

Gradu Amaierako Lana/Trabajo Fin de Grado
Fisikako Gradua/Grado en Física

Propiedades radiativas y ópticas de una herramienta de corte compuesta por nitruro de boro cúbico



Egilea/Autor:

Iñigo González de Arrieta Martínez

Zuzendaria/Director/a:

Raúl Benjamín Pérez Sáez

Resumen

Se ha medido la emisividad espectral ($2,5 - 25\mu\text{m}$) normal de una herramienta de corte industrial, compuesta en un 55% por nitruro de boro cúbico (cBN), en el rango de temperaturas $200 - 1000\text{ }^\circ\text{C}$.

La emisividad medida muestra un comportamiento suavemente descendente al aumentar la longitud de onda, propio de metales, con un descenso pronunciado alrededor de $9\mu\text{m}$. Este valle se corresponde con la emisividad calculada para el cBN cúbico puro en la literatura, que sin embargo no exhibe el comportamiento metálico medido. Así mismo, se observa que la emisividad espectral es esencialmente independiente de la temperatura, aunque no así la emisividad total.

Los resultados experimentales para el cBN puro indican que la reflectividad de dicho compuesto se puede explicar satisfactoriamente mediante un modelo de Lorentz para dieléctricos, mientras que el ajuste teórico de la reflectividad medida para la herramienta de corte necesita incluir una contribución del modelo de Drude para explicar el comportamiento metálico observado. Este modelo combinado se ajusta razonablemente bien a las medidas, y revela que la herramienta de corte se comporta como un semiconductor degenerado, con una alta densidad de portadores libres. Además, permite realizar una estimación teórica de sus constantes ópticas.

Por último, se ha realizado un estudio sobre la medida y el control de la temperatura de la muestra, empleando distintos métodos de unión termopar.

Índice general

Introducción y objetivos	3
1.1. Objetivos del trabajo	3
1.2. Nitruro de boro cúbico (cBN) y herramientas de corte basadas en nitruro de boro cúbico	3
1.3. Fundamento teórico	5
1.3.1. Fundamentos de la radiación térmica	5
1.3.2. Medición de temperaturas por pirometría	7
1.3.3. Propiedades ópticas de los sólidos	8
Desarrollo	11
2.1. Experimental	11
2.1.1. Método de medida	11
2.1.2. Estudio del control de temperaturas	14
2.2. Resultados y discusión	16
2.2.1. Resultados	16
2.2.2. Ajuste al modelo de Drude-Lorentz	21
Conclusiones	27

Introducción y objetivos

1.1. Objetivos del trabajo

El objetivo inicial de este trabajo era la familiarización con la metodología de la física experimental a través de medidas radiométricas de una herramienta de corte. El interés de dichas medidas estaba relacionado con la medición de temperaturas por pirometría y el consecuente control automático de velocidad en los procesos industriales de arranque de viruta. Sin embargo, como ocurre con muchos trabajos de investigación, al medir las propiedades radiativas del material elegido aparecieron resultados que ampliaron notablemente los objetivos iniciales. Como consecuencia, los objetivos del trabajo se pueden sintetizar en cuatro puntos:

- Familiarización con los métodos experimentales en el campo de la radiación térmica.
- Medida de la emisividad espectral normal, en función de la temperatura, de una herramienta de corte industrial basada en nitruro de boro cúbico (cBN).
- Interpretación teórica de las curvas espectrales de reflectancia de la muestra medida, mediante los modelos microscópicos de Drude y Lorentz para electrones e iones.
- Estudio específico sobre el control y la medida de la temperatura de la muestra.

1.2. Nitruro de boro cúbico (cBN) y herramientas de corte basadas en nitruro de boro cúbico

El nitruro de boro (BN) es un material isoelectrónico con el carbono. Al igual que este elemento, presenta dos formas cristalinas fundamentales: hexagonal (análoga al

grafito) y cúbica (análoga al diamante). La forma que nos ocupa en este trabajo es la cúbica, cuyas propiedades más importantes se resumen a continuación:

- Una dureza de 4500 en la escala de Knoop, frente a 7000 del diamante y menos de 2000 para la mayoría de materiales [1].
- Una conductividad térmica teórica de $1300 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$, frente a $600 - 1000$ para diamantes de tipo Ia [1].
- Un gap indirecto de 6,36 eV, situado en la región del ultravioleta [2].

Como era de esperar, estas propiedades son similares a las del diamante, debido a que se trata de materiales isoelectrónicos. Por ello, el cBN es un material idóneo para sustituir al diamante en algunas de sus aplicaciones, entre otras: electrónica de alta potencia y optoelectrónica [3], y como abrasivo o herramienta de corte [4].

La razón de emplear cBN en lugar de diamante reside en dos propiedades notables de dicho material:

- El cBN es químicamente inerte, mientras que el diamante reacciona con metales formando carburos [4].
- El diamante comienza a oxidarse a 600°C y se convierte en grafito a temperaturas por encima de los 900°C , mientras que el cBN permanece estable hasta los 2000°C [4].

Esta combinación de dureza, estabilidad química y resistencia a altas temperaturas hacen del cBN un material idóneo para construir herramientas de corte para una gran variedad de procesos industriales (en particular, para mecanizado de metales).

El material que se ha estudiado en este trabajo, del cual no se ha encontrado ninguna referencia bibliográfica, es una herramienta de corte, compuesta por una mezcla de cBN con diversos materiales cerámicos. Su composición y propiedades están detalladas en la referencia [5]. La adición de cerámicos permite aprovechar la dureza y capacidad abrasiva del cBN puro, resolviendo el principal problema que presenta dicho material para este tipo de aplicaciones: su gran fragilidad. Los compuestos empleados en la mezcla son: TiC, TiN, TiCN, Al_2O_3 , TiB_2 y WC, en proporciones no especificadas por el fabricante. Esto dificulta el análisis de los datos e impide atribuir propiedades concretas a la presencia de determinados compuestos.

El espectro de propiedades ópticas del cBN puro ha sido medido por varios autores, mediante una serie de técnicas espectroscópicas, para monocristales, muestras compactadas policristalinas, polvo y láminas delgadas. Así mismo, se han desarrollado interpretaciones teóricas para explicar dichas propiedades [6 – 12].

1.3. Fundamento teórico

En las líneas que siguen se presentan brevemente los fundamentos en los que se apoyan las medidas radiométricas y las interpretaciones teóricas de las mismas.

1.3.1. Fundamentos de la radiación térmica

La radiación térmica es uno de los tres modos de transferencia del calor, y su estudio experimental y teórico es crucial para numerosas aplicaciones tecnológicas, tales como la medición de temperaturas por pirometría [13], energía solar [14], moderadores nucleares [15], tecnología aeroespacial [16], hornos industriales, y en general cualquier problema de ingeniería en el cual existan transferencias de calor.

La ley fundamental que describe la radiación térmica es la *ley de Planck* [17]:

$$E_{\lambda b}(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 (\exp(\frac{hc}{\lambda k_B T}) - 1)} \quad (1.1)$$

donde h es la constante de Planck, c la velocidad de la luz en el vacío y k_B la constante de Boltzmann.

Esta famosa ley describe la cantidad de energía emitida por un cuerpo negro a una cierta longitud de onda y forma la base de los procesos de transferencia de calor por radiación. No obstante, la aproximación de cuerpo negro es incorrecta para la gran mayoría de cuerpos reales, en particular los metales.

Para describir el comportamiento radiativo de los materiales reales, se define la *emisividad* de un cuerpo como el cociente entre la energía emitida y la correspondiente a un cuerpo negro a la misma temperatura y longitud de onda [18]:

$$\varepsilon(\lambda, T, \theta) = \frac{E_{\lambda}(\lambda, T, \theta)}{E_{\lambda b}(\lambda, T)} \quad (1.2)$$

La dependencia con la variable polar θ responde al hecho de que los materiales reales, al contrario que los cuerpos negros, no emiten de forma isótropa [17].

