

BECAS DE VERANO 2012

INFORMES

Instituto Balseiro
Comisión Nacional de Energía Atómica
Universidad Nacional de Cuyo

Marzo 2012

Listado de autores y trabajos

Tomo 1

Luis Miguel Correa

Modelado y post-procesamiento de vibraciones de membranas elásticas

Directores: M. Scheble, E. Dari, C. Padra (División Mecánica Computacional)

Cintia Corti

Aplicación de visión por computadora a la determinación de distancia

Director: F. Lema (Grupo Control de Procesos)

Augusto de Nevrezé

Medición del efecto de la ceniza volcánica sobre células de conjuntiva humana

Directores: F. Bonetto, M. Bellotti (Laboratorio de Cavitación y Biotecnología)

Soledad Gamarra

Remoción de arsénico de aguas contaminadas mediante el uso de ferritas

Directores: F. Becker, D. Rodríguez (Departamento Materiales Nucleares)

Ireth García Aguilar

Estudio numérico y experimental de la retransformación de martensitas monovariantes

Directores: F. Laguna (Grupo Física de Metales), P. Arneodo Larochette (Departamento Fisicoquímica de Materiales)

Fabián E. Giana

Sonoluminiscencia y técnica ECIS para el análisis del comportamiento celular

Directores: F. Bonetto, M. Bellotti (Laboratorio de Cavitación y Biotecnología)

Nicolás Federico Guillén

Visualización de estructuras coherentes en flujos turbulentos

Directores: M. Cantero, D. Arnica, P. Argañarás, E. Dari (División Mecánica Computacional)

Jonás M. Guzmán

Estudio de la estructura de dominios magnéticos en películas delgadas de FePt y su variación por efecto de la temperatura

Director: A. Butera (Laboratorio de Resonancias Magnéticas)

Tomo 2

Marcelo Nicolás Lago

Efecto del agregado de Al sobre las propiedades de almacenamiento de hidrógeno del sistema Li-N-H

Directoras: L. Fernández Albanesi, A. Carbajal, F. Gennari (Departamento Fisicoquímica de Materiales)

Emmanuel Muzaber

Precipitación en la aleación de Al-Cu-Mg-Si

Directores: V. Castro-Riglos, A. Tolley (Grupo Física de Metales)

Oscar Ariel Paredes Mellone

Propiedades magnéticas del compuesto GdCoIn₅

Director: V. Correa (Laboratorio de Bajas Temperaturas)

July Andrea Rincón López

Síntesis y caracterización de materiales superconductores: MgB₂ dopado al 1% con CaCO₃

Directoras: A. Serquis, L. Mogni, A. Soldati (Departamento Caracterización de Materiales)

Enzo Mariano Rivera Rodríguez

Síntesis e hidruración de aleaciones de Mg-Ag

Directora: G. Urretavizcaya (Departamento Fisicoquímica de Materiales)

Ma. Florencia Ruggeri

Tratamiento y reciclaje de baterías agotadas de Litio-ión

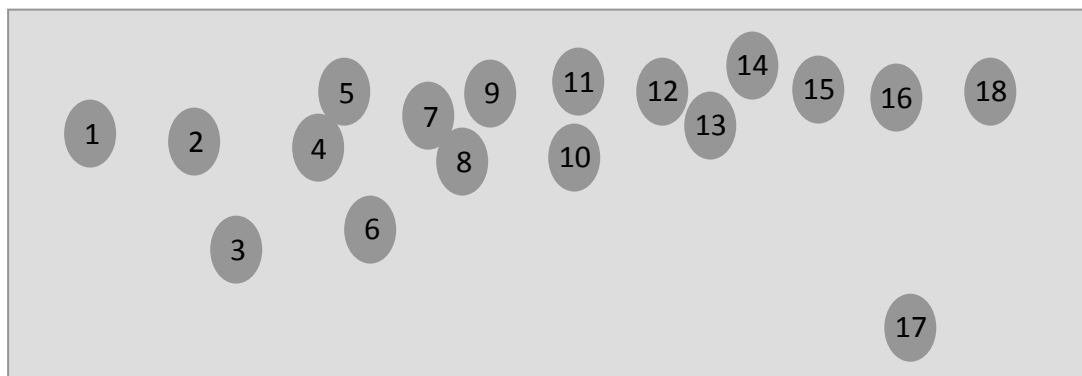
Directores: D. Rodríguez, P. Arboleda (Departamento Materiales Nucleares)

Brenda Anahí Weiss

Esponjas de Cu-Zn-Al con memoria de forma

Directores: G. Bertolino, H. Troiani (Grupo Física de Metales), A. Baruj, P. Arneodo Larochette (Departamento Fisicoquímica de Materiales)

Participantes de la edición 2012 de las Becas de Verano del Instituto Balseiro



- 1 July Andrea Rincón López (U Tecnológica de Pereira, Colombia)
- 2 Ireth García Aguilar (U de Costa Rica, San José, Costa Rica)
- 3 Soledad Gamarra (UN Salta, Argentina)
- 4 Brenda Anahí Weiss (UN Entre Ríos, Oro Verde, Argentina)
- 5 Marcelo Nicolás Lago (UTN Neuquén, Argentina)
- 6 Luis Miguel Correa (UN San Luis, Argentina)
- 7 Cintia Corti (UN Rosario, Argentina)
- 8 Nicolás Federico Guillén (UN Córdoba, Argentina)
- 9 Augusto de Nevrezé (UTN Mendoza, Argentina)
- 10 Ma. Florencia Ruggeri (UTN Mendoza, Argentina)
- 11 Pierre Arneodo Larochette (organización)
- 12 Emmanuel Muzaber (UNPSJB, Comodoro Rivadavia, Argentina)
- 13 Jonás M. Guzmán (UN Córdoba, Argentina)
- 14 Enzo Mariano Rivera Rodríguez (UN San Luis, Argentina)
- 15 Oscar Ariel Paredes Mellone (UN Córdoba, Argentina)
- 16 Fabián E. Giana (UTN Resistencia, Argentina)
- 17 Facundo Castro (organización)
- 18 Javier Curiale (organización)



