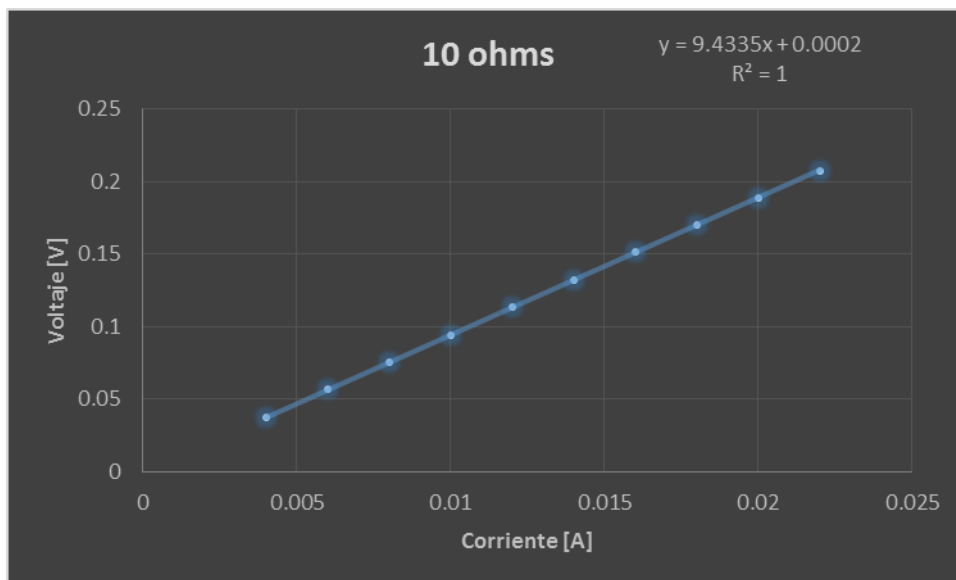


Figura 2.8: Gráfica de corriente v/s voltaje utilizando la resistencia de 10 [Ω].

Si el valor nominal de la resistencia fue de 10 [Ω] se tiene un error relativo porcentual igual al 5.665 %.

$$e_r = \frac{\text{valor real} - \text{valor experimental}}{\text{valor real}}$$

$$e_r = \frac{10 - 9.4335}{10} \times 100$$

$$e_r = \frac{10 - 9.4335}{10} \times 100$$

$$e_r = \frac{10 - 9.4335}{10} \times 100$$

$$e_r = 5.665 \%$$

Este porcentaje de error está ligado a errores inherentes del experimento que van desde los instrumentos de medición así como las condiciones de realización. Sin embargo, no representó una limitante dado que las estas condiciones serían las mínimas necesarias para replicarlo.

Capítulo III

Capítulo III

Descripción del Experimento

3 DESCRIPCIÓN DEL EXPERIMENTO

3.1 Preparación de la muestra

La muestra fue elaborada en el laboratorio Advanced Material Processing and Synthesis (AMPS) de la Universidad de California, Riverside. Bajo condiciones controladas de ~ 600 A y una presión de 112 MPa, con un rango de temperatura de 425°C – 475°C.

En la figura 3.0 se muestra el diagrama de flujo que se tomó en cuenta para el desarrollo del experimento.

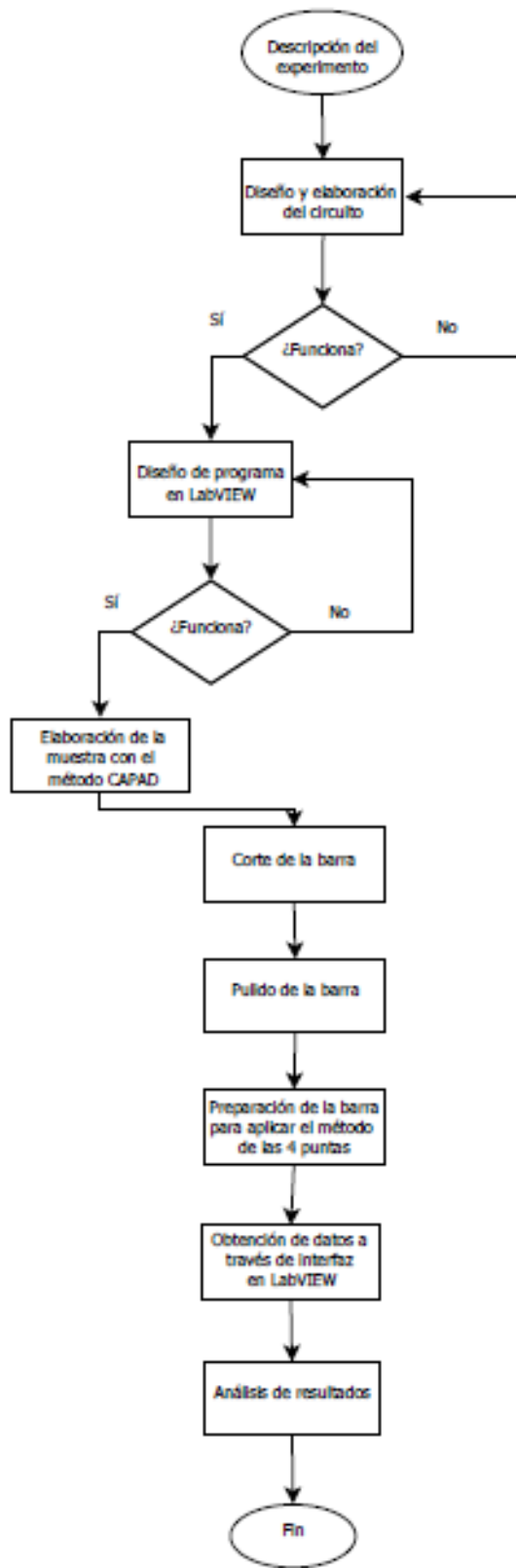
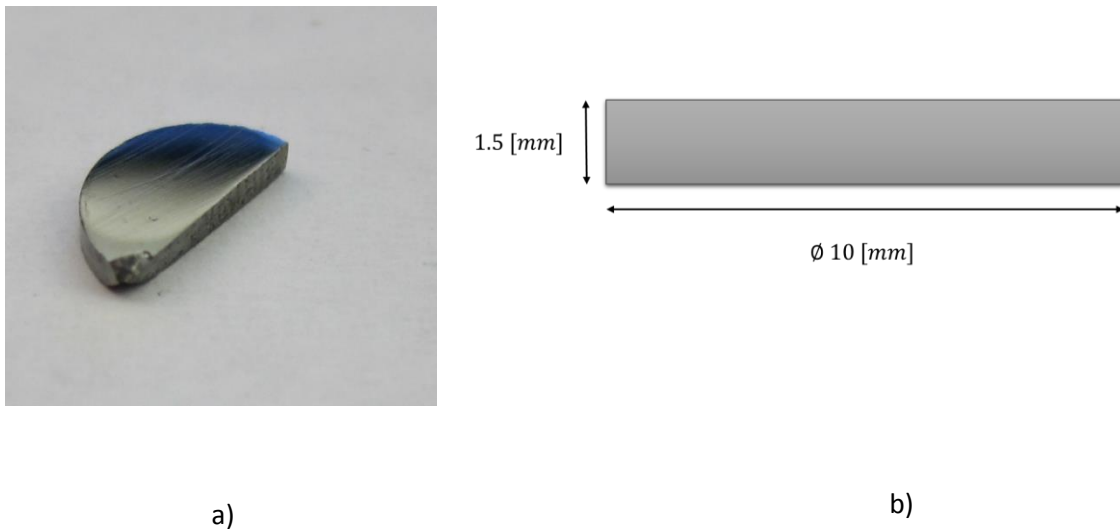


Figura 3.0: Diagrama de flujo del experimento.