Junto con la emisividad, existen otras cantidades que describen el comportamiento radiativo de los materiales reales. Se define la *absortividad* como el cociente entre la radiación absorbida por un cuerpo y el total de energía incidente [17]:

$$\alpha(\lambda, T, \theta) = \frac{E_{abs}(\lambda, T, \theta)}{E_i(\lambda, T, \theta)} \quad (1.3)$$

En equilibrio térmico, un elemento de área debe emitir tanta radiación como recibe. Esto lleva a que, en particular, si está en equilibrio con un cuerpo negro, las energías emitida y absorbida sean:

$$\begin{aligned} dE_{em} &= \varepsilon(\lambda, T_1, \theta) E_{\lambda b}(\lambda, T_1) dA \cos \theta d\lambda d\Omega, \\ dE_{abs} &= \alpha(\lambda, T_1, \theta) E_{\lambda b}(\lambda, T_2) dA \cos \theta d\lambda d\Omega. \end{aligned} \quad (1.4)$$

donde $d\Omega$ es el diferencial de ángulo sólido, y el factor $\cos \theta$ se debe a que el área que emite es la proyección sobre la dirección, y no el área total (*ley del coseno de Lambert*) [18].

Puesto que ambos cuerpos están en equilibrio térmico, $T_1 = T_2$, lo que lleva a:

$$\alpha(\lambda, T, \theta) = \varepsilon(\lambda, T, \theta) \quad (1.5)$$

Este resultado se conoce como *primera ley de Kirchoff*, y relaciona las propiedades radiativas (ε) y ópticas (α) de los materiales [17][18].

Otra propiedad óptica de relevancia es la *reflectividad*, el cociente entre radiación reflejada de una dirección a otra con respecto al total de energía incidente en la dirección inicial [17].

$$\rho(\lambda, T, \theta_i, \theta_f) = \frac{E_{ref}(\lambda, T, \theta_f)}{E_i(\lambda, T, \theta_i)} \quad (1.6)$$

La reflectividad está relacionada con la absorptividad por la ley de conservación de la energía. La energía que incide sobre una muestra en una dirección dada puede reflejarse o ser absorbida (suponiendo que el material es opaco a esa longitud de onda y, por tanto, la radiación no lo puede atravesar). De esta forma, la suma de la absorptividad y la reflectividad integrada *sobre todas las direcciones finales* debe ser 1:

$$\alpha(\lambda, T, \theta) + \rho(\lambda, T, \theta) = 1 \quad (1.7)$$

Este resultado se conoce como la *segunda ley de Kirchoff*.

Las magnitudes definidas arriba son cantidades espectrales y direccionales. No obstante, a menudo es de interés caracterizar las propiedades radiativas globales del sistema, sin necesidad de conocer la dependencia explícita con λ o θ . Para calcular dichas cantidades se integra sobre todo el dominio de alguna de las variables. Se

denominan *hemisféricas* si la integral se realiza en todo el ángulo sólido, y *totales* si es la longitud de onda (o frecuencia) la variable integrada.

En particular, es de gran importancia la emisividad total, puesto que aparece de forma explícita en la *ley de Stefan-Boltzmann*, que relaciona la energía total emitida en función de la temperatura, y es de gran importancia en cálculos de transmisión de calor [18]:

$$E(T) = \varepsilon(T)\sigma T^4 \quad (1.8)$$

donde (T) es el flujo total de energía emitida por la superficie ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$), y σ es la constante de Stefan-Boltzmann.

Este factor T^4 explica la importancia tecnológica de la radiación térmica. La radiación es el modo dominante de transmisión de calor a temperaturas altas, lo cual la convierte en un fenómeno crucial para aplicaciones tecnológicas en las cuales tengan lugar transferencias de calor a alta temperatura [17]. Además, se trata del único modo de transmisión de calor que no requiere de un medio material, por lo que cobra especial importancia en sistemas operando en vacío, como los satélites [16].

1.3.2. Medición de temperaturas por pirometría

La aplicación tecnológica para la que se realizan estas medidas es la medición remota de temperaturas (*pirometría*), con vistas a optimizar la velocidad de los procesos de mecanizado [13].

La temperatura es una de las variables fundamentales a tener en cuenta en el mecanizado industrial, puesto que un gran número de parámetros físicos del proceso dependen directa o indirectamente de ésta, como, por ejemplo, el desgaste, la fricción y el calor específico [13]. Esto hace que sea esencial poder monitorizar la temperatura del proceso en todo momento, con el fin de optimizar la velocidad máxima que puede soportar la pieza a mecanizar.

Además de la temperatura, la emisividad depende de propiedades como la rugosidad y el estado de oxidación de la superficie, lo que hace que sea crucial una buena caracterización de la muestra, así como trabajar en las mismas condiciones ambientales y térmicas en las que se va a emplear la herramienta. De lo contrario, se puede incurrir en graves discrepancias entre los valores de ε medidos y los reales, que se traducen en errores en la estimación de la temperatura y posibles fallos del sistema de mecanizado.

Uno de los métodos propuestos para la medición de temperaturas por pirometría es el que involucra el *punto de Christiansen*, una longitud de onda en la cual el material se comporta como un cuerpo negro ($\varepsilon = 1$) [19]. Este punto se observa en

materiales dieléctricos, como el cBN [6], y se suele ubicar en el infrarrojo medio. La utilidad de medir la radiación emitida en ese punto, aparte de la simplificación que supone trabajar directamente con la ley de Planck, es que es aproximadamente independiente de la temperatura [19]. Por tanto, uno de los objetivos principales al medir la emisividad un material para aplicaciones de pirometría es determinar la existencia o no de dicho punto, ya que puede ser determinante a la hora de elegir qué método pirométrico emplear.

1.3.3. Propiedades ópticas de los sólidos

Tal y como se ha visto, por las leyes de Kirchhoff, el estudio de las propiedades radiativas de un material es equivalente al estudio de su espectro de absorción.

El material principal de la herramienta de corte es el nitruro de boro cúbico, un semiconductor de gap ancho [2]. Por tanto, los electrones del material no presentarán transiciones interbanda en el rango de longitudes de onda correspondiente al infrarrojo medio ($\sim 50 - 150$ meV), y sus propiedades ópticas en dicha zona del espectro pueden describirse mediante un modelo clásico de interacción radiación-materia [17].

En los modelos clásicos, todos los resultados se derivan de las ecuaciones de Maxwell, en las cuales las propiedades no magnéticas se manifiestan en dos magnitudes: la permitividad ϵ y la conductividad σ [17]. En corriente continua, dichas magnitudes tienen cada una un significado físico bien diferenciado, que desaparece al introducir campos alternos. En ese caso, ϵ y σ aparecen siempre combinadas por medio de la siguiente función compleja [20]:

$$\tilde{\epsilon} = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} + \frac{i\sigma}{\omega\epsilon_0} \quad (1.9)$$

$\tilde{\epsilon}$ se denomina *función dieléctrica compleja* y es la magnitud física que debe predecir un modelo clásico de la interacción radiación-materia. Conocida una expresión para $\tilde{\epsilon}(\omega)$, las ecuaciones de Maxwell permiten derivar los coeficientes de transmisión y reflexión de Fresnel, que describirán las propiedades ópticas del material. En concreto, la expresión para la reflectividad normal de un material es [20]:

$$\rho(\omega) = \left| \frac{\sqrt{\tilde{\epsilon}(\omega)} - 1}{\sqrt{\tilde{\epsilon}(\omega)} + 1} \right|^2 \quad (1.10)$$

La dependencia de $\tilde{\epsilon}$ con la frecuencia viene dada por la presencia o ausencia de determinados mecanismos de polarización del material en cada uno de los rangos del espectro [21].

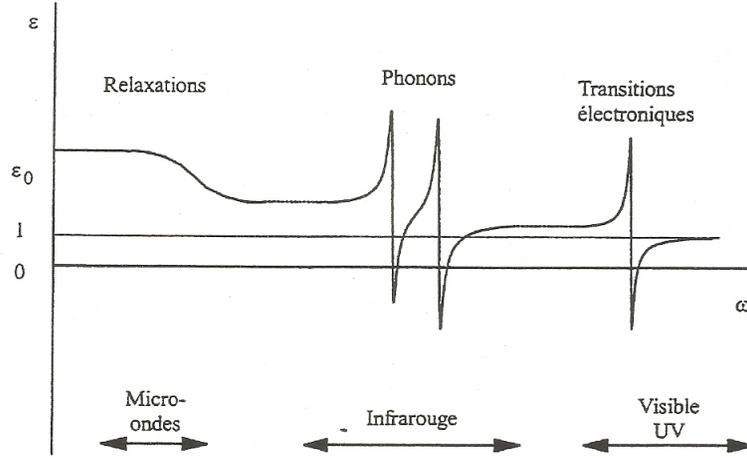


Figura 1.1: Dependencia de las partes real e imaginaria de $\tilde{\epsilon}$ con la frecuencia para un material dieléctrico [21].