Instituto
Balseiro
Bariloche



**PASANTÍA DE VERANO:
MODELADO Y POST-
PROCESAMIENTO DE
VIBRACIONES DE
MEMBRANAS ELÁSTICAS**

División: *Mecánica Computacional.*

Directores:

- *Mario Scheble.*
- *Enzo Dari.*
- *Claudio Padra.*

Pasante:

- *Luis Miguel Correa.*

-2012-

Índice:

Introducción.....	3
Marco teórico.....	4
Desarrollo Experimental.....	8
Diferencias finitas.....	8
Elementos finitos.....	10
Conclusión Final.....	15
Referencias.....	16

Introducción

La pasantía de verano tratara el tema que concierne al modelado de vibraciones de membranas elásticas y al post-procesamiento de resultados para la visualización del movimiento de los modos.

La misma se realizara en la División de Mecánica Computacional del Instituto Balseiro, en San Carlos de Bariloche, Argentina. Teniendo como responsables a los docentes: Mario Scheble, Enzo Dari y Claudio Padra.

Se presenta la formulación diferencial del problema y se resuelven dos ejemplos con métodos numéricos diferentes. En primer lugar se utiliza el método de diferencias finitas para calcular soluciones aproximadas de membranas rectangulares, comparando los resultados con soluciones analíticas. Luego se consideran membranas más complejas, utilizando el método de elementos finitos. Estudiamos el caso de membranas iso-espectrales, que poseen la particularidad de tener distintas formas y todas las frecuencias de resonancia idénticas.

Marco teórico

Inicialmente, se analizará la ecuación bidimensional a través de un movimiento vibratorio planar, como la vibración de una membrana elástica.

La situación física consiste en fijar la membrana elástica, similar a un parche de un tambor pero de forma rectangular, sujetándola por sus cuatro bordes. La membrana, que está tensa, se golpea en la parte central de manera que comience a vibrar, y se evalúa el desplazamiento que se produce en sentido vertical.

Las consideraciones preliminares a tener en cuenta son:

- ⤴ La membrana es flexible y delgada, y no ofrece resistencia a la flexión. Se desplaza en sentido vertical, sin modificar sus dimensiones transversales (no se “estira”).
- ⤴ El peso de la membrana es muy pequeño en consideración con las tensiones a las que esta sometida.
- ⤴ El espesor es mucho menor que las dimensiones longitudinales.
- ⤴ En el análisis se desprecia la aceleración de la gravedad “g”.

Otras simplificaciones que se hacen son las siguientes: la fuerza T por unidad de longitud está aplicada en el centro de cada borde del área incremental $\Delta A = \Delta x \cdot \Delta y$

Los ángulos son muy pequeños, luego las componentes horizontales de las tensiones son afectadas por $\cos \alpha \approx 1$ y $\cos \beta \approx 1$; y serán iguales y opuestas, luego sólo se considerará un desplazamiento vertical:

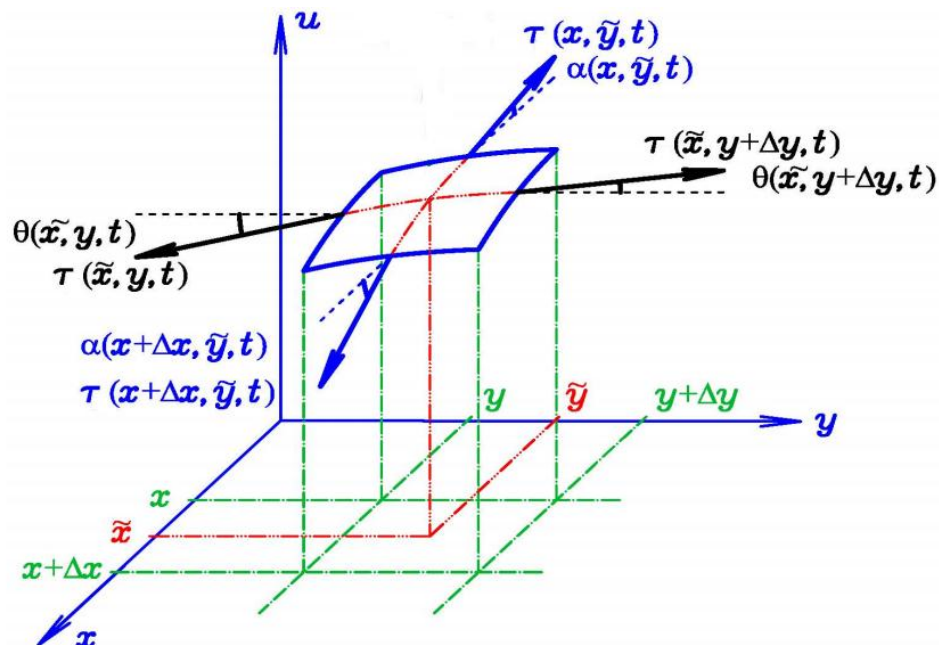
$$T \Delta y \sin \beta - T \Delta y \sin \alpha$$

