

# EQUIPO DE SOLIDIFICACION UNIDIRECCIONAL DE COMPUESTOS ORGANICOS

O.Evequoz, C.Cattaneo\*, H.Bertorello\*\*.

Facultad de Matemáticas, Astronomía y Física, Universidad Nacional de Córdoba,  
Laprida 854, 5000 Córdoba.

Se describe un equipo para realizar experiencias de solidificación unidireccional que permite estudiar la morfología de la interfaz sólido-líquido de compuestos orgánicos.

El montaje experimental consiste en un delgado sobre de vidrio, dentro del cual se encuentra el material a estudiar, montado en un microscopio de transmisión. El sobre se desplaza con velocidad constante sobre dos platinas a diferentes temperaturas. De este modo se impone al sistema el gradiente térmico en el que ocurre la solidificación, pudiendo observarse y registrarse fotográficamente la morfología de la interfaz durante la transformación.

Las partes a detallar del equipo son:

- Platina de deslizamiento de la muestra.
- Control de velocidad de desplazamiento de la muestra.
- Sistema de iluminación para observación de la interfaz.
- Construcción de los sobres de vidrio portamuestras.

Con este equipo se puede observar *in situ* la morfología de la interfaz sólido-líquido de compuestos orgánicos durante experiencias de solidificación unidireccional, obteniendo así documentación (fotográfica) de la interfaz según sean las condiciones de la experiencia (gradiente térmico externo, velocidad de crecimiento de la interfaz, etc.).

El montaje experimental consiste de un microscopio de transmisión, en cuya platina se han montado una fuente fría y una fuente caliente para obtener el gradiente térmico externo. Sobre estas fuentes se desliza la muestra, la cual es retirada a velocidad constante por el extremo frío (fig.1).

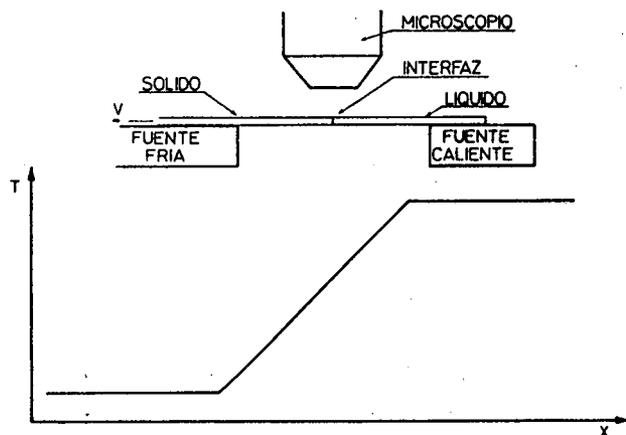


Figura 1: Esquema del montaje experimental

\*Becario CONICET

\*\* Investigador CONICET

A continuación se detallan las partes principales del equipo:

-Platina de deslizamiento de la muestra.

Está formada por dos guías de pertinax, que también sirven para fijar la distancia de separación de la fuente fría a la fuente caliente; cada guía posee dos ranuras (fig.2), la ranura inferior se utiliza como guía para el deslizamiento de la muestra y la ranura superior para la ubicación de la tapa del sistema.

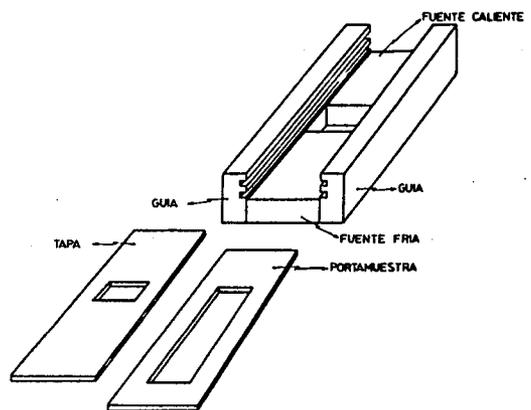


Figura 2: Platina de deslizamiento de la muestra

-Sistema de iluminación para observación de la interfaz.

Este sistema se construyó para disponer de una buena

iluminación de la interfaz, la cual, en algunas situaciones, debe ser fotografiada con alta velocidad de obturación.

El sistema está formado por una lámpara de filamento y una lente condensadora, montadas dentro de un tubo de metálico el que va adosado a la entrada de iluminación del microscopio (fig.3).