Como se puede observar en la Figura 1.1, hay tres contribuciones fundamentales a la permitividad de un material dieléctrico: relajaciones dipolares, resonancias iónicas y resonancias electrónicas. A frecuencias bajas, las tres están presentes, pero, a medida que la frecuencia se acerca a la región de las *microondas*, los tiempos de relajación de los dipolos son demasiado altos para responder en fase con la variación del campo. Lo mismo ocurre para las resonancias iónicas en el rango del *infrarrojo* y las electrónicas en el *ultravioleta*.

Por tanto, en el rango de frecuencias que se estudia en este trabajo (infrarrojo medio), las contribuciones a la permitividad son: una dependencia electrónica esencialmente independiente de la frecuencia, debido a la lejanía de su frecuencia de resonancia; y una contribución iónica que presentará una fuerte dependencia con ω . A lo largo de todo el análisis, la contribución electrónica se denotará por una constante ϵ_∞ .

El modelo clásico de $\tilde{\epsilon}(\omega)$ más sencillo y usado es el de Lorentz, que describe el movimiento de los iones como el correspondiente a osciladores armónicos forzados. De esta forma, la ecuación para la distancia de separación de un par iónico es [21]:

$$\mu[\ddot{x} + \gamma\dot{x} + \omega_0^2x] = qE_{local} \quad (1.11)$$

donde μ es la masa reducida del par, γ es la constante de amortiguación, q es la carga efectiva del ión positivo, y E_{local} es el campo microscópico local.

La razón de considerar únicamente sólidos iónicos reside en el hecho de que el modelo de Lorentz, al ser clásico, no puede ser aplicado a enlaces covalentes perfectos. No obstante, todo enlace covalente entre átomos diferentes presenta una cierta asimetría de carga [20], con lo que el modelo de Lorentz se puede aplicar al cBN considerando cargas iónicas efectivas.

La solución de la ecuación del oscilador armónico forzado lleva a una expresión para el momento dipolar en función del campo:

$$\vec{p} = q\vec{x} = \left(\frac{q^2}{\mu}\right) \frac{\vec{E}}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\omega\gamma} \quad (1.12)$$

Dado un sistema de N osciladores armónicos por unidad de volumen, donde una proporción f_i de ellos tienen masa μ_i , frecuencia de resonancia ω_i , carga q_i y constante de amortiguación γ_i , la función dieléctrica del sistema viene dada por [17] [21]:

$$\tilde{\epsilon}(\omega) = \epsilon_\infty + \sum_i \frac{\omega_{pi}^2}{\omega_{0i}^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_i} \quad (1.13)$$

donde las magnitudes ω_{pi} se denominan *frecuencias de plasma* y se definen como $\omega_{pi}^2 = Nf_i q_i^2 / \epsilon_0 \mu_i$. De esta forma, cada oscilador queda definido por completo por una terna $(\omega_p, \omega_0, \gamma)$.

La ecuación (1.13) corresponde a la función dieléctrica de un material genérico compuesto por iones y electrones ligados, pero también se puede describir el comportamiento de electrones libres si se consideran osciladores de carga $-e$, masa m_e y sin fuerza de recuperación ($\omega_{0i} = 0$). De este modo, la función dieléctrica de un metal viene descrita por el modelo de Drude (caso particular de Lorentz):

$$\tilde{\epsilon}(\omega) = \epsilon_\infty - \frac{\omega_p^2}{(\omega^2 + i\omega\gamma)} \quad (1.14)$$

donde la frecuencia de plasma es $\omega_p^2 = ne^2 / \epsilon_0 m^*$, siendo n la densidad de portadores libres y m^* su masa efectiva.

Desarrollo

2.1. Experimental

2.1.1. Método de medida

La emisividad se puede medir empleando métodos calorimétricos o radiométricos, que a su vez se dividen en métodos directos e indirectos, en función de si lo que se mide es la emisividad o cantidades relacionadas, como la reflectividad [22].

El método empleado en este trabajo es radiométrico directo y está explicado en detalle en la referencia [22]. El dispositivo experimental empleado consiste en cuatro módulos: una cámara con un portamuestras, un cuerpo negro de emisividad $\varepsilon > 0,995$, un espectrómetro FTIR, y un sistema de guiado óptico.

En la Figura 2.2 está representado el esquema del montaje experimental completo.

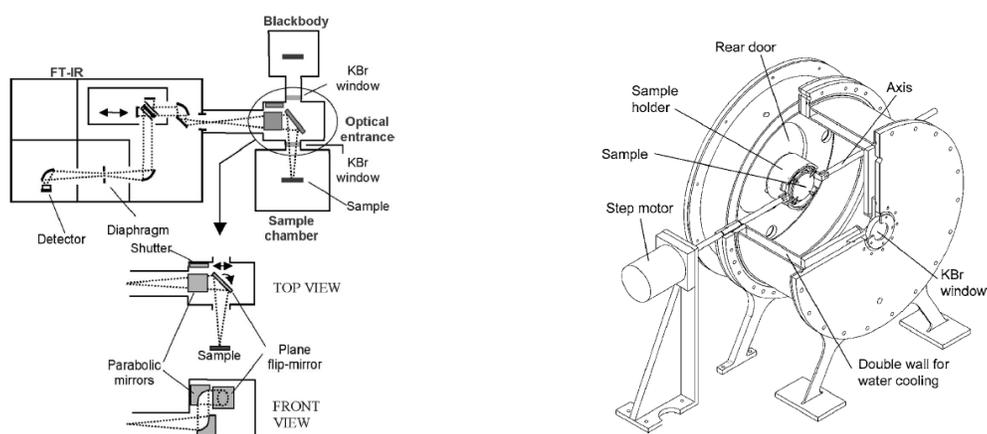


Figura 2.2: Esquema del radiómetro y de la cámara del portamuestras.

Tanto el cuerpo negro como el portamuestra están separados del sistema de guiado por unas ventanas de KBr, que permiten la transmisión de casi el 100% de la radiación en el rango $0,23 - 25\mu\text{m}$. Esto, unido al hecho de que el detector es sensible para señales en el rango $1,28 - 27\mu\text{m}$, limita el rango de medición a $1,28 - 25\mu\text{m}$ (el rango efectivo a menudo es menor debido a un aumento del error en los extremos). Este rango es justamente el que corresponde a la mayor parte de la radiación térmica para temperaturas entre 400°C y 1200°C , según la ecuación (1.1).

El portamuestras está conectado a un rotor que permite analizar la dependencia direccional de la emisividad, aunque en este trabajo todas las medidas han sido normales.

Para calentar la muestra, se ha empleado un hilo conductor, enrollado en forma de espiral, dentro de una placa de alúmina sobre la que se monta la muestra, con el fin de evitar contactos eléctricos con el material. El calentamiento se produce por radiación del hilo incandescente, con lo que funciona tanto en vacío como en atmósfera.

La medición de temperaturas se realizó mediante termopares de tipo K insertados en unos orificios practicados en la muestra, lejos del área de detección del medidor para no interferir con el proceso de emisión. La discusión sobre el tipo de técnica empleada para colocar los termopares se encuentra en la sección 2.1.2.

Con el fin de minimizar la radiación de fondo del aparato, la cámara del portamuestras posee un sistema de refrigeración que la mantiene a temperatura ambiente. Dicha temperatura también está controlada por dos termopares de tipo K, esta vez colocados de la manera usual (soldados a la cámara metálica).

La cámara está conectada a una bomba de vacío rotatoria que permite reducir la presión interior hasta $0,3\text{ Pa}$. También puede ser purgada con gases inertes (en particular, Ar). El modo de empleo de la cámara (vacío o atmósfera inerte de Ar) vendrá determinado por las características del material y del hilo calefactor.

Los diversos métodos radiométricos directos difieren en la forma de deducir la emisividad real de la muestra a partir de la señal recibida por el detector. Esto se debe a que la señal recibida por el radiómetro no se corresponde exactamente con la señal pura correspondiente a la muestra, sino que contiene otras fuentes de radiación no deseada, además de una cierta función respuesta propia del detector [23].