Pero como los ángulos son pequeños, se puede asimilar el seno a la tangente, o sea:

$$T \Delta y (\sin \beta - \sin \alpha) \approx T \Delta y (\operatorname{tg} \beta - \operatorname{tg} \alpha)$$

donde las tangentes pueden representarse por las derivadas de la ordenada respecto de la abscisa:

$$T \Delta y (\operatorname{tg} \beta - \operatorname{tg} \alpha) = T \Delta y ([\partial u / \partial x]_{x+\Delta x, y_1} - [\partial u / \partial x]_{x, y_2})$$





Mediante la ley de Newton:

$$\tau(\tilde{x}, y + \Delta y, t)\Delta x \frac{\delta u}{\delta y}(\tilde{x}, y + \Delta y, t) - \tau(\tilde{x}, y, t)\Delta x \frac{\delta u}{\delta y}(\tilde{x}, y, t) + \tau(x + \Delta x, \tilde{y}, t)\Delta y \frac{\delta u}{\delta x}(x + \Delta x, \tilde{y}, t) - \tau(x, \tilde{y}, t)\Delta y \frac{\delta u}{\delta x}(x, \tilde{y}, t) = \Delta M \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}(\tilde{x}, \tilde{y})$$

Dividiendo por $\Delta x \Delta y$, y haciéndolos tender a 0:

$$\tau \frac{\partial^2 u}{\partial x^2}(x, y, t) + \tau \frac{\partial^2 u}{\partial y^2}(x, y, t) = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}(x, y, t)$$

Sacando τ como factor común y sabiendo que el Laplaciano de u es: $\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \nabla^2 u$

$$\tau \nabla^2 u = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$$

$$\nabla^2 u = \frac{\rho}{\tau} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$$

Dónde: $c = \sqrt{\frac{\tau}{\rho}}$

Entonces:

$$\nabla^2 u = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$$

Ecuación de la onda bidimensional

Para resolver el problema utilizamos el método de separación de variables y proponemos que $u(x, y, t) = U(x, y)\cos(\omega t)$. Es decir, el significado físico de la solución propuesta es que la membrana va a adoptar la forma de $U(x, y)$, oscilando en el tiempo al ritmo de $\cos(\omega t)$.

Por lo tanto, haciendo el reemplazo correspondiente:

$$\cos(\omega t)\nabla u = \frac{1}{c^2}U(-\omega^2)\cos(\omega t)$$

$$\nabla u = \frac{-\omega^2}{c^2}U$$

$$-\nabla u = \frac{\omega^2}{c^2}U$$

$$-\nabla u = \lambda U$$

Para solucionar esto, se define la separación de variables como:

$U(x, y) = X(x)Y(y)$ entonces:

$$-\nabla u = \lambda U \Leftrightarrow -(X''(x)Y(y) + X(x)Y''(y)) = \lambda X(x)Y(y)$$

$$\Leftrightarrow \frac{X''(x)}{X(x)} + \frac{Y''(y)}{Y(y)} = -\lambda \Leftrightarrow \frac{X''(x)}{X(x)} = -\lambda - \frac{Y''(y)}{Y(y)} =: -\mu$$

De esta manera, tomando la primer y tercer igualdad:

$$X''(x) + \mu X(x) = 0$$

Y tomando la segunda y la última igualdad:

$$Y''(y) + (\lambda - \mu)Y(y) = 0$$

Quedando formado el siguiente sistema de ecuaciones:

$$X''(x) + \mu X(x) = 0$$

$$Y''(y) + (\lambda - \mu)Y(y) = 0$$

Donde la solución general propuesta es:

$$X(x) = A \cos(\sqrt{\mu}x) + B \sin(\sqrt{\mu}x)$$

$$Y(y) = C \cos(\sqrt{(\lambda - \mu)}y) + D \sin(\sqrt{(\lambda - \mu)}y)$$

Mediante la condición de contorno, se tiene que los puntos (0, y) (a, y) (x, 0) y (x, b) son nulos:

$$X(0)Y(y) = 0 \Rightarrow X(0) = 0 \quad (\text{ya que } Y(y) \text{ no puede ser nulo})$$

$$X(a)Y(y) = 0 \Rightarrow X(a) = 0$$

$$X(x)Y(0) = 0 \Rightarrow Y(0) = 0$$

$$X(x)Y(b) = 0 \Rightarrow Y(b) = 0 \quad (\text{ya que } X(x) \text{ no puede ser nulo})$$

Entonces:

$$X(0) = A \cos(\sqrt{\mu}0) + B \sin(\sqrt{\mu}0) \Rightarrow A = 0$$

$$X(a) = \underbrace{A \cos(\sqrt{\mu}a)}_{=0} + B \sin(\sqrt{\mu}a) = 0 \Rightarrow \sqrt{\mu}a = n\pi \Rightarrow \mu_n = \frac{n^2\pi^2}{a^2}$$

$$X_n(x) = B_n \sin\left(\frac{n\pi}{a}x\right)$$

$$Y(0) = C \cos(\sqrt{(\lambda - \mu)}0) + D \sin(\sqrt{(\lambda - \mu)}0) \Rightarrow C = 0$$

$$Y(b) = \underbrace{C \cos(\sqrt{(\lambda - \mu)}b)}_{=0} + D \sin(\sqrt{(\lambda - \mu)}b) \Rightarrow \sqrt{(\lambda - \mu)} = m\pi \Rightarrow \lambda - \mu_n = \frac{m^2\pi^2}{b^2} \Rightarrow \lambda_{n,m} = \left(\frac{n^2}{a^2} + \frac{m^2}{b^2}\right)\pi^2$$

$$Y_m(y) = D_m \sin\left(\frac{m\pi}{b}y\right)$$

De esta manera, los modos de vibración quedan:

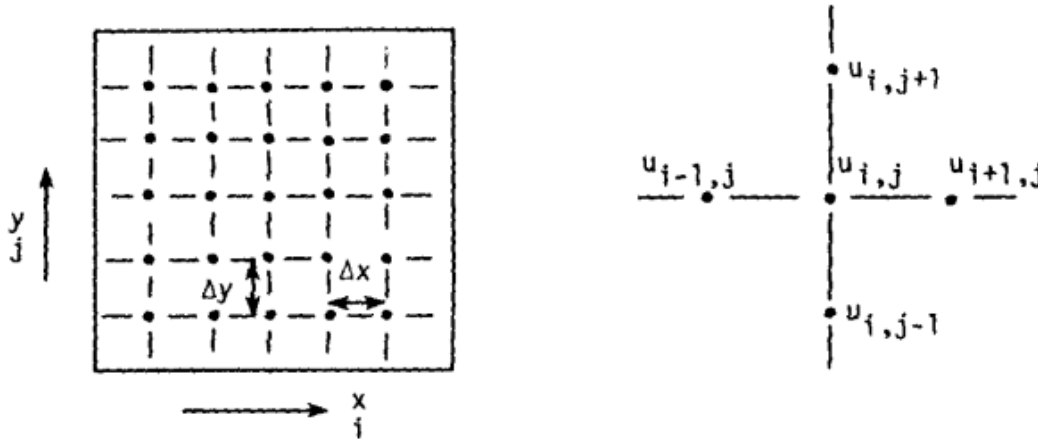
$$U_{n,m}(x, y) = X_n(x)Y_m(y) = B_n \sin\left(\frac{n\pi}{a}x\right) D_m \sin\left(\frac{m\pi}{b}y\right) = C_{n,m} \sin\left(\frac{n\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{m\pi}{b}y\right)$$

A continuación, se desarrolla la parte teórica del método de las diferencias finitas. Este método consiste en reemplazar las derivadas por cocientes incrementales. La solución aproximada se calcula en un número finito de puntos y el sistema diferencial se transforma en un conjunto de ecuaciones algebraicas. De esta manera, un problema de cálculo se transforma en uno de álgebra matricial.

Para nuestro caso la EDP a representar mediante este método es:

$$\nabla u = -\lambda U \Rightarrow \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = -\lambda U$$

La malla y nomenclatura a usar para este caso es:



La idea de una representación de diferencias finitas para una derivada puede ser introducida recordando la definición de la derivada de la función $f(x)$ en un punto:

$$\frac{\delta f(x)}{\delta x} \approx \frac{f(x + \Delta x) - f(x)}{\Delta x}$$

De manera análoga, se puede decir que:

$$\frac{\partial^2 f}{\partial x^2} \approx \frac{\frac{\delta f}{\delta x}(x + \Delta x) - \frac{\delta f}{\delta x}(x)}{\Delta x} \approx \frac{f(x + \Delta x) - 2f(x) + f(x - \Delta x)}{(\Delta x)^2}$$

Es decir, que las derivadas parciales que se quiere representar quedarían con la siguiente forma:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{u_{i-1,j} - 2u_{i,j} + u_{i+1,j}}{(\Delta x)^2}$$

$$\frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \frac{u_{i,j-1} - 2u_{i,j} + u_{i,j+1}}{(\Delta y)^2}$$

Por consiguiente, el problema queda:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \approx \frac{u_{i-1,j} - 2u_{i,j} + u_{i+1,j}}{(\Delta x)^2} + \frac{u_{i,j-1} - 2u_{i,j} + u_{i,j+1}}{(\Delta y)^2} \approx -\lambda U$$

Tomando $\Delta x = \Delta y = \Delta$, multiplicando por (-1) y por $(\Delta x)^2$:

$$-u_{i-1,j} + 2u_{i,j} - u_{i+1,j} - u_{i,j-1} + 2u_{i,j} - u_{i,j+1} = \lambda \Delta^2 u_{i,j}$$

$$4u_{i,j} - u_{i-1,j} - u_{i+1,j} - u_{i,j-1} - u_{i,j+1} = \lambda \Delta^2 u_{i,j}$$

Desarrollo Experimental

Diferencias Finitas

El problema de la onda bidimensional se abordó con distintos softwares, de manera tal de lograr como resultado la simulación de los distintos modos de vibración de la membrana. En primer instancia, para codificar y programar las diversas fórmulas matemáticas se usa el programa Octave (equivalente de Matlab para Linux), en donde se quiere lograr la solución del siguiente problema de diferencias finitas:

$$4u_{i,j} - u_{i-1,j} - u_{i+1,j} - u_{i,j-1} - u_{i,j+1} = \lambda \Delta^2 u_{i,j}$$

Representándolo mediante matrices:

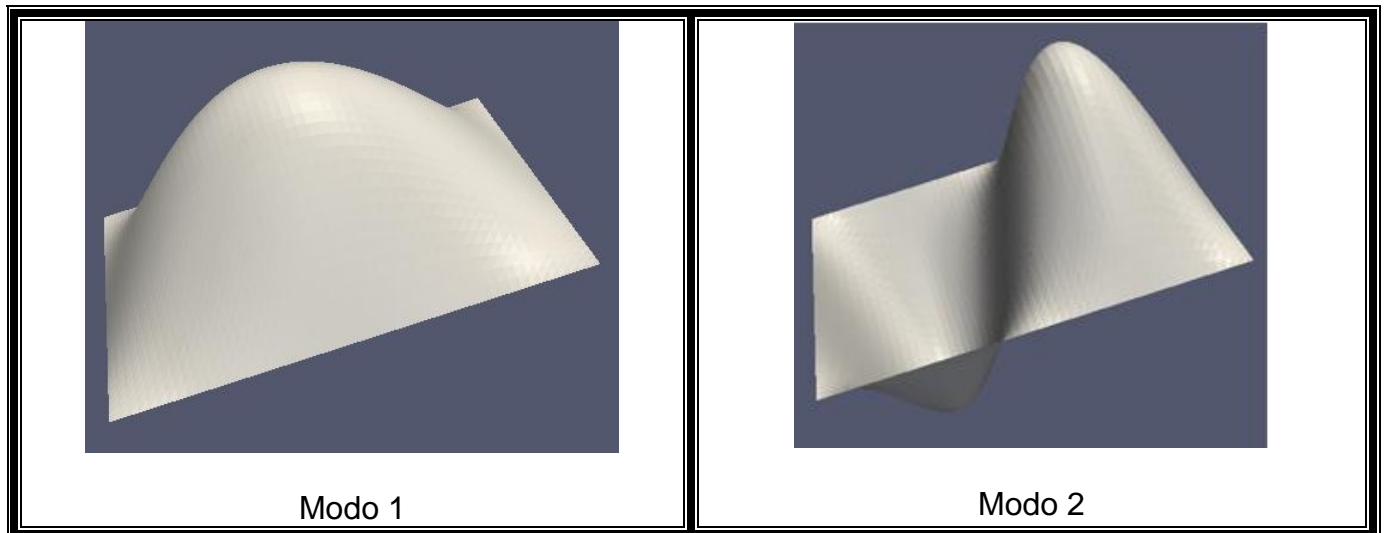
$$A \begin{pmatrix} \mathbf{U}_{1,1} \\ \mathbf{U}_{1,2} \\ \vdots \\ \mathbf{U}_{m,n} \end{pmatrix} = \lambda \Delta^2 \begin{pmatrix} \mathbf{U}_{1,1} \\ \mathbf{U}_{1,2} \\ \vdots \\ \mathbf{U}_{m,n} \end{pmatrix}$$

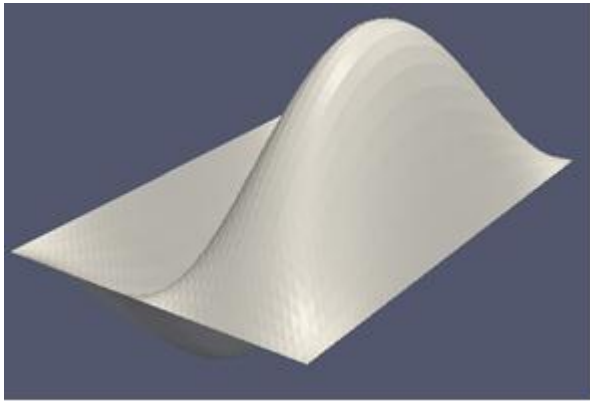
En donde A es una matriz del tipo de rigidez, que presenta como características tener una diagonal de números 4, rodeada por números (-1), y tener otras diagonales de números (-1), el resto de los números son ceros.

Como resolución a este problema, se define una rutina en Octave, mediante la cual se pueden ingresar como valores de entrada el número de nodos horizontales (nx), el número de nodos verticales (ny) y la distancia entre nodo y nodo (del). La rutina se realiza de manera tal de que se genere automáticamente una matriz representante de A, luego se le calculan los autovalores (que son las soluciones que se buscan), y por ultimo entrega las coordenadas de la malla con cada solución.

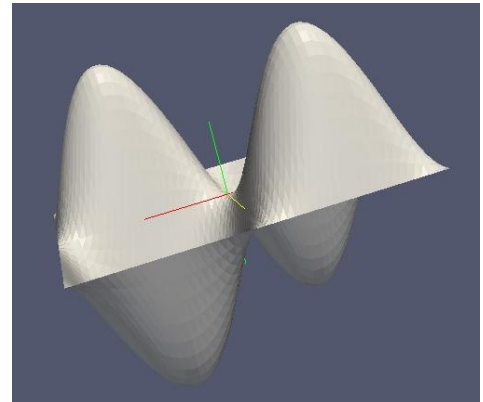
La rutina de Octave se realiza de forma tal que se generen archivos del tipo .case, que pueden ser leídos mediante el programa Paraview 3.12, para su correspondiente simulación.