3.1.1 Proceso de preparación

- 1) La muestra correspondiente a la aleación magnesio estaño (Mg-Sn) fue elaborada bajo la técnica CAPAD (Current-Activated, Pressure-Assisted Densification). Con lo cual se obtiene una oblea de aproximadamente 10 [mm] de diámetro y un espesor de 1.5 [mm]. (Figura 3.1)



Una vez que se obtuvo la oblea correspondiente a la aleación magnesio estaño ésta se colocó en una bolsa transparente con una etiqueta. Sobre ella se anotaron datos como: número de muestra, fecha de elaboración, masa y temperatura. Figura 3.2.

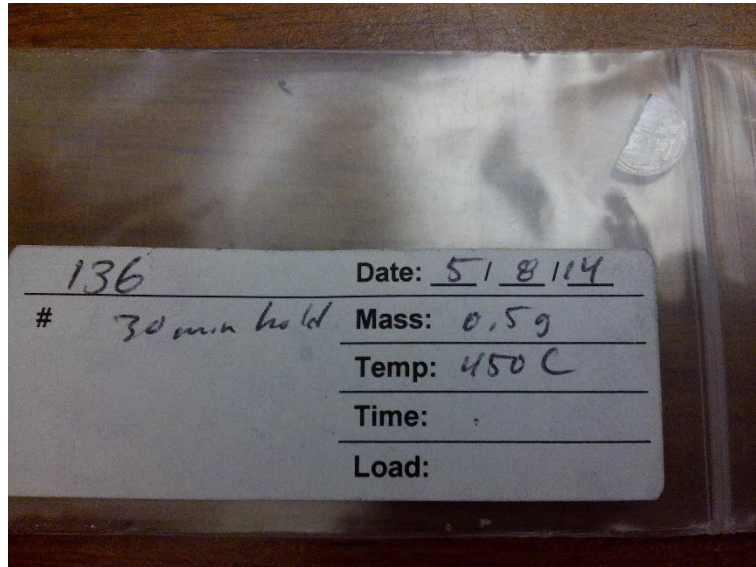


Figura 3.2: Empaque utilizado para almacenar la muestra

- 2) Una vez que se obtuvo la oblea fue necesario realizar la preparación de la muestra. Tal como se mencionó anteriormente, ésta debe ser una barra de manera que el flujo de la corriente sea el mismo a lo largo de ella.

Corte de la barra

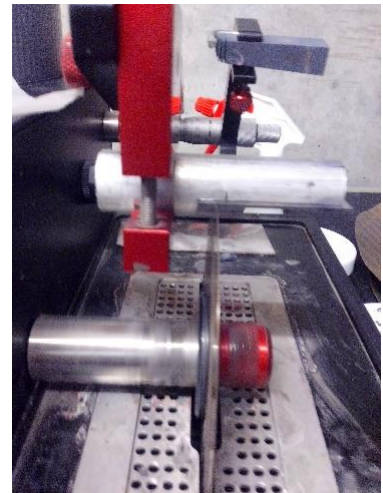
- Se colocó la oblea en una superficie plana y se adhirió a ella mediante Crystalbond (Ver anexo 3) el cual a temperatura ambiente es sólido, mientras que a una temperatura por arriba de los 71°C comienza el punto de ablandamiento; propiedad que permite la manipulación del material. Para derretir el adhesivo y colocarlo sobre la oblea se utilizó una plancha de horneado a una temperatura de 110°C. (Figura 3.3) Una vez que la oblea se adhirió a la superficie se pudo proseguir a la siguiente etapa, que corresponde al corte de la oblea. El corte se realizó de tal manera que se obtuviera una barra de 1.3 [mm] de ancho. Figura 3.4.



Figura 3.3: Plancha de horneado [1]



a)



b)

Figura 3.4: a) Oblea colocada en superficie plana. Barra de aluminio con corte longitudinal. Se colocó un porta objetos para evitar el corte de la barra más allá de la muestra. b) Corte de la oblea a una velocidad de 60 rpm.

Una vez que se realizaron los cortes, tal como se muestra en la figura 3.4 a) , se procedió a retirar los restos de la oblea de la superficie para lo cual fue necesario colocar la barra de aluminio sobre la plancha de horneado, precalentada a 110°C, de esta manera el adhesivo puede ser retirado fácilmente. Para eliminar cualquier residuo del material, se colocó en un recipiente con acetona durante 15 min.

Desbaste de la barra

La finalidad del desbaste fue la de preparar la superficie, eliminando las capas distorsionadas, y obtener así una muestra plana; para posteriormente aplicar el método de las 4 puntas. Primero se procedió a aplicar un desbaste intermedio, utilizando una lija No. 400, con el cual se buscó aplanar las irregularidades causadas por el corte, este procedimiento se realizó con mucha precaución ya que el tamaño de la muestra era pequeño y no se pretendía eliminar gran cantidad de material salvo lo mínimo necesario. Posteriormente, se aplicó el desbaste final, utilizando una lija No.600, con el cual se buscó que la superficie fuese plana y se removieran las ralladuras de la operación anterior. Es importante hacer mención que cuando son utilizados métodos manuales, como en este caso, la probeta se debe ir girando 90° entre lija y lija para así poder determinar si el rayado de la lija anterior se ha removido por completo. Así mismo, la probeta debe deslizarse con un movimiento vaivén para prevenir la ralladura y la generación de planos^{xv}.



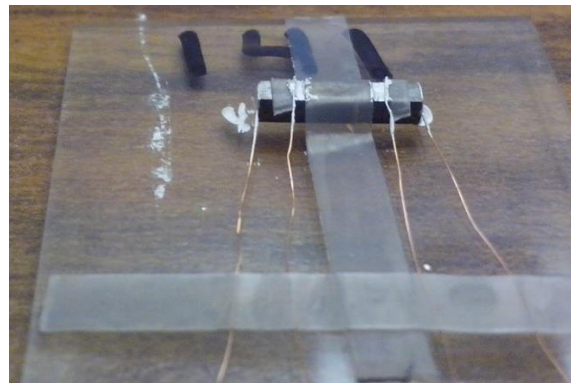
Figura 3.5: Pulido de la muestra.

Preparando la muestra para aplicar el método de 4 puntas

Una vez que se obtuvo la barra, ésta se colocó en un portaobjetos al cual se sujetó a través de cinta adhesiva. En la parte superior y a los lados se colocó alambre de cobre el cual fue sujetado a la muestra a través de tinta conductora de plata. Tal como se muestra en la figura 3.6. Finalmente para secar la tinta, se colocó el porta objetos en la plancha de horneado a 40°C durante 10 min. Figura 3.7



a)



b)

Figura 3.6: a) Materiales utilizados para la preparación de la muestra. b) Barra de la aleación magnesio estaño correspondiente a la muestra #141.



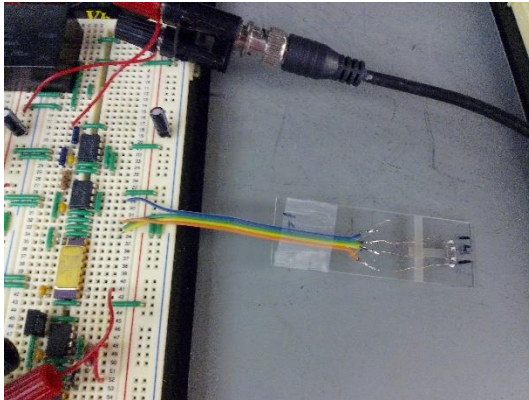
Figura 3.7: Muestra colocada en la plancha de horneado.

Obtención de datos

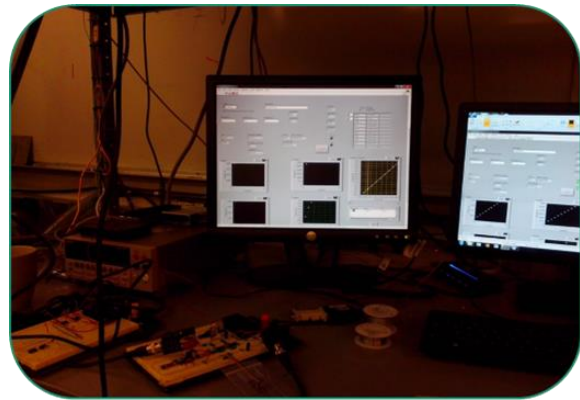
Una vez que la muestra estuvo preparada se procedió a colocarla en el circuito diseñado de manera que fuese posible adquirir el voltaje que aparecía entre los extremos de ella. Tal como lo menciona el Principio de Medición de la Conductividad Eléctrica.