El método empleado se denomina *blacksur* y supone que la emisividad de la cámara que contiene la muestra es exactamente 1, por lo que, sabiendo la temperatura de la cámara y de la muestra, la señal recibida sólo depende de dos parámetros [23].

La señal recibida por el detector es la siguiente:

$$S(\lambda, T_s) = R(\lambda)[\varepsilon(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_s) + \rho(\lambda, T_s)L_b(\lambda, T_{sur}) + S_0(\lambda)] \quad (2.15)$$

donde R es la función respuesta del radiómetro, T_s la temperatura de la muestra, T_{sur} la temperatura de la cámara, L_b la señal de cuerpo negro a la longitud de onda λ y temperatura T_s , ε y ρ la emisividad y reflectividad de la muestra, y S_0 la señal de ruido ambiental.

La refrigeración constante del dispositivo experimental permite que todos los valores sean independientes de la temperatura salvo precisamente el que queremos medir, ε y $\rho = 1 - \varepsilon$). Al ser la señal de cuerpo negro L_b una función conocida de λ y T , el problema experimental reside en calcular la función respuesta y el ruido del sistema de medida [23].

Para ello, el método *blacksur* utiliza dos cuerpos negros a diferentes temperaturas, cuyas señales vendrán dadas por:

$$S_1(\lambda, T_1) = R(\lambda)[L(\lambda, T_1) + S_0(\lambda)] \quad (2.16)$$

$$S_2(\lambda, T_2) = R(\lambda)[L(\lambda, T_2) + S_0(\lambda)] \quad (2.17)$$

Así, es inmediato determinar R y S_0 .

La razón de usar el método *blacksur* radica en el hecho de que un análisis comparativo de las fuentes de error sistemáticas para distintos métodos de medida reveló que era el más preciso de todos los estudiados [23]. En la referencia [24], se puede encontrar un estudio exhaustivo de las fuentes de error para ese método concreto. Las principales conclusiones de dicho análisis son las siguientes:

- El error es mínimo para $\lambda \simeq 5\mu\text{m}$ y aumenta mucho más rápidamente a longitudes de onda cortas.
- El error disminuye al aumentar la temperatura, aunque dicha dependencia sea más suave que la anterior.

Por tanto, se espera que los datos más precisos se correspondan con el rango 5–10 μm , para las temperaturas más altas, donde el error combinado de todas las fuentes es siempre inferior al 2% [24].

Por otra parte, existe una fuente de error adicional a tener en cuenta, debida al propio funcionamiento del espectrómetro FTIR. Dicho aparato muestrea la señal a intervalos constantes de frecuencia $\sigma = 1/\lambda$. La relación entre los incrementos de ambas cantidades es la siguiente:

$$d\sigma = -\frac{1}{\lambda^2}d\lambda \quad (2.18)$$

De la ecuación (2.18) se ve que un muestreo constante en σ se traduce en un muestreo inhomogéneo en λ , donde las longitudes de onda cortas están sobrerrepresentadas frente a las largas. Esto provoca que, para $\lambda > 20\mu\text{m}$, los datos escaseen y predomine la interpolación. No obstante, esto no supone un problema grave, puesto que el error en la determinación de la emisividad comienza a ser alto ($\sim 10\%$) a dichas longitudes de onda. Por tanto, un mayor muestreo en dicha región no mejoraría necesariamente el resultado.

2.1.2. Estudio del control de temperaturas

En esta sección se describe una aportación sobre el control y la medida de la temperatura de la muestra. El método empleado puede aplicarse a cualquier tipo de muestra.

Para medir la temperatura de la superficie del material, se han empleado dos termopares de tipo K colocados de forma diametralmente opuesta lo suficientemente lejos del centro de la muestra como para no interferir en la emisión, pero lo suficientemente cerca como para medir con precisión suficiente la temperatura del sistema.

No obstante, el cBN puro es un material dieléctrico, por lo que el método estándar de medición de temperaturas mediante termopares soldados a la superficie entraña complicaciones técnicas. Por ello, se ha ensayado un método alternativo, mediante la perforación de la muestra y la introducción de los termopares por los orificios.

Para comprobar la fiabilidad de este método, se preparó una muestra de hierro Armco, en la cual se colocaron seis termopares con tres métodos distintos:

- 1: Soldando primero los extremos del termopar entre sí y luego soldando la unión a la muestra.
- 2: Soldando cada extremo del termopar a la muestra por separado.
- 3: Introduciendo cada extremo por un orificio perforado en la muestra.

Se realizaron dos series de mediciones, una en vacío y otra en una atmósfera inerte de Ar, con el fin de determinar el papel de los modos no radiativos de transmisión de calor en la estabilidad de los termopares. Los rangos de temperaturas estudiados en cada caso fueron de $20^\circ\text{C}-800^\circ\text{C}$ y $200^\circ\text{C}-800^\circ\text{C}$, respectivamente.

Se han comparado las medidas de cada método entre sí, obteniendo la media de las lecturas de los dos termopares correspondientes en cada caso y hallando la desviación media. Los resultados se muestran en las Figuras 2.3 y 2.4.

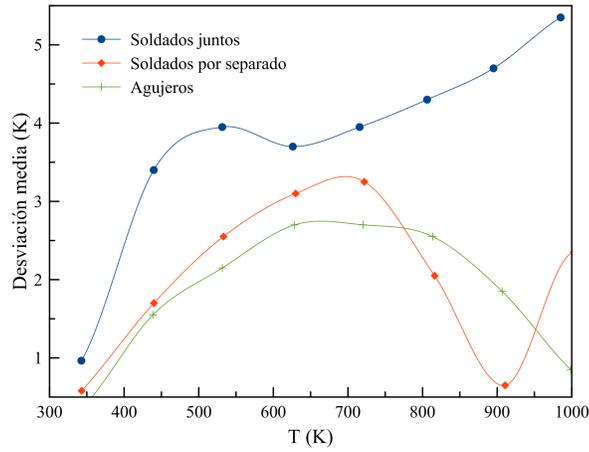


Figura 2.3: Desviación media de las medidas en vacío.

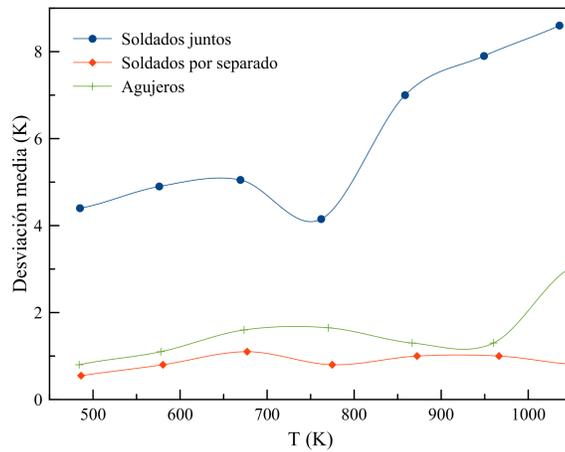


Figura 2.4: Desviación media de las medidas en atmósfera inerte.

Se puede ver que el primer método (*juntos*) es mucho más impreciso que los otros dos, especialmente a altas temperaturas. Esto era esperable, puesto que es el método más delicado desde el punto de vista de la preparación. Al requerir soldar los termopares entre sí en primer lugar, se corre el riesgo de que la unión termopar no se dé justo en el punto de unión con la superficie y, por tanto, no esté en contacto directo con la muestra, provocando medidas erróneas. Esta imprecisión es mayor aún para la segunda medición en atmósfera inerte. Esto no era esperable, puesto que la presencia

de la atmósfera implica una mayor homogeneidad térmica, y debería reducir el error derivado de una unión termopar alejada de la superficie. Esta anomalía puede deberse a que el método 1 es especialmente inestable frente a sucesivos ciclos térmicos, lo que lo hace aún menos deseable.

Por el contrario, los otros dos métodos son relativamente estables y muestran un comportamiento muy similar en todo el rango de temperaturas estudiado. El análisis no es lo suficientemente exhaustivo como para determinar diferencias significativas entre ambos métodos, aunque la evidencia sugiere que el método 2 (*separados*) es más adecuado para medidas en atmósfera inerte, y el método 3 (*agujeros*) para medidas en vacío. Es reseñable el hecho de que el método 2 (*separados*) presente un error extraordinariamente pequeño en una región estrecha alrededor de $900K$. Un análisis más exhaustivo podría determinar si ese error anormalmente bajo es real o si se trata de un efecto de la configuración concreta de los termopares en este experimento.