Luego, mediante el software Paraview 3.12, se logran las siguientes simulaciones:

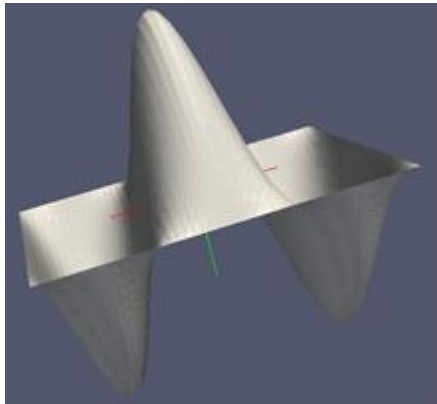




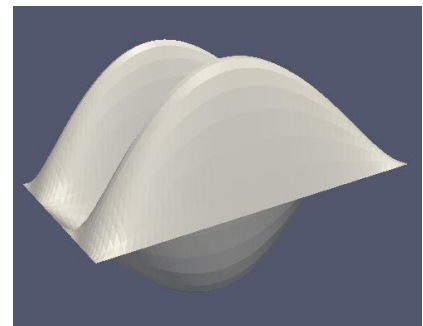
Modo 3



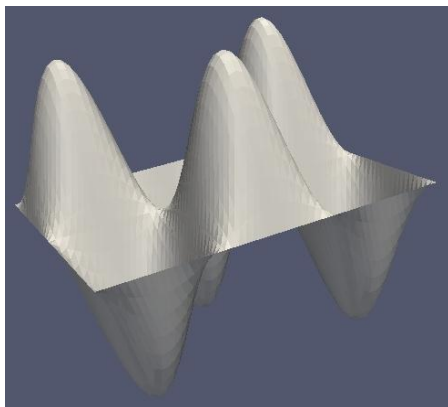
Modo 4



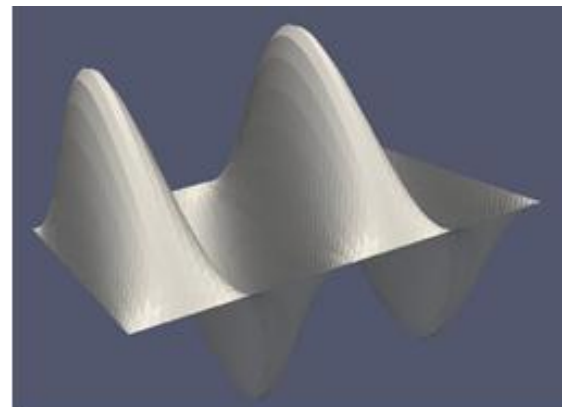
Modo 5



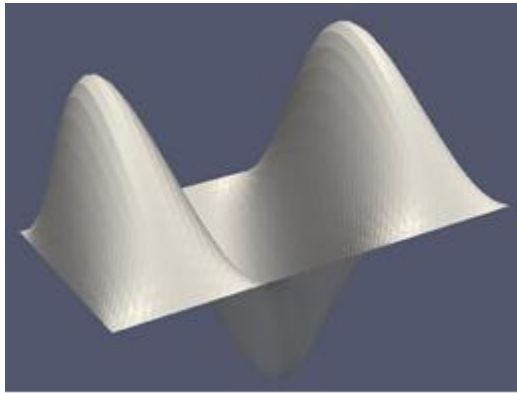
Modo 6



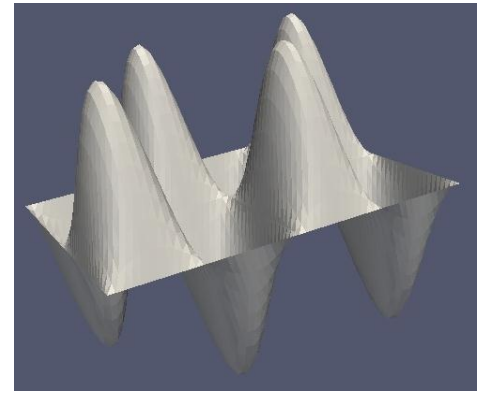
Modo 7



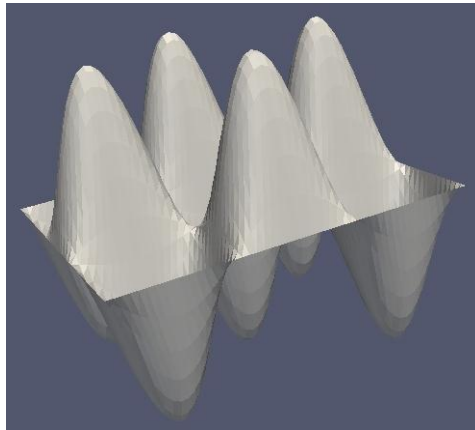
Modo 8



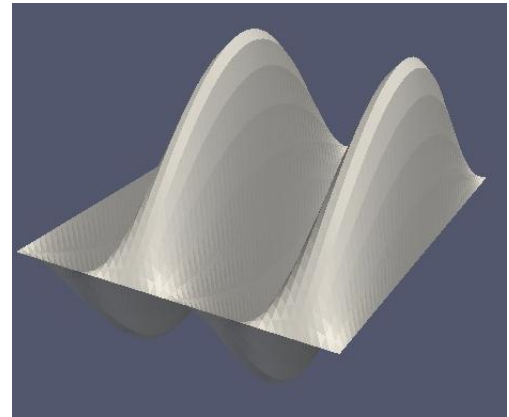
Modo 9



Modo 10



Modo 11

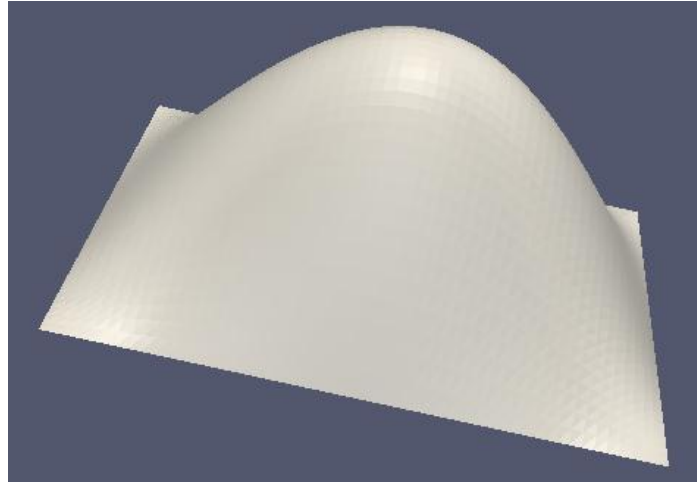


Modo 12

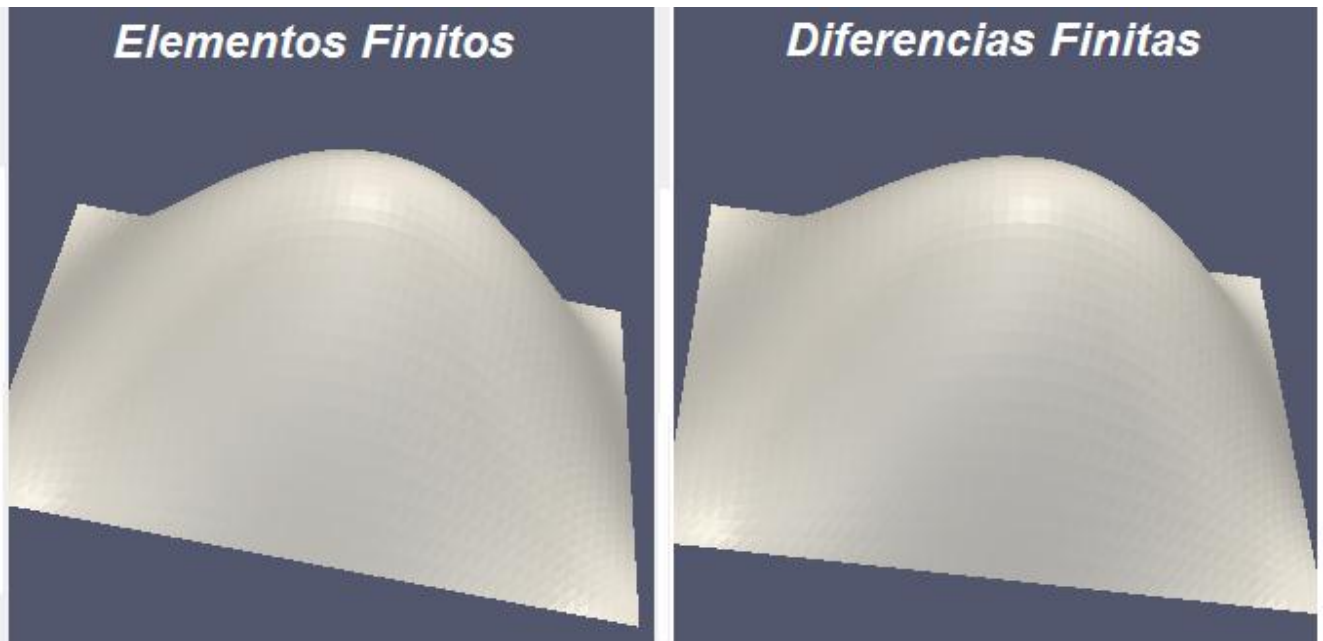
Elementos Finitos

Para tambores con forma irregulares, no es posible utilizar el método de diferencias finitas. Más aún si el dominio presenta vértices reentrantes; un método estándar de elementos finitos también