Con la finalidad de variar automáticamente el valor del voltaje de entrada y obtener la diferencia de potencial en los extremos de la muestra, se diseñó un programa en LabVIEW (ver Anexo 4) el cual junto con el Amplificador síncrono, marca Stanford Research Systems, fue posible desarrollar un interfaz que permitiera adquirir distintos parámetros tales como voltaje de entrada, corriente y diferencia de potencial en la muestra. Los cuales fueron desplegados en pantalla a través de una gráfica y una tabla para su análisis inmediato. Así mismo, estos datos se enviaron

a Excel generando una tabla que permitió el almacenamiento de dicha información para su futuro análisis durante el experimento. Figura 3.8.



a)



b)

Figura 3.8: a) Conexión de la muestra al circuito. b) Programa en LabVIEW que permite obtener de manera automática los datos correspondientes al voltaje de entrada así como el voltaje en los extremos de la muestra.

Capítulo IV

Gabinete IA

Resultados

4 RESULTADOS

4.1 Difracción de rayos X (X-Ray Diffraction XRD)

La figura 4.1 muestra la composición de fase de dos muestras diferentes de magnesio-estaño (Mg-Sn). Se observan dos polimorfismos¹ en el diagrama XRD, correspondientes a Mg_2Sn y Mg_9Sn_5 . Se puede apreciar como la fase Mg_9Sn_5 es termodinámicamente estable mientras que la fase Mg_2Sn es sintetizada a altas presiones y temperaturas. Este comportamiento se puede visualizar en el diagrama XRD donde los triángulos corresponden a la fase Mg_2Sn . Si se observa el comportamiento de la fase en las dos diferentes temperaturas de procesamiento se aprecia como ésta desaparece a los 475 °C.

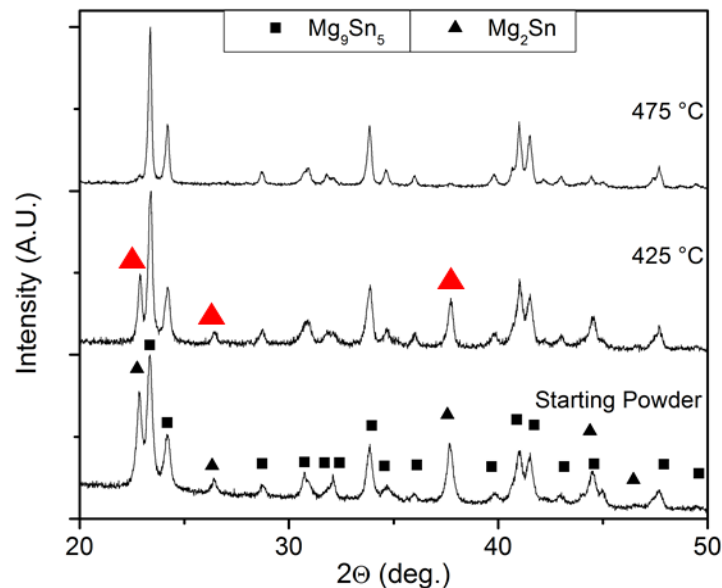


Figura 4.1: Difracción de Rayos X de la muestra magnesio – estaño (Mg-Sn).

¹ Es la habilidad de un material sólido de existir in más de una forma o estructura cristalina.

4.2 Propiedades eléctricas

La figura 4.2 muestra la relación entre la corriente suministrada y el voltaje que aparece entre los extremos de la muestra, es decir, la muestra #122 y #140. Las gráficas muestran que dicha relación es lineal, en la cual cuando la corriente se incrementa, el valor del voltaje se incrementa, y viceversa. Lo cual es coherente con lo que la teoría indica, por lo tanto es un signo de que los datos obtenidos son adecuados.

Conociendo el valor de la corriente y el voltaje a través de la muestra es posible saber el valor de su resistencia. Donde analizando los datos se observó que para la muestra #122 la resistencia fue de 0.0172Ω , aproximadamente. Por otro lado, para la muestra #140 la resistencia resultó de 0.0322Ω .

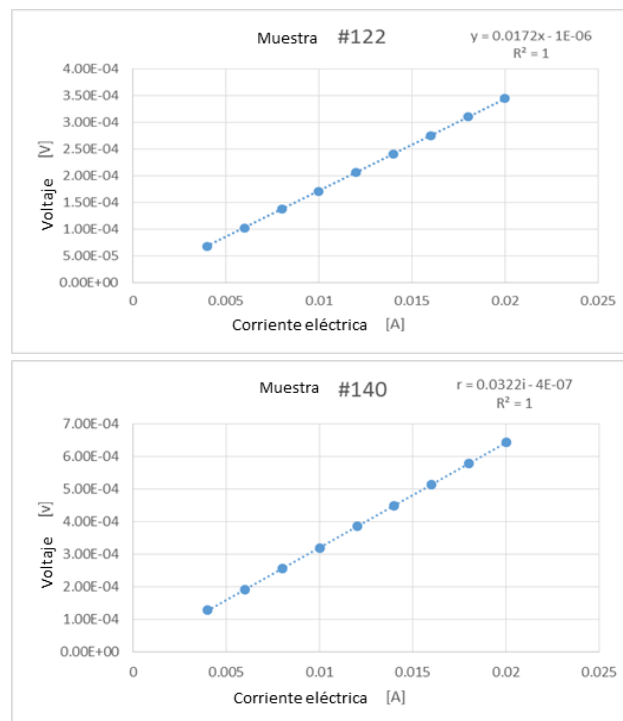


Figura 4.2: Gráficas que muestran la relación entre la corriente y el voltaje a través de las muestras #122 y #140.

En la figura 4.3 se puede apreciar que para la muestra #140 la temperatura de procesamiento fue de 425°C mientras que para la muestra #122 fue de 475°C. Si se relaciona la temperatura de procesamiento y la resistencia de la muestra es posible identificar que cuando la temperatura de procesamiento se incrementa, el valor de la resistencia disminuye.

Número de Muestra	Temperatura de Procesamiento [°C]	Resistencia [Ω]
140	425	0.0322
122	475	0.0172

Figura 4.3: Tabla que muestra los datos correspondientes a la temperatura de procesamiento y la resistencia de las muestras analizadas.

Con base en el análisis del circuito que se muestra en la figura 4.4 es posible obtener la ecuación que representa el comportamiento de la muestra durante el experimento.

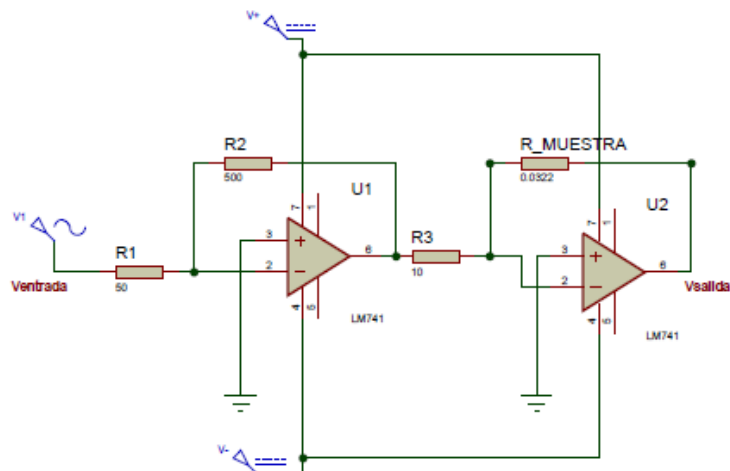


Figura 4.4: Esquema del circuito eléctrico.