Como conclusión, se puede determinar que los métodos 2 y 3 son, dentro de la precisión del análisis, fundamentalmente equivalentes, y mucho más precisos que el método 1. En el rango de temperaturas que se maneja, el error es consistentemente inferior a 3 grados ($< 0,01\%$). Esto da una cierta confianza en el empleo del método 3 a la hora de medir temperaturas de muestras dieléctricas, donde los métodos 1 y 2 no son fáciles de llevar a cabo.

2.2. Resultados y discusión

2.2.1. Resultados

Con el fin de caracterizar adecuadamente todas las dependencias paramétricas de la emisividad, se determinó la rugosidad de la muestra por medio de tres parámetros, recogidos en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1: Rugosidad de la muestra (en μm).

R_a	R_z	R_t
0,09	0,82	1,47

donde R_a es la rugosidad media, R_z la altura máxima media y R_t la altura máxima absoluta.

La muestra se sometió a seis ciclos térmicos. En cada uno de esos ciclos, la temperatura se fue subiendo en escalones de ~ 100 °C, con tiempos de espera de 10 – 20

minutos en cada uno de ellos. Estos tiempos de estabilización fueron necesarios para una correcta medición de la emisividad, puesto que se trata de una propiedad definida en equilibrio térmico.

En las figuras 2.5 y 2.6 se han representado las emisividades normales para el primer y sexto ciclo térmico, a tres temperaturas diferentes. El primer ciclo se realizó en atmósfera inerte de Ar con un calefactor de Kanthal (aleación de FeCrAl), que fue sustituido por uno de Ta en vacío para las siguientes medidas.

La razón de emplear un calefactor de Kanthal en primer lugar radica en dos propiedades fundamentales de dicho material: no requiere operar en vacío y su resistividad es independiente de la temperatura. La primera propiedad permite estudiar el comportamiento de la muestra en unas condiciones ambientales más parecidas a las que se encuentra en la práctica, mientras que la segunda permite mantener una potencia constante de calentamiento sin tener que aumentar el voltaje a medida que aumenta la temperatura.

No obstante, el calefactor de Kanthal no permitió llegar a los 1000 °C, por lo que fue sustituido por uno de Ta para los ciclos siguientes. Dicho calefactor requirió operar en vacío, debido a la fuerte reacción del Ta con cualquier proporción de O₂, por pequeña que sea, a altas temperaturas [25]. Por tanto, la única forma de asegurar el correcto funcionamiento del calefactor de Ta fue realizar todas las medidas en vacío.

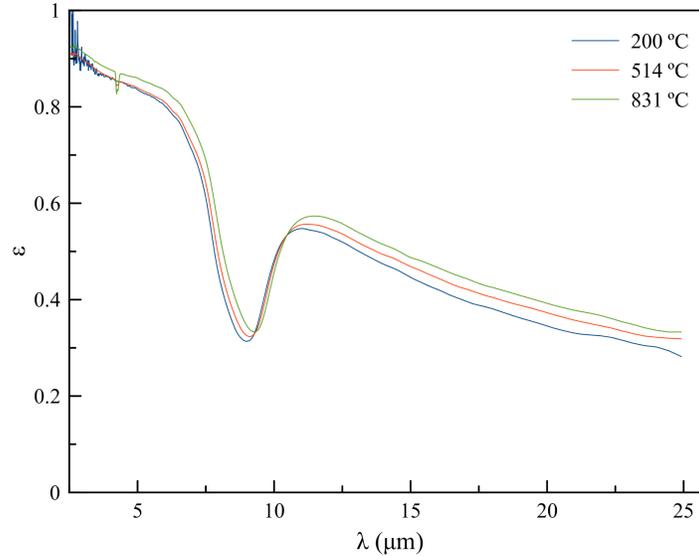


Figura 2.5: Emisividad de la muestra para el primer ciclo térmico.

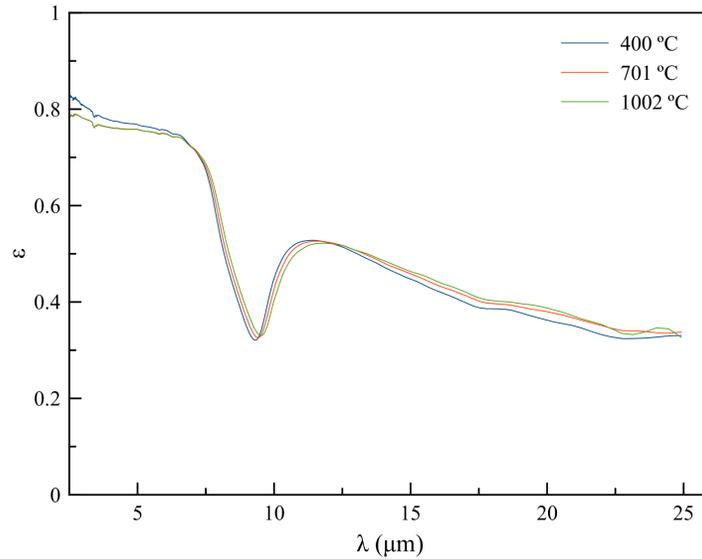


Figura 2.6: Emisividad de la muestra para el sexto ciclo térmico.

Se observan algunas diferencias entre el primer y el sexto ciclo. En primer lugar, la emisividad se reduce notablemente a longitudes de onda cortas, y presenta mucho menos ruido. No obstante, para el resto de longitudes de onda la variación es menor. En segundo lugar, la emisividad para el sexto ciclo muestra una dependencia muy débil con la temperatura, significativamente menor que para el primer ciclo. Esto se observa especialmente a longitudes de onda largas.

En la Figura 2.7 se ha representado la emisividad en función de la cantidad de ciclos térmicos a los que había sido sometida la muestra. Se observa un comportamiento oscilante para los tres primeros ciclos, mucho más pronunciado para longitudes de onda cortas, seguido de una posterior estabilización.

Este comportamiento difiere del observado, por ejemplo, en metales [26], donde la emisividad del primer ciclo es notablemente superior a la del resto de ciclos, muy similares entre sí. Aquel comportamiento se podía explicar recurriendo a tensiones debidas al mecanizado, que se traducían en una mayor rugosidad. Dichas tensiones se resolvían al aumentar la temperatura y permitir al material relajarse al estado de mínima energía, lo que explicaba esa diferencia fundamental entre el primer ciclo y todos los demás. Por tanto, se puede descartar que los cambios en la emisividad con los ciclos térmicos sean debidos a procesos de relajación.

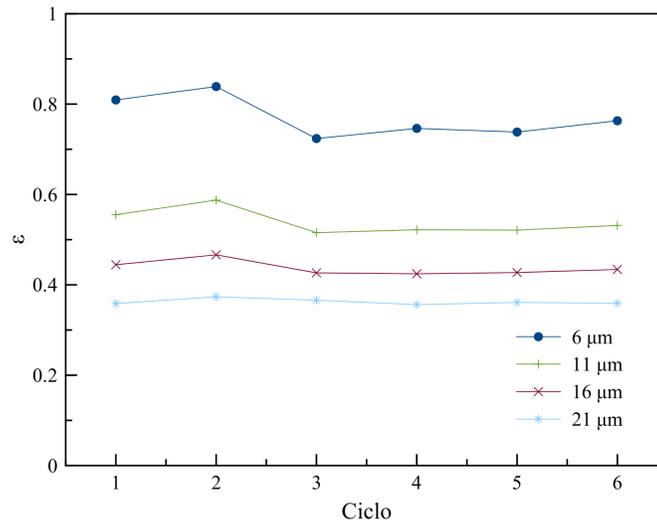


Figura 2.7: Emisividad en función del ciclo térmico ($T \sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$).