resulta insuficiente para obtener resultados precisos. En estos casos, es necesario modificar el código computacional de manera que se pueda detectar las zonas con error y adaptar la malla localmente para reducirlo. En nuestro caso utilizamos un código hp adaptivo desarrollado en la División Mecánica Computacional, que nos permite obtener aproximaciones precisas, de los modos de vibración y que pueden visualizarse en distintos programas, en nuestro caso, en el software Paraview 3.12

En primer instancia, se realiza la simulación del modo 1 de una malla rectangular:



De esta manera, se puede realizar la comparación con el modo 1 de la misma malla obtenido con el método de diferencias finitas.

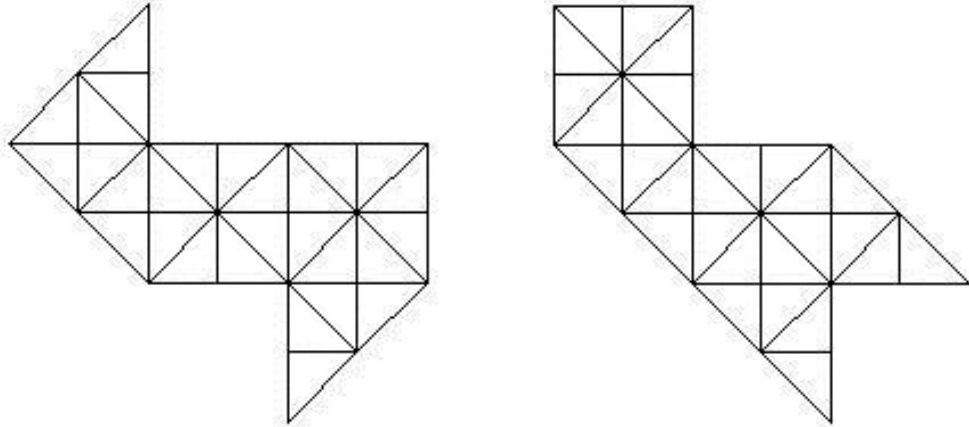


Como se puede ver, ambas simulaciones son visualmente idénticas.