Partiendo de la ley de Ohm

$$V = RI \dots (1)$$

$$(V_1 - V_2) = R_1 i_1$$

$$i_1 = \frac{V_1}{R_1} = i_2$$

$$V_3 = -V_1 \frac{R_2}{R_1}$$

$$(V_3 - V_4) = R_3 i_3$$

$$i_3 = \frac{V_3}{R_3} = i_4$$

$$i_4 = -V_1 \frac{R_2}{R_1 R_3} \quad (2) \dots \text{corriente a trav\u00e9s de la muestra}$$

La ecuaci\u00f3n (2) fue utilizada para calcular la corriente que circulaba a trav\u00e9s de la muestra, misma que fue ingresada en el programa realizado en LabVIEW y as\u00ed tener el registro de corriente y voltaje durante el experimento.

En la figura 4.5 es posible comparar el valor de la conductividad y la temperatura de procesamiento referente a las dos muestras analizadas, es decir la muestra #140 y #122. Cuando se incrementa la temperatura de procesamiento el valor de la conductividad incrementa. Por otro lado, como se mencion\u00f3 anteriormente, cuando la temperatura de procesamiento se incrementa, el valor de la resistencia disminuye.

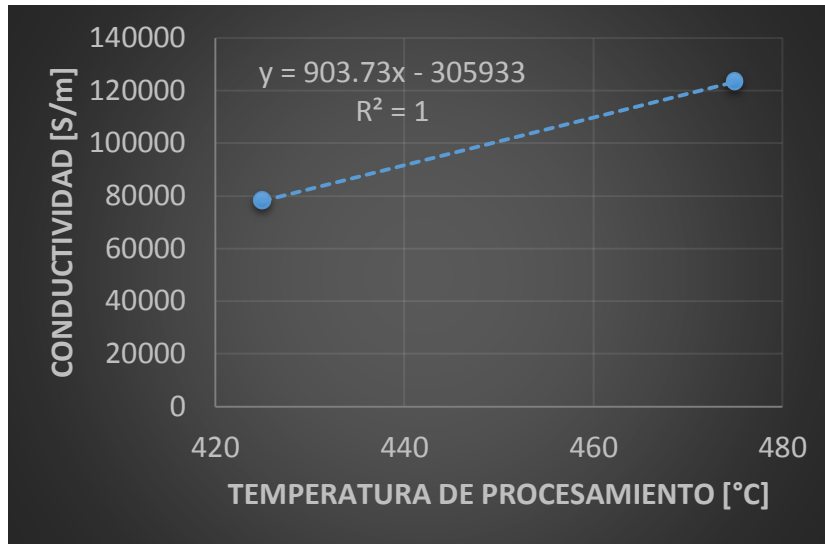


Figura 4.5: Gráfica que muestra la relación entre la temperatura y la conductividad referente a las dos muestras analizadas, # 140 y # 122.

En la tabla que se muestra en la figura 4.6 es posible analizar el comportamiento de las muestras #122 y #140. En ella se puede visualizar el comportamiento respecto a las propiedades estudiadas. Es decir, temperatura de procesamiento, resistencia y conductividad. Propiedades que son de relevancia para determinar la eficiencia de los materiales termoeléctricos con relación a la ecuación que describe la figura de mérito ZT.

Número de Muestra	Temperatura de Procesamiento [°C]	Resistencia [Ω]	Conductividad [S/m]
140	425	0.0322	78,152.70929
122	475	0.0172	123,339.2272

Figura 4.6: Tabla que muestra los datos correspondientes a la temperatura de procesamiento, la resistencia y la conductividad de las muestras analizadas.

4.3 Análisis de resultados

Los datos obtenidos a través de la técnica XRD permitieron la caracterización cristalográfica del material con base en la comparación de patrones de difracción para el material estudiado. Así fue posible, determinar las fases cristalinas presentes a diferentes temperaturas. Finalmente, como resultado se obtuvo que la fase Mg_9Sn_5 es termodinámicamente estable, es decir no ocurren reacciones entre sus componentes y por ende no varía su composición general (su forma o estado particular se conserva). Por lo que, la aleación puede ser factible para ser utilizada en aplicaciones que requieran de altas temperaturas dado que su composición no se ve afectada.

Por otro lado, el análisis de la resistencia para cada una de las muestras sirvió como pauta para determinar la confiabilidad que se podía tener respecto al circuito y a los datos de voltaje y corriente a través de la muestra. Es decir, teóricamente esta relación es lineal y fue corroborada con las gráficas que relacionan los datos de voltaje y corriente obtenidos. Al ser el coeficiente de determinación $R^2 = 1$ y ser una regresión lineal significa que el coeficiente de correlación será 1 con lo cual existe una dependencia total entre las dos variables.

Para el análisis de la conductividad se encontró que mientras mayor era la temperatura de procesamiento aumentaba la conductividad eléctrica y la resistencia

disminuía. Lo que hasta el momento resulta ser de mucha ayuda ya que si se analiza la fórmula de ZT , $ZT = \alpha^2 \sigma T / \kappa$, se puede observar que tanto la conductividad eléctrica (σ) como la temperatura de procesamiento (T) se localizan en el numerador de la ecuación, lo que contribuye a alcanzar un valor elevado de ZT .

Hasta el momento la conductividad para la muestra #122 Mg_9Sn_5 , es 0.123×10^6 [S/m] valor que puede ser comparado con el plomo, el cual a una temperatura de 20°C presenta una conductividad de 4.5×10^6 [S/m].² Sin embargo, éste presenta una elevada toxicidad, con lo cual estaría descartado su uso para aplicaciones a gran escala.

Es importante mencionar que las condiciones del laboratorio en las que se desarrolló el experimento representan un punto importante para la obtención de los resultados aquí descritos, sobre todo, el control de la atmosfera en la que se prepararon los polvos de magnesio y estaño. Para ello, se utilizó una cámara de atmósfera controlada (1 ppm de O_2). La cual permite preparar materiales de alta pureza; reacciones químicas o electroquímicas en una atmósfera inerte. Se utilizó la técnica CAPAD, previamente descrita, para densificar los polvos de magnesio y estaño. Así mismo, se utilizó un horno de secado para mantener el material libre de humedad, así como un horno de vacío utilizado para secar y desgasificar los materiales en proceso. (Figura 4.7)

² <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/tables/rstiv.html> (fecha de consulta 11 de noviembre de 2014)



Figura 4.7: A la izquierda se muestra la cámara de atmósfera controlada, mientras que a la derecha se encuentra el horno de secado. Ambos utilizados durante el presente experimento.[1]

En la figura 4.7 se muestran algunos de los equipos que fueron utilizados para la producción de la aleación magnesio – estaño.

Capítulo V

CONCLUSIONES

Conclusiones

y

Trabajo a Futuro

5 CONCLUSIONES Y TRABAJO A FUTURO

El desarrollo de este tema y mi estancia de verano en la Universidad de California, Riverside. Han sido la pauta para darme cuenta de todas las posibilidades que el estudiar Ingeniería Mecatrónica me ha brindado a lo largo de estos 5 años. La posibilidad de formar parte de un grupo multidisciplinario en el cual apliqué conocimientos que van desde la electrónica a la ciencia de materiales, además del uso de herramientas para el desarrollo del experimento como lo fue LabVIEW fueron de suma importancia para poder obtener resultados favorables. Así también, el poder aprender de otros temas como lo son los materiales termoeléctricos y el potencial que existe alrededor fue enriquecedor tanto de manera personal como profesional.

En el presente trabajo se mostró la colaboración que realicé con el candidato a Doctorado Anthony Fong, estudiante de la Universidad de California, Riverside, para realizar parte de la investigación que está enfocada a analizar las propiedades termoeléctricas, los parámetros de procesamiento y la microestructura de la aleación magnesio-estaño; debido a su baja toxicidad, la estabilidad térmica, baja densidad, abundancia relativa y el bajo costo de producción; aunado a la factibilidad de producción en el laboratorio.