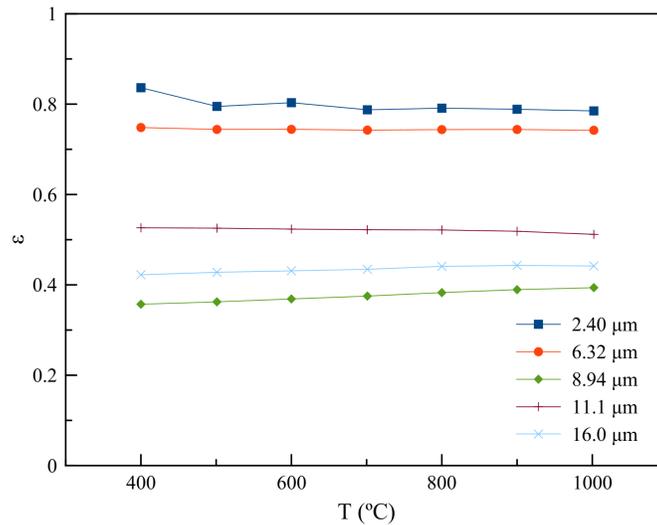


Figura 2.8: Emisividad en función de la temperatura (sexto ciclo).

La dependencia de la emisividad con la temperatura se muestra en la Figura 2.8 para el último ciclo térmico. La propiedad más importante que se deduce de dicho gráfico es que, tras varios ciclos térmicos (la situación que se da en la práctica en la

industria), la emisividad es básicamente independiente de la temperatura para todas las longitudes de onda.

A partir de los datos espectrales, se puede determinar la emisividad normal total, la integral de $\varepsilon(\lambda, T, \theta = 0^\circ)$ a todo el espectro electromagnético. La expresión para dicha cantidad es [18]:

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_0^\infty \varepsilon(\lambda, T) E_{\lambda b}(\lambda, T) d\lambda}{\sigma T^4} \quad (2.19)$$

Teóricamente, el cálculo de la emisividad total requiere el conocimiento de la emisividad espectral para todas las frecuencias. No obstante, dado que el integrando incluye la función de Planck, en la práctica sólo es necesario integrar en la región de máxima emisión, que se corresponde con el infrarrojo para las temperaturas que se consideran ($T < 1200$ °C). Por tanto, se ha elegido un rango de integración entre $0,14 \mu\text{m}$ y $100 \mu\text{m}$, que cubre casi la totalidad de la radiación emitida por un cuerpo en ese rango de temperaturas [18]. No obstante, no se dispone de datos en la mayor parte de dicho rango, por lo que es necesario extrapolar.

La base de las extrapolaciones empleadas es el comportamiento general decreciente de ε con λ . Por tanto, las extrapolaciones a longitudes de onda cortas arrojan valores iguales o superiores a la emisividad de la longitud de onda más corta medida, y menores o iguales que la de la longitud de onda más larga para el caso opuesto.

En primer lugar, se consideró que la emisividad se mantenía constante para todos los valores de λ inferiores al primer punto medido sin ruido, $2,5\mu\text{m}$, mientras que era 0 para longitudes de onda mayores que $25\mu\text{m}$. De esa forma, se obtuvo una estimación a la baja de la emisividad total.

La segunda aproximación consideró que la emisividad era 1 para longitudes de onda cortas y se mantenía constante para $\lambda > 25\mu\text{m}$. De esta forma, se obtuvo una estimación al alza.

Mediante estas aproximaciones, se obtuvo una media con un error notablemente bajo, que se muestra en la Figura 2.9 ¹.

La razón de calcular la emisividad total reside en el hecho de que varios de los métodos empleados en pirometría emplean la ley de Stefan-Boltzmann, donde aparece explícitamente dicho factor [13]. Por otra parte, la dependencia espectral de la emisividad es irrelevante para un cierto número de aplicaciones de la radiación térmica. En tales casos, la emisividad total es el parámetro fundamental que determina el flujo de calor del sistema [17].

¹Cálculo realizado mediante un programa diseñado por Telmo Echániz (telmo.echaniz@ehu.eus).

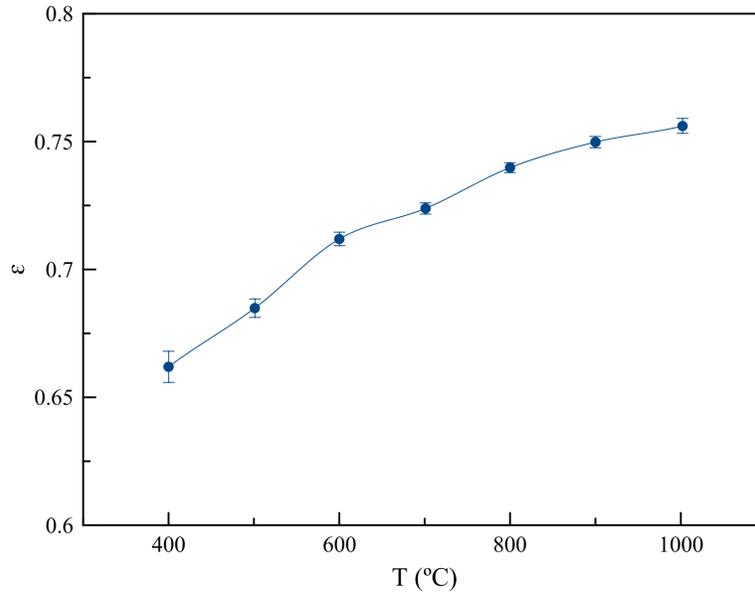


Figura 2.9: Emisividad total de la muestra.

2.2.2. Ajuste al modelo de Drude-Lorentz

La dependencia espectral de la emisividad de la herramienta de corte medida y representada en las Figuras 2.5 y 2.6 difiere sustancialmente de las medidas de reflectividad para el cBN puro [6]. Un ejemplo de dichas medidas aparece en la Figura 2.10, la cual se ha ajustado a un modelo de Lorentz para la función dieléctrica compleja.

El ajuste se ha realizado con ayuda del programa *RefFIT*, desarrollado por Alexey Kuzmenko, de la Universidad de Ginebra [28]. La razón de emplear un programa específico para esta tarea radica en la complejidad funcional de $\tilde{\epsilon}$, que depende de numerosos parámetros (tres parámetros por cada oscilador, más ϵ_∞). Además, la función que se ajusta realmente (la reflectividad, en el caso de este programa) depende de dichos parámetros dieléctricos de una forma altamente no lineal, dada por la ecuación (1.10).

En primer lugar, se han ajustado los datos de la referencia [6] mediante el programa *RefFIT*, obteniendo el resultado de la Figura 2.10. Los parámetros del ajuste se presentan en la Tabla 2.2.

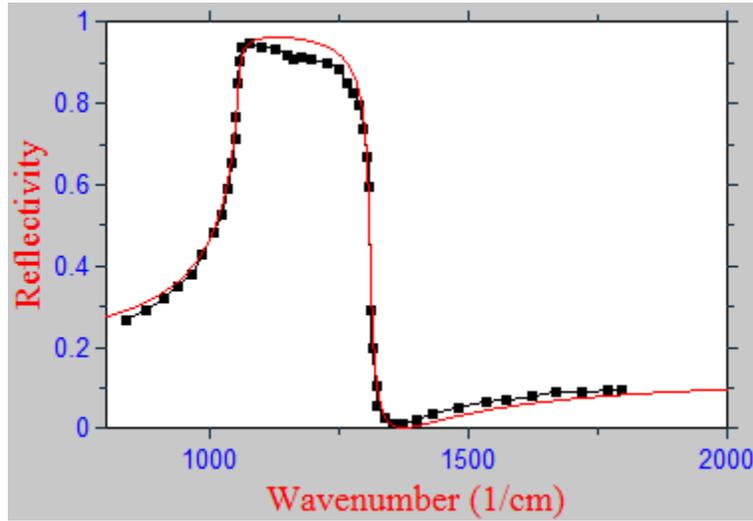


Figura 2.10: Ajuste de los datos experimentales de la reflectividad del cBN puro [6] a un modelo de Lorentz de un solo oscilador armónico.

Tabla 2.2: Parámetros de Lorentz del cBN.

Parámetro	Valor
ϵ_{∞}	4,51
$\omega_p(\text{cm}^{-1})$	1642,9
$\omega_0(\text{cm}^{-1})$	1056,1
$\gamma(\text{cm}^{-1})$	7,8793

Estos parámetros servirán para interpretar el ajuste de la herramienta de corte y así discernir qué propiedades manifestadas en el espectro de reflectividad de dicha herramienta corresponden a propiedades del cBN y cuáles de los demás compuestos que forman el material.

El ajuste de la reflectividad de la herramienta de corte se ha realizado para el sexto ciclo térmico y la temperatura más baja medida (400 °C). Tal y como se ha visto, la dependencia de las propiedades ópticas con la temperatura es muy débil, con lo que datos a temperatura ambiente y a 400 °C pueden compararse sin incurrir en grandes errores.