Para optimizar el ajuste del sistema, la lente posee dos grados de libertad de movimiento, y la lámpara también posee dos grados de libertad de movimiento más la posibilidad de pivotar alrededor de su eje

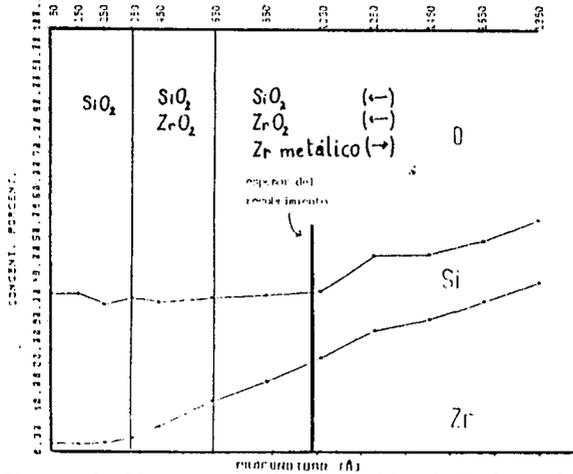


Figura 3: Sistema de iluminación de la interfaz.

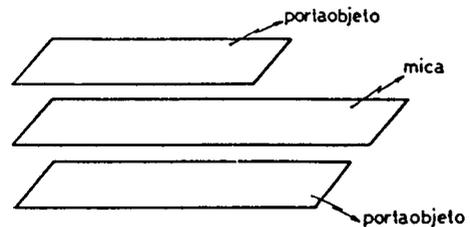
-Control de velocidad de desplazamiento de la muestra. Consta de dos partes: a) un motor de corriente continua que permite la regulación continua de la velocidad, y b) una caja mecánica reductora de velocidad que permite realizar cambios discretos de la velocidad. La velocidad de rotación del motor es controlada mediante el uso de un controlador de velocidad que se detalla a continuación.

La base de funcionamiento del controlador es la comparación entre la tensión de alimentación del motor y la tensión obtenida de la velocidad de rotación del mismo; la diferencia entre estas se usa para realimentar el motor.

La tensión debida a la velocidad de rotación del motor se obtiene sensando la frecuencia de rotación del mismo por medio de un optodetector y una rueda dentada solidaria al eje del motor; la frecuencia se convierte en tensión mediante un conversor de frecuencia a tensión (un integrado que tiene una relación lineal entre frecuencia de entrada y la tensión de salida).

La tensión de salida del mencionado conversor y la referencia, que se obtiene mediante un divisor resistivo, se comparan con un amplificador operacional en configuración restadora cuya salida se utiliza como realimentación de tensión para el motor.

-Construcción de los sobres de vidrios porta muestra. Los porta-muestra se construyeron usando dos láminas de vidrios del tipo porta-objetos para experiencias con velocidades bajas, o del tipo cubre-objetos para experiencias con velocidades altas. La separación entre las láminas de vidrio se obtiene utilizando un separador de mica (fig.4). Las láminas se colocan entre dos bloques de grafito, todo el paquete se prensa y se lo pone a calentar en un mechero. Una vez que el paquete está caliente las láminas de vidrio son soldadas utilizando un soplete de punta fina de gas natural y oxígeno. Finalmente se le hace un recocido al sobre de vidrio para eliminar tensiones.



-Sobre de vidrio.

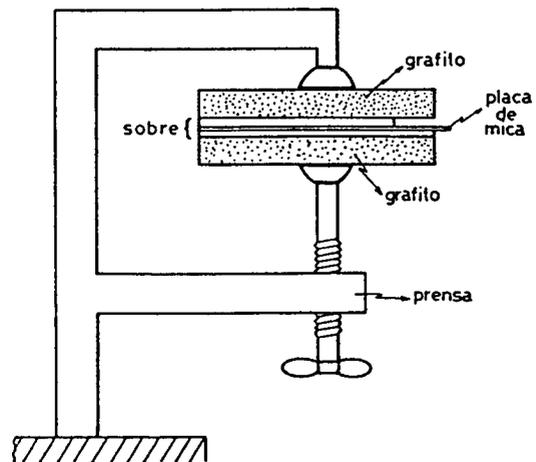


Figura 4: Construcción de los sobres portamuestras.