Como primera etapa de la investigación, se enfocaron los esfuerzos en analizar las propiedades termoeléctricas, tales como la conductividad y la resistencia de las muestras a lo largo de distintas condiciones tal como la temperatura de

procesamiento. Como se muestra anteriormente, las gráficas revelan que existe una fuerte relación entre la temperatura y la conductividad eléctrica. Un incremento en la temperatura de procesamiento refleja un incremento en la conductividad eléctrica. Es decir, esta relación puede ayudar a obtener un valor más elevado de la eficiencia respecto a la conversión térmica – eléctrica, ZT , dado el papel que ocupan estos parámetros dentro de la ecuación que describe la figura de mérito, $ZT = \alpha^2 \sigma T / \kappa$. Por otro lado, fue posible determinar que la fase Mg_9Sn_5 es termodinámicamente estable. Con lo cual, se cumpliría con uno de los objetivos que la investigación relacionada con los materiales termoeléctricos busca. Es decir, elevar la temperatura a la que estos materiales pueden operar; lo cual está en función de las aplicaciones que se pretendan desarrollar.

Con el presente documento se pretende sentar las bases para despertar el interés por la investigación sobre los materiales termoeléctricos y las ventajas que éstos podrían brindar si fuese posible desarrollarlos a escalas industriales, en especial con la aleación magnesio-estaño puesto que hasta el momento es una aleación candidata que cumple los parámetros necesarios para obtener un valor de figura de mérito, ZT , mayor a los registrados hasta el momento. Si bien, los resultados mostrados parecen ser positivos, es necesario investigar la relación de las propiedades aquí descritas con relación al coeficiente Seebeck (α) ya que éste contribuye a que los valores hasta ahora encontrados para ZT oscilen entre 1. Es importante recordar, que a pesar de que los materiales termoeléctricos han sido utilizados para aplicaciones a pequeña escala, es necesario elevar la eficiencia de la conversión de energía.

Resulta interesante, la posibilidad de captar el calor residual, que se genera en muchos de los procesos industriales como de la vida cotidiana, y convertirlo en energía útil. De esta manera, podría considerarse a los materiales termoeléctricos como una fuente de energía alterna que ayudaría a contrarrestar nuestra dependencia por los hidrocarburos, complementando a las tecnologías que basan su funcionamiento en el uso de energías renovables.

Anexos

ANEXOS

ANEXOS

Anexo 1

Amplificadores operacionales

Un amplificador es un circuito que recibe una señal en su entrada y produce una versión más grande sin distorsión de la señal recibida en su salida.

Símbolo y terminales del circuito

El símbolo del amplificador operacional que se muestra en la figura x.1 es un triángulo que apunta en la dirección del flujo de la señal.

Las terminales corresponden a:

V_+ = terminal de entrada no inversora

V_- = terminal de entrada inversora

V_{OUT} = terminal de salida

V_{S+} = terminal de alimentación positiva

V_{S-} = terminal de alimentación negativa

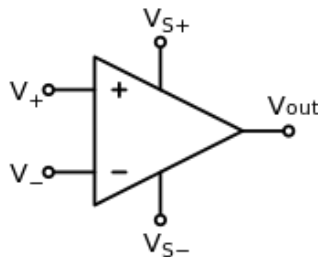


Figura x.1: Símbolo de circuito para un amplificador operacional.[2]

El amplificador operacional ideal de la figura x.2 tiene ganancia infinita y respuesta a la frecuencia también infinita. Las terminales de entrada no toman corriente de

señal ni de polarización, y presentan una resistencia de entrada infinita. La impedancia de salida es de cero ohms y los voltajes de la fuente de poder no tienen límite.

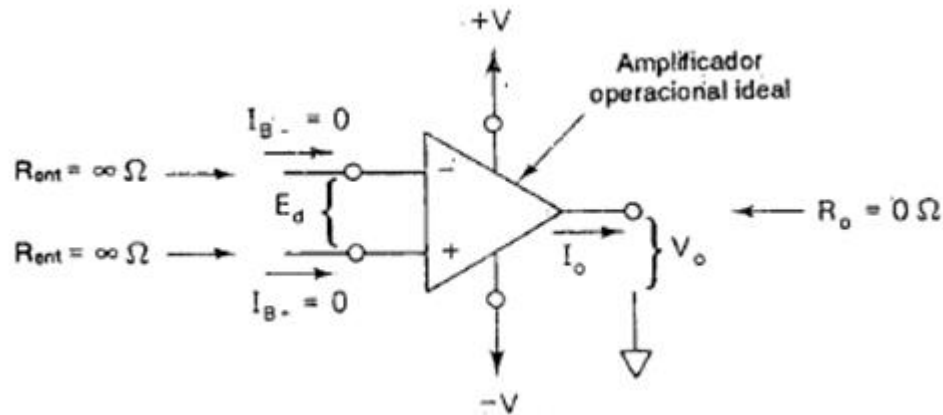


Figura x.2: Amplificador operacional ideal, el cual tiene una ganancia infinita, resistencia de entrada también infinita y una resistencia cero en la salida. [3]

Ganancia de voltaje en lazo abierto

El voltaje de salida V_o quedará determinado por E_d y la ganancia de voltaje en circuito abierto, A_{OL} ; A_{OL} se denomina ganancia de voltaje en lazo abierto porque las posibles conexiones de retroalimentación desde la terminal de salida a las terminales de entrada se han dejado abiertas. En consecuencia, V_o se puede expresar en forma ideal mediante la relación

voltaje de salida = voltaje diferencial de entrada x ganancia en lazo abierto

$$V_o = E_d \times A_{OL}$$

Un circuito de retroalimentación de salida es aquel en el cual una resistencia externa de alimentación se conecta entre la terminal de salida y la terminal de entrada (-). Con la retroalimentación negativa se obtienen muchas ventajas, todas basadas en el hecho de que el desempeño del circuito ya no depende de la ganancia de lazo abierto del amplificador operacional, A_{OL} . Al agregar la resistencia de retroalimentación se forma un circuito de la salida a la entrada (-). El circuito resultante tiene ahora una ganancia de lazo cerrado o ganancia de amplificador, A_{CL} , que es independiente de A_{OL} . (Siempre que A_{OL} sea mucho mayor que A_{CL} .)

La ganancia de lazo cerrado, A_{CL} , depende sólo de las resistencias externas. Es importante señalar que las resistencias externas adicionales no modifican la ganancia de lazo abierto A_{OL} , ésta sigue variando de un amplificador operacional a otro. De tal manera que al añadir retroalimentación negativa permitirá hacer caso omiso de los cambios de A_{OL} , siempre que éste sea grande.

Amplificador inversor

Es uno de los amplificadores operacionales más utilizados, en el cual la ganancia de lazo cerrado desde E_i a V_o está definida por R_f y R_i . Puede amplificar señales de ca o cd. Para entender su funcionamiento se parte de las dos premisas realistas de simplificación:

1. El voltaje E_d entre las entradas (+) y (-) es esencialmente 0, cuando V_o no está en saturación.
2. La corriente requerida por las terminales de entrada (+) o (-) es despreciable.

Anexo 2

A continuación se muestra la hoja de especificaciones correspondientes a los circuitos utilizados como apoyo para la realización de los experimentos mencionados anteriormente. El diagrama de configuración resultó de mucha ayuda para realizar las conexiones adecuadas.

LM741 Operational Amplifier

General Description

The LM741 series are general purpose operational amplifiers which feature improved performance over industry standards like the LM709. They are direct, plug-in replacements for the 709C, LM201, MC1439 and 748 in most applications. The amplifiers offer many features which make their application nearly foolproof: overload protection on the input and

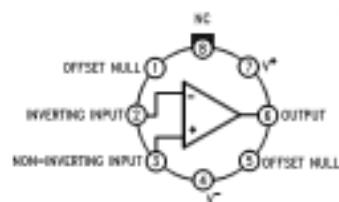
output, no latch-up when the common mode range is exceeded, as well as freedom from oscillations.