El resultado del ajuste para los datos de la herramienta de corte está recogido en la Figura 2.11 y las Tablas 2.3 y 2.4. En este caso, ha sido necesario ajustar a una función dieléctrica con dos términos: un término dieléctrico de Lorentz igual que el anterior, y otro de Drude ($\omega_0 = 0$).

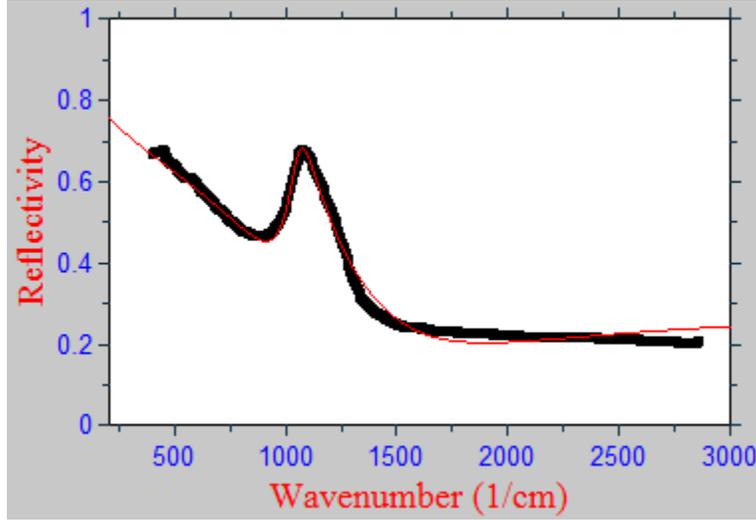


Figura 2.11: Ajuste de los datos experimentales de la reflectividad del material estudiado a un modelo combinado Drude-Lorentz.

Tabla 2.3: Parámetros de Lorentz de la herramienta de corte.

Parámetro	Valor
ϵ_∞	11,2
$\omega_p(\text{cm}^{-1})$	1522,7
$\omega_0(\text{cm}^{-1})$	1038,8
$\gamma(\text{cm}^{-1})$	74,031

Tabla 2.4: Parámetros de Drude de la herramienta de corte.

Parámetro	Valor
$\omega_p(\text{cm}^{-1})$	4950,9
$\gamma(\text{cm}^{-1})$	1232,5

Se puede observar que los parámetros ω_p y ω_0 son aproximadamente los mismos que para el cBN puro, dentro del error intrínseco de un ajuste no lineal de seis parámetros. Esto revela que el resto de compuestos actúan principalmente como impurezas, aportando portadores libres al semiconductor cBN.

Así mismo, el aumento de ϵ_∞ es coherente con el tipo de impurezas de la muestra, dado que dicha constante crece con la polarizabilidad electrónica, de la forma dada por la relación de Clausius-Mossotti [20]. Asu vez, dicha polarizabilidad depende linealmente con el número atómico, por lo que era de esperar que el B y el N, dos de los átomos más ligeros, tuvieran una menor ϵ_∞ que impurezas como el Ti.

La principal desviación de los parámetros del modelo de Lorentz con respecto al cBN puro es el aumento en un orden de magnitud de la constante de amortiguación γ . A diferencia del aumento de ϵ_∞ , esta variación no tiene explicación sencilla.

La frecuencia de plasma de un tipo de osciladores es proporcional a \sqrt{n} , donde n es la densidad de dichos osciladores [20]. Suponiendo $m^* \simeq m_e$, un cálculo de órdenes de magnitud revela que la concentración de electrones libres es de $n \sim 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Esta concentración es dos órdenes de magnitud menor que la de los metales comunes, lo que supone un dopaje muy superior al habitual en semiconductores como el silicio ($n \sim 10^{13} - 10^{18} \text{ cm}^{-3}$). Dopajes tan altos llevan generalmente a la *invalidación de la aproximación de no degeneración*.

Un semiconductor degenerado es aquel para el cual el extremo de una de las bandas (conducción o valencia) está a una distancia del orden de $k_B T$ o menor del potencial químico. Esto provoca que dicha banda esté muy ocupada, y empiece a mostrar propiedades anómalas. Entre ellas se encuentra la independencia de la conductividad con la temperatura [27], que está en concordancia con el comportamiento observado para la emisividad en la Figura 2.8.

Con el fin de observar una posible dependencia con la temperatura de algún parámetro del modelo de Drude-Lorentz, se ha realizado un ajuste para el mismo ciclo térmico (sexto) y la máxima temperatura medida (1002 °C). Los resultados se recogen en la Figura 2.12 y las Tablas 2.5 y 2.6.

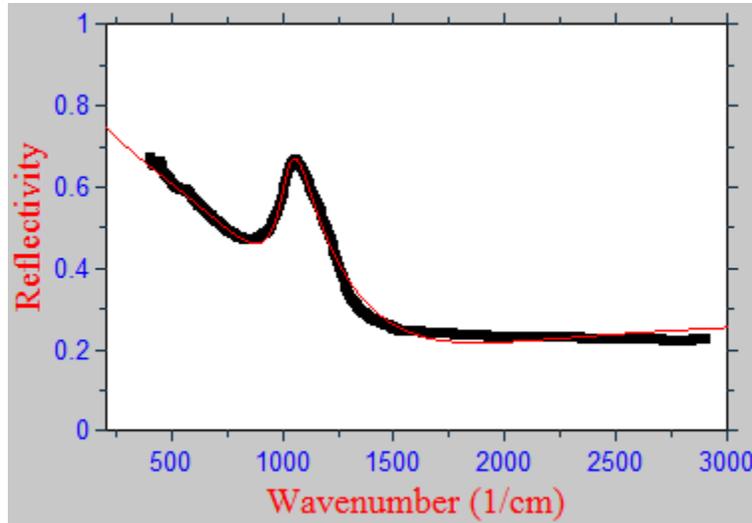


Figura 2.12: Ajuste de la reflectividad de la herramienta de corte a 1002 °C.

Tabla 2.5: Parámetros de Lorentz a 1002 °C.

Parámetro	Valor
ϵ_∞	11,7
$\omega_p(\text{cm}^{-1})$	1572,4
$\omega_0(\text{cm}^{-1})$	1017,6
$\gamma(\text{cm}^{-1})$	82,179

Tabla 2.6: Parámetros de Drude a 1002 °C.

Parámetro	Valor
$\omega_p(\text{cm}^{-1})$	4967,4
$\gamma(\text{cm}^{-1})$	1313,7

Se observa un aumento en todos los parámetros, excepto en la frecuencia de resonancia de los iones. Esto es esperable, puesto que, a temperaturas altas, aumentan las concentraciones tanto de electrones libres como de fonones, lo que provoca un aumento de las frecuencias de plasma. Por otra parte, una mayor concentración de fonones redundaría en un mayor número de colisiones en el material, por lo que aumentan ambas constantes de amortiguación. Por último, el descenso de la frecuencia de resonancia puede deberse a un efecto anarmónico [20].

No obstante, todas las variaciones son suaves (<10% para una diferencia de temperatura de 600 °C), lo que es coherente con la baja dependencia con T observada para la emisividad.

La determinación de los parámetros de la permitividad permite estimar las constantes ópticas: el índice de refracción n y el coeficiente de extinción κ . Para ello, se aplica que el índice de refracción complejo $\tilde{n} = n + i\kappa$ es la raíz cuadrada de la permitividad relativa compleja. Los resultados para las constantes ópticas de la muestra en el sexto ciclo térmico a 400° C se pueden observar en las Figuras 2.13 y 2.14.

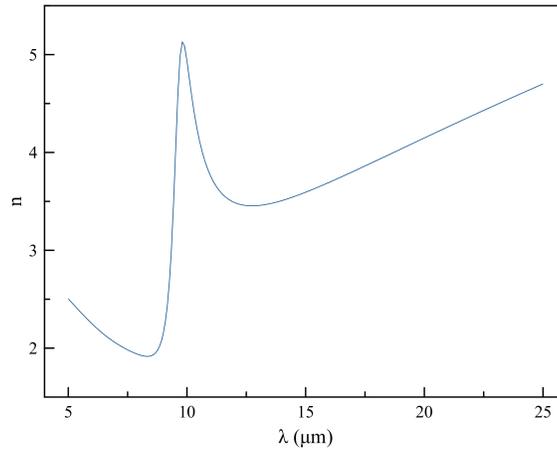


Figura 2.13: Índice de refracción n , calculado teóricamente a partir de los parámetros experimentales recogidos en las tablas 2.3 y 2.4.