The LM741C is identical to the LM741/LM741A except that the LM741C has their performance guaranteed over a 0°C to +70°C temperature range, instead of -55°C to +125°C.

Features

Connection Diagrams

Metal Can Package

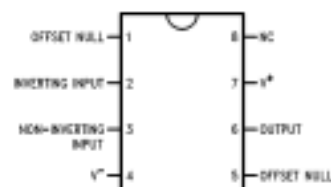


0000K102

Note 1: LM741H is available per JMS3510Y10101

Order Number LM741H, LM741H/883 (Note 1),
LM741AH/883 or LM741CH
See NS Package Number H08C

Dual-In-Line or S.O. Package



0000K102

Order Number LM741J, LM741J/883, LM741CN
See NS Package Number J08A, M08A or N08E

Ceramic Flatpak

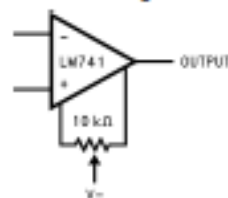


0000K106

Order Number LM741W/883
See NS Package Number W10A

Typical Application

Offset Nulling Circuit



0000K107

FEATURES

- Low noise: 0.3 μV p-p at 0.1 Hz to 10 Hz
- Low nonlinearity: 0.003% ($G = 1$)
- High CMRR: 120 dB ($G = 1000$)
- Low offset voltage: 50 μV
- Low offset voltage drift: 0.5 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$
- Gain bandwidth product: 25 MHz
- Pin programmable gains of 1, 10, 100, 1000
- Input protection, power-on/power-off
- No external components required
- Internally compensated
- MIL-STD-883B and chips available
- 16-lead ceramic DIP and SOIC packages and 20-terminal leadless chip carrier available
- Available in tape and reel in accordance with EIA-481A standard
- Standard military drawing also available

GENERAL DESCRIPTION

The AD524 is a precision monolithic instrumentation amplifier designed for data acquisition applications requiring high accuracy under worst-case operating conditions. An outstanding combination of high linearity, high common-mode rejection, low offset voltage drift, and low noise makes the AD524 suitable for use in many data acquisition systems.

The AD524 has an output offset voltage drift of less than 25 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$, input offset voltage drift of less than 0.5 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$, CMR above 90 dB at unity gain (120 dB at $G = 1000$), and maximum nonlinearity of 0.003% at $G = 1$. In addition to the outstanding dc specifications, the AD524 also has a 25 kHz bandwidth ($G = 1000$). To make it suitable for high speed data acquisition systems, the AD524 has an output slew rate of 5 V/ μs and settles in 15 μs to 0.01% for gains of 1 to 100.

As a complete amplifier, the AD524 does not require any external components for fixed gains of 1, 10, 100 and 1000. For other gain settings between 1 and 1000, only a single resistor is required. The AD524 input is fully protected for both power-on and power-off fault conditions.

The AD524 IC instrumentation amplifier is available in four different versions of accuracy and operating temperature range. The economical A grade, the low drift B grade, and lower drift,

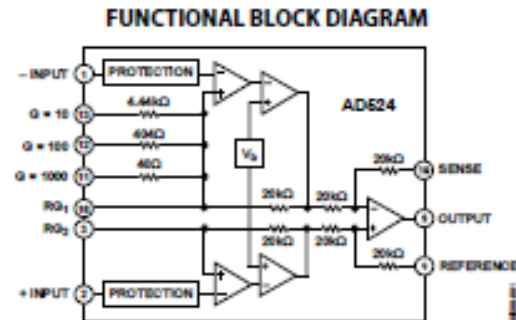


Figure 1.

higher linearity C grade are specified from -25°C to $+85^\circ\text{C}$.

The S grade guarantees performance to specification over the extended temperature range -55°C to $+125^\circ\text{C}$. The AD524 is available in a 16-lead ceramic DIP, 16-lead SBDIP, 16-lead SOIC wide packages, and 20-terminal leadless chip carrier.

PRODUCT HIGHLIGHTS

1. The AD524 has guaranteed low offset voltage, offset voltage drift, and low noise for precision high gain applications.
2. The AD524 is functionally complete with pin programmable gains of 1, 10, 100, and 1000, and single resistor programmable for any gain.
3. Input and output offset nulling terminals are provided for very high precision applications and to minimize offset voltage changes in gain ranging applications.
4. The AD524 is input protected for both power-on and power-off fault conditions.
5. The AD524 offers superior dynamic performance with a gain bandwidth product of 25 MHz, full power response of 75 kHz and a settling time of 15 μs to 0.01% of a 20 V step ($G = 100$).

REV. F

Information furnished by Analog Devices is believed to be accurate and reliable. However, no responsibility is assumed by Analog Devices for its use, nor for any infringements of patents or other rights of third parties that may result from its use. Specifications subject to change without notice. No license is granted by implication or otherwise under any patent or patent rights of Analog Devices. Trademarks and registered trademarks are the property of their respective owners.

One Technology Way, P.O. Box 9106, Norwood, MA 02062-9106, U.S.A.
Tel: 781.329.4700 www.analog.com
Fax: 781.461.3113 ©2007 Analog Devices, Inc. All rights reserved.

Anexo 3

Los adhesivos de montaje de arrastre Crystalbond™ y Wafer-Mount™ son materiales ideales para objetos de montaje temporal que requieran cortado, pulido y otros procesos de maquinado.

Estos adhesivos presentan alta resistencia de unión y se adhieren fácilmente a los metales, vidrio y cerámica. Cuando se termina el proceso, los adhesivos Crystalbond™ y Wafer-Mount™ se quitan calentando de nuevo y limpiando con una amplia gama de diferentes solventes.

Crystalbond 509

Resistencia al agua:

No se disuelve en agua pero podría dilatarse levemente después de una exposición al agua de largo plazo. La mayoría de las operaciones de corte son relativamente rápidas (menos de treinta minutos por sustrato), de manera que generalmente no es problema el tiempo de exposición prolongado. [1]

Características:

Solvente:	Acetona
Color y apariencia:	0.875" (22.2 mm) de diámetro x 7" (178 mm) ámbar claro, ámbar ó "maderos" claros. (Figura x.1)
	(Nota: Los maderos claros pueden parecer que tienen un tinte azul).
Punto de flujo/fusión:	121°C (250°F)
Viscosidad en el punto de fusión:	6000 cps
Punto de ablandamiento:	71°C (159.8°F)
Peso:	~ 0.2 lb/90g per log

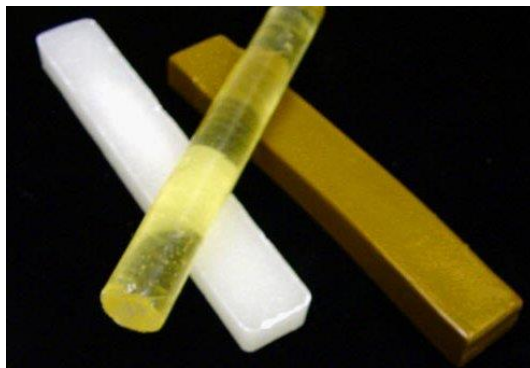


Figura x.1: Apariencia de Crystalbond 509,555 y 590. [1]

Anexo 4

Características del dispositivo

- Rango de frecuencia: 1mHz a 102.4 kHz.
- Constante de tiempo: 10 μ s a 30ks.
- 0.01 grados de resolución de fase.
- Sensibilidad de 2 nV a 1 V.
- En la entrada cuenta con un convertidor analógico digital (ADC) con una resolución de 16 bit, mientras que cuenta con cuatro salidas programables (16-bit DAC) de -10.5 a +10.5 V

Amplificador Síncrono

Se utilizó un Amplificador Síncrono, marca Stanford Research Systems, modelo SR830 1 mHz – 102.4 kHz. Este modelo tiene funciones automáticas que permiten a los parámetros, que se ajustan con frecuencia, ajustarse de forma automática por el instrumento. Tal es el caso de la ganancia, fase, offset y reserva dinámica. Figura x.1

A través de este amplificador síncrono fue posible controlar el voltaje a la entrada del circuito e ir variándolo con la finalidad de obtener los datos correspondientes al voltaje y corriente que circulaba a través de la muestra.

Este equipo puede ser programado de manera remota a través del protocolo de comunicación RS-232 o mediante GPIB (IEEE - 488) (General – Purpose Instrumentation Bus). En este caso, se utilizó la comunicación RS-232 y labVIEW

como herramienta para enviar los datos necesarios para realizar el autoajuste de los parámetros de manera que los datos obtenidos fuesen los adecuados.



Figura x.1: Amplificador síncrono, marca Stanford Research Systems, modelo SR830. [1]

Programa en LabVIEW

Con la finalidad de generar un programa que permitiera obtener de manera automática los datos correspondientes a la corriente y el voltaje que circulaba a través de la muestra se hizo uso de dos herramientas; las cuales dadas sus características permitieron cumplir con este objetivo.

Descripción del programa

El diseño y desarrollo del programa se dividió en etapas de tal manera que fuese posible el identificar fácilmente posibles errores durante la programación.

A continuación se enuncian las etapas:

- Establecer como constante de tiempo 300 [ms]

- Establecer el voltaje de salida
- Esperar 20 x constante de tiempo (20 x 300 [ms])
- Ajusta el auto fase
- Esperar 20 x constante de tiempo
- Establecer la sensibilidad
- Esperar 20 x contante de tiempo
- Adquirir y registrar el dato correspondiente al voltaje a través de la muestra

Las etapas que se enuncian anteriormente forman parte de un ciclo que se generó con la finalidad de que se obtuvieran de manera automática los datos dentro de un rango de 0.004-0.020 [V] correspondiente al voltaje de entrada.

En la figura x.2 se puede apreciar el panel frontal del programa en LabVIEW en el cual para poder iniciar con la operación es necesario que el usuario ingrese el nombre del archivo y el valor de las tres resistencias colocadas en el circuito. Una vez que el programa ha terminado con la ejecución del ciclo se despliegan en pantalla 5 gráficas correspondientes a la evolución del voltaje de entrada 0.004 - 0.020 [V], la comparación entre el voltaje de entrada y el voltaje de salida, 2 gráficas correspondientes al voltaje de salida (voltaje a través de la muestra) y finalmente una gráfica que muestra la relación entre la corriente y el voltaje a través de la muestra. Así como una tabla con los datos que se recabaron durante el experimento.

Mientras el programa está en ejecución es posible observar cómo es que el voltaje a la entrada, la constante de tiempo y la sensibilidad van variando dependiendo el

voltaje que es leído por el programa de tal manera que los datos recabados sean los adecuados. Así mismo es calculada de manera teórica el valor de la corriente en el circuito.

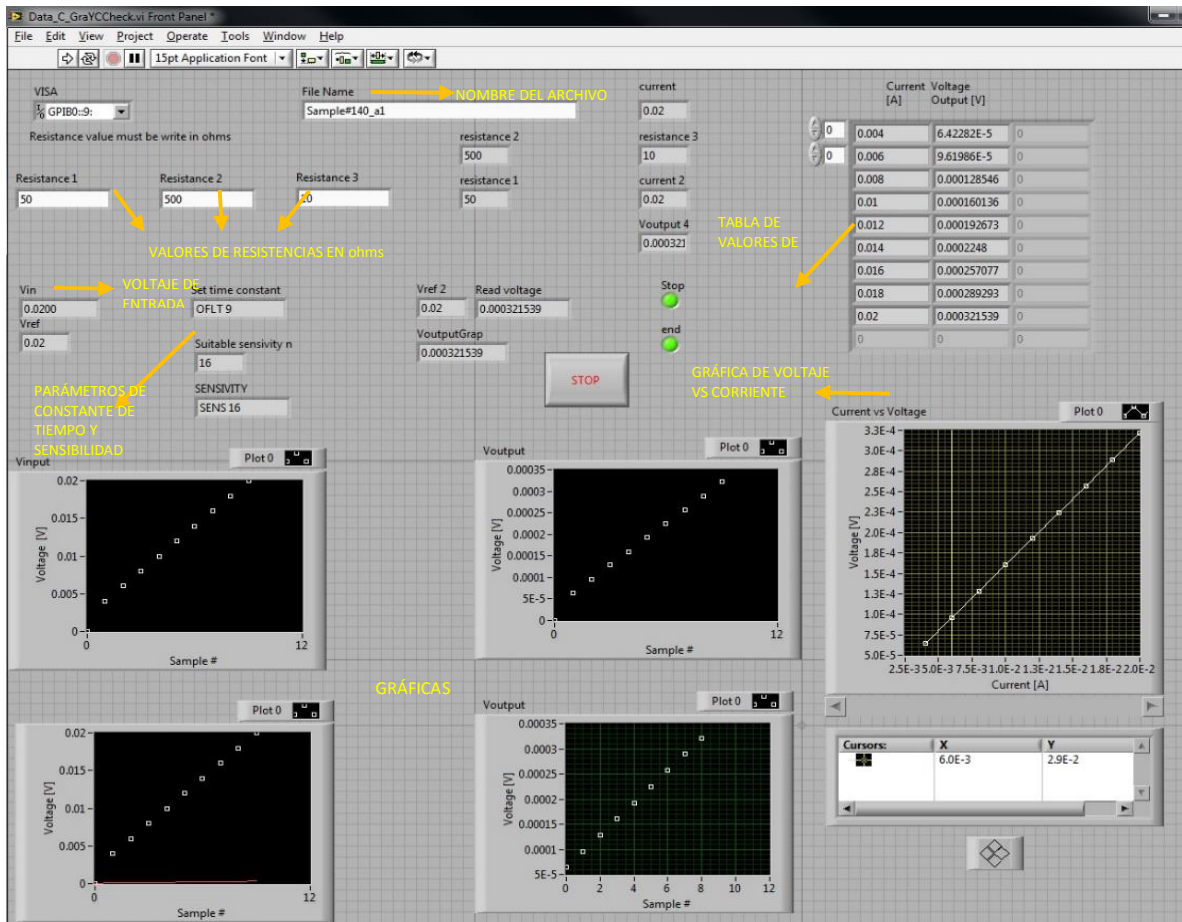


Figura x.2: Panel frontal del programa para la adquisición de datos.

Para facilitar el manejo de los datos adquiridos se enviaron a una hoja de Excel. Tal como se puede apreciar en la figura x.3