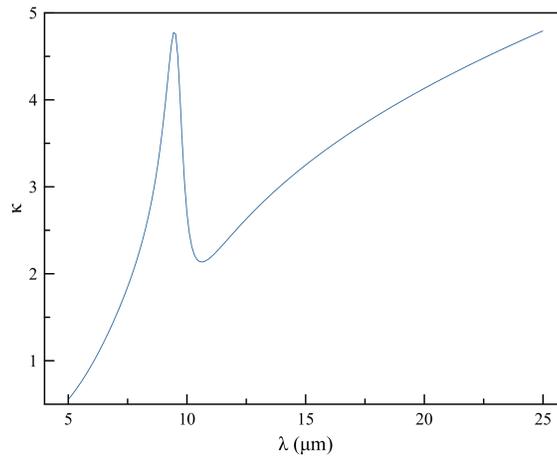


Figura 2.14: Índice de extinción κ , calculado teóricamente a partir de los parámetros experimentales recogidos en las tablas 2.3 y 2.4.

Conclusiones

En este trabajo se ha estudiado la emisividad normal de una herramienta de corte, compuesta fundamentalmente por cBN, en un rango de temperaturas de 200-1100 °C y un rango de longitudes de onda de $2,5 - 25\mu\text{m}$. Con el fin de presentar datos contrastables, se han caracterizado rigurosamente las condiciones ambientales y de superficie de la muestra. La medida de la rugosidad arrojó un valor medio de $0,09\mu\text{m}$, y la mayoría de las mediciones se realizaron en vacío, exceptuando las del primer ciclo, que se realizaron en atmósfera de Ar.

Se ha estudiado la historia térmica del material, midiendo su emisividad para una serie de ciclos térmicos. Se observa que los últimos ciclos presentan una emisividad ligeramente menor para todas las longitudes de onda, especialmente para las cortas ($< 8\mu\text{m}$). Así mismo, también se aprecia una menor dependencia con la temperatura y una mayor estabilidad para ciclos altos.

Los datos revelan que, una vez la muestra ha sido sometida a más de un ciclo térmico, la emisividad es prácticamente independiente de la temperatura para todas las longitudes de onda, con variaciones máximas de 0,02 para diferencias de temperatura de 600 °C.

Se ha analizado la dependencia de la emisividad con la longitud de onda, que muestra comportamiento híbrido metal-dieléctrico, con una tendencia general de tipo Drude, sobre la cual se superpone un valle pronunciado, típico de materiales dieléctricos. La comparación con la bibliografía del ajuste de los datos a un modelo de Lorentz reveló que los parámetros correspondientes al comportamiento dieléctrico son esencialmente los mismos que los del cBN puro (dentro del error correspondiente a un ajuste no lineal), con la excepción de la constante de amortiguación γ , que es 10 veces mayor. El comportamiento de tipo Drude se debe a la presencia de numerosos compuestos cerámicos, añadidos con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de la herramienta de corte, que aportan portadores libres al material, un semiconductor de gap ancho en su estado puro.

El alto valor de la frecuencia de plasma obtenida para los electrones libres revela que el material se comporta como un semiconductor altamente dopado, para el cual la aproximación de no degeneración no se cumple. Los semiconductores de este tipo presentan algunas propiedades especiales a medio camino entre los metales y los semiconductores, como la independencia con la temperatura, hecho que se observó experimentalmente para la muestra estudiada.

A nivel instrumental, se ha obtenido una forma óptima de controlar y medir la temperatura de muestras no metálicas, con un error < 3 K para todo el rango de temperaturas, tanto en vacío como en atmósfera inerte.

Una posible ampliación del trabajo podría consistir en el análisis de la emisividad en atmósfera real, puesto que es la situación ambiental en la cual se aplicará la herramienta. Dicho estudio permitiría estudiar las dinámicas de oxidación del material a temperaturas altas, así como sus propiedades térmicas y ópticas en dichas condiciones de superficie.

También sería interesante realizar medidas con muestras con proporciones cuantificadas de los compuestos menores, y así intentar explicar más en profundidad algunas de las diferencias observadas con las propiedades del cBN puro.

No se ha encontrado explicación para la principal discrepancia de las propiedades ópticas de la herramienta de corte con el cBN puro, el aumento en un orden de magnitud de la constante de amortiguación de los iones. Por tanto, el análisis de dicho comportamiento sería de interés en caso de estudiar el material en mayor profundidad.

Bibliografía

- [1] G. E. Spriggs, P. Beiss, R. Ruthardt y H. Warlimont, *Powder Metallurgy Data. Refractory, Hard and Intermetallic Materials* (Springer-Verlag GmbH, Heidelberg, 2002).
- [2] D. A. Evans *et al.*, J. Phys.: Condens. Matter **20**, 075233 (2008).
- [3] W. S. Lau, *Infrared Characterization for Microelectronics* (World Scientific, 1999).
- [4] S. Neves Monteiro, A. L. Diegues Skury, M. Giardinieri de Azevedo y G. Sergueevitch Bobrovnitchii, J. Mater. Res. Technol. **2** (1), 68 (2013).
- [5] Sandvik Intellectual Property AB, Sandviken (SE), US 7,670,980 B2 (2010).
- [6] O. Kutsay *et al.*, Diam. Relat. Mater. **19**, 968 (2010).
- [7] P. J. Gielisse *et al.*, Phys. Rev. **155**, 1039 (1967).
- [8] R. M. Chrenko, Solid State Commun. **14**, 511 (1974).
- [9] M. I. Eremets *et al.*, Phys. Rev. B **52**, 8854 (1995).
- [10] S. Reich, A. C. Ferrari, R. Arenal, A. Loiseau, I. Bello y J. Robertson, Phys. Rev. B **71**, 205201 (2005).
- [11] K. Karch, F. Bechstedt, Phys. Rev. B **56**, 7404 (1997).
- [12] G. Kern, G. Kresse, J. Hafner, Phys. Rev. B **59**, 8551 (1999).
- [13] J. Pujana, L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, M. J. Tello, I. Gallego y P. J. Arrazola, Meas. Sci. Technol. **18**, 3409 (2007).
- [14] I. Setién-Fernández *et al.*, Sol. Energ. Mat. Sol. Cells **117**, 390 (2013).

- [15] S.K. Seo *et al.*, Carbon Lett. **10** (4), 300 (2009).
- [16] S. G. Turyshev, V. T. Toth, G. Kinsella, S. Lee, S. M. Lok y J. Ellis, Phys. Rev. Lett. **108**, 241101 (2012).
- [17] M. F. Modest, *Radiative Heat Transfer* (Academic Press, 2013).
- [18] R. Siegel y J. Howell, *Thermal Radiation Heat Transfer* (Taylor & Francis, Washington, 2002).
- [19] B. Rousseau, J. F. Brun, D. De Sousa Meneses y P. Echegut, Int. J. Thermophys. **26** (4), 1277 (2005).
- [20] N. W. Ashcroft y N. D. Mermin, *Solid State Physics* (Cengage Learning, 1976).
- [21] B. Rousseau, Tesis doctoral, Université d'Orléans (2001).
- [22] L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, X. Esquisabel, I. Fernández y M. J. Tello, Rev. Sci. Instrum. **77**, 113111 (2006).
- [23] R. B. Pérez-Sáez, L. del Campo y M. J. Tello, Int. J. Thermophys. **29**, 1141 (2008).
- [24] L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, L. González-Fernández y M.J. Tello, J. Appl. Phys. **107**, 113510 (2010).
- [25] Met. Sci. Heat Treat. **7** (2), 127 (1965).
- [26] I. Setién-Fernández, T. Echániz, L. González-Fernández, R. B. Pérez-Sáez y M. J. Tello, Int. J. Heat Mass Tran. **71**, 549 (2014).
- [27] H. Hiramatsu, K. Ueda, H. Ohta, M. Hirano, T. Kamiya y H. Hosono, Thin Solid Films **445** (2), 304 (2003).
- [28] URL: optics.unige.ch/alexey/reffit.html