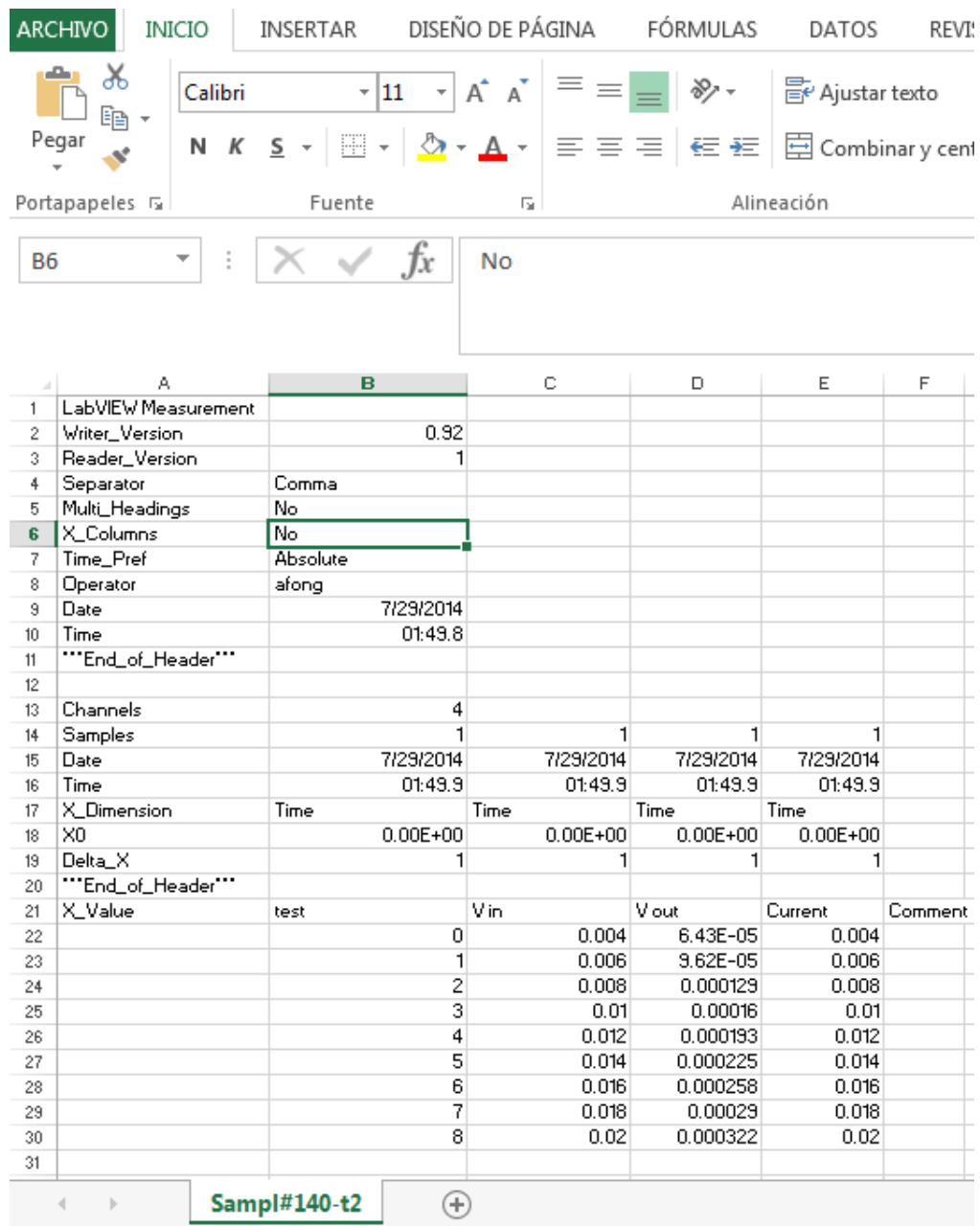


Figura x.3: Hoja de Excel con los datos exportados a partir del programa de LabVIEW.

Bibliografía

BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS

--Introducción--

- ⁱ D.T. Morelli, in *Encyclopedia of Applied Physics*, Vol. 21 (1997) p. 339.
- ⁱⁱ Bux, Sabah K. “Mechanochemical synthesis and thermoelectric properties of high quality magnesium silicide”. *Journal of Materials Chemistry* (2011) p. 8.
- ⁱⁱⁱ U. Winkler, *Helv. Phys. Acta*, 1955, 28, 633.
- ^{iv} V. Zaitsev, S. Ktitorov and M. Fedorov, in *CRC Handbook of Thermoelectrics*, CRC Press, 2009.
- ^v T.J. Seebeck, *Abh. K. Akad. Wiss.* (Berlin, 1823) p. 265.
- ^{vi} A.F. Ioffe, *Semiconductor Thermoelements and Thermoelectric Cooling* (Infosearch, London, 1957).
- ^{vii} J.C. Peltier, *Ann. Chem.* LVI (1834) p. 371.
- ^{viii} Terry M. Tritt and M.A. Subramanian. “Thermoelectric Materials, Phenomena, and Applications: A Bird’s Eye View”. *Mrs. Bulletin*, volume 31, march, 2006. p.229.
- ^x Voyager 1
- http://en.wikipedia.org/wiki/Voyager_1 (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)
- ^{xi} Doug Crane and Jhon LaGrandeur. “TEG On-Vehicle Performance and Model Validation and What It Means for Further TEG Development”. *Journal of electronic materials*, volume 42, issue 7, November, 2012, pp 1582-1583.
- <http://link.springer.com/article/10.1007/s11664-012-2327-8> (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

^{xii} DOE's Launch of High-Efficiency Thermoelectrics Projects

http://energy.gov/sites/prod/files/2014/03/f9/2004_deer_fairbanks2.pdf (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

^{xiv} Scavenger hunt

<http://alternativeenergy.electronicsspecifier.com/energy-harvesting/eteg-hv56-nextreme-es-design-magazine-scavenger-hunt> (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

[1] Terry M. Tritt and M.A. Subramanian. "Thermoelectric Materials, Phenomena, and Applications: A Bird's Eye View". Mrs. Bulletin, volume 31, march, 2006. p.229.

[2] Vehicle technologies office: waste heat recovery

<http://energy.gov/eere/vehicles/vehicle-technologies-office-waste-heat-recovery>.
(Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

[3] DOE's Launch of High-Efficiency Thermoelectrics Projects

http://energy.gov/sites/prod/files/2014/03/f9/2004_deer_fairbanks2.pdf (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

[4] Scavenger hunt

<http://alternativeenergy.electronicsspecifier.com/energy-harvesting/eteg-hv56-nextreme-es-design-magazine-scavenger-hunt> (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

[5] J.E. Garay, "Current-Activated, Pressure-Assisted Densification of Materials". Annual Review of Materials Research, volume 40, 2010. p. 445-468.

González, M. "Estudio y caracterización de aleaciones Zn-Sb para aplicaciones termoeléctricas". Tesis de maestría. Universidad Politécnica de Cataluña.

--Técnica de medición--

[1] Horst Czichos, Tetsuya Saito, Leslie Smith. *Springer Handbook of Materials measurement Methods*. Springer Science & Business Media, Jan 1, 2006.

[2] Operational amplifier

http://en.wikipedia.org/wiki/Operational_amplifier (Fecha de consulta: 11 de agosto 2014)

[3] Coughlin, Robert F., Driscoll, Frederick F., "Amplificadores operacionales y circuitos integrados lineales". Quinta edición. Prentice Hall, México, 1999.

--Descripción del experimento--

[1] http://www.humboldtmg.com/product-images/H-4954_lg.jpg (Fecha de consulta: 20 de septiembre 2014)

^{xv} Guzmán, F. (2013). Análisis de aceros por microscopía óptica. Tesis de licenciatura. Instituto Politécnico Nacional.

<http://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/12065/ANALISISACERO.pdf?sequence=1> (Fecha de consulta: 3 de enero 2015)

--Análisis de resultados --

[1] Laboratorio de química de materiales

<http://www.mda.cinvestav.mx/fa04h.htm> (Fecha de consulta: 25 de enero 2015)

--Anexo 1—

[2] Operational amplifier

http://en.wikipedia.org/wiki/Operational_amplifier (Fecha de consulta: 11 de agosto 2014)

[3] Coughlin, Robert F., Driscoll, Frederick F., “Amplificadores operacionales y circuitos integrados lineales”. Quinta edición. Prentice Hall, México, 1999

--Anexo 2--

[1] Datasheet LM741

<http://pdf.datasheetcatalog.com/datasheet2/6/0efft6sfduq488eehj6zap8611yy.pdf>
(Fecha de consulta: 13 de septiembre 2014)

[2] Datasheet AD524

http://www.analog.com/static/imported-files/data_sheets/AD524.pdf (Fecha de consulta: 13 de septiembre 2014)

--Anexo 3--

[1] Crystalbond

<http://www.2spi.es/catalog/mounts/crystalbond-wafer-mount.shtml> (Fecha de consulta: 21 de septiembre 2014)

--Anexo 4--

[1] Lock-In Amplifier

<http://www.thinksrs.com/products/SR810830.htm> (Fecha de consulta: 10 de octubre 2014)

Manual

<http://www.thinksrs.com/downloads/PDFs/Manuals/SR810m.pdf>

(Fecha de consulta: 10 de octubre 2014)