¿Membranas con distintas formas y que se escuchan igual?

Es el caso de membranas no isométricas, del tipo isoespectrales construidas en base a "pegar" triángulos. Son un par de regiones limitadas por polígonos de ocho lados llamados tambores isoespectrales. Ambas membranas se escuchan de igual forma, ya que presentan frecuencias de resonancia idénticas.

A continuación se presentan como son las membranas isoespectrales:



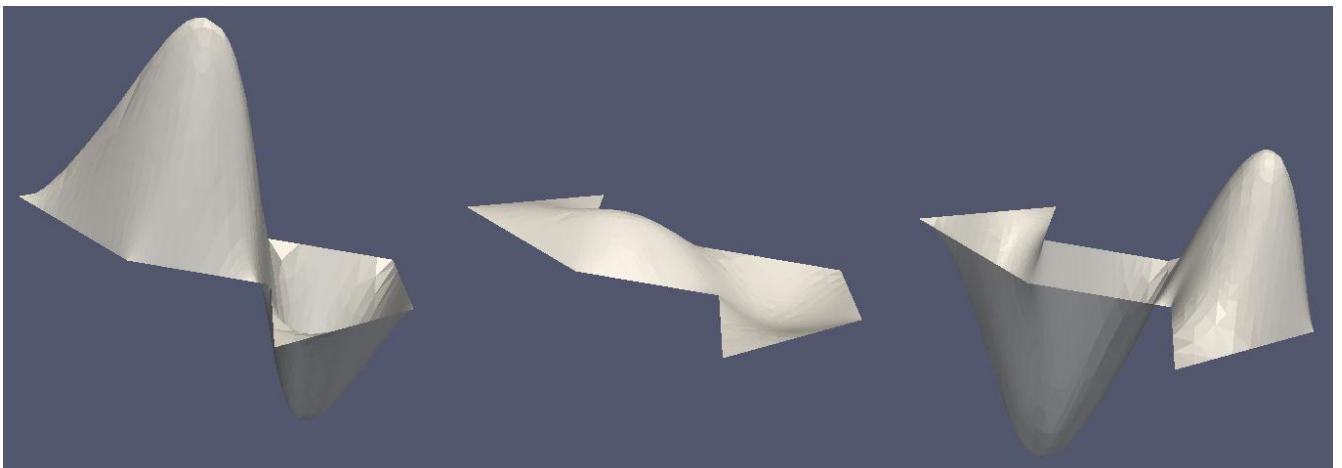
Luego de introducir los datos al hp adaptivo, y generar las simulaciones para el programa Paraview 3.12, queda:

Para la isoespectral 1:

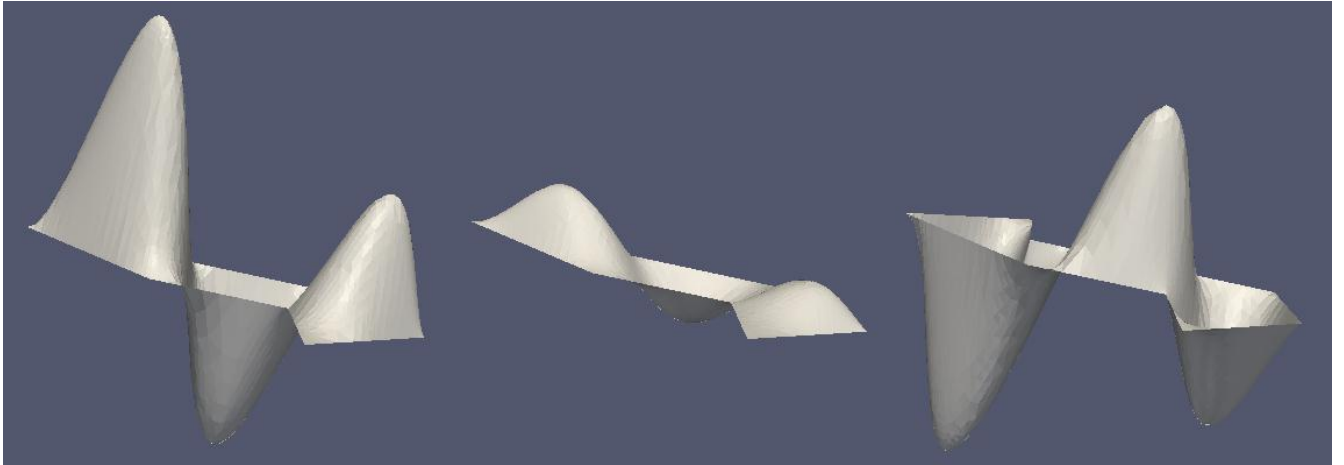
Modo 1:



Modo 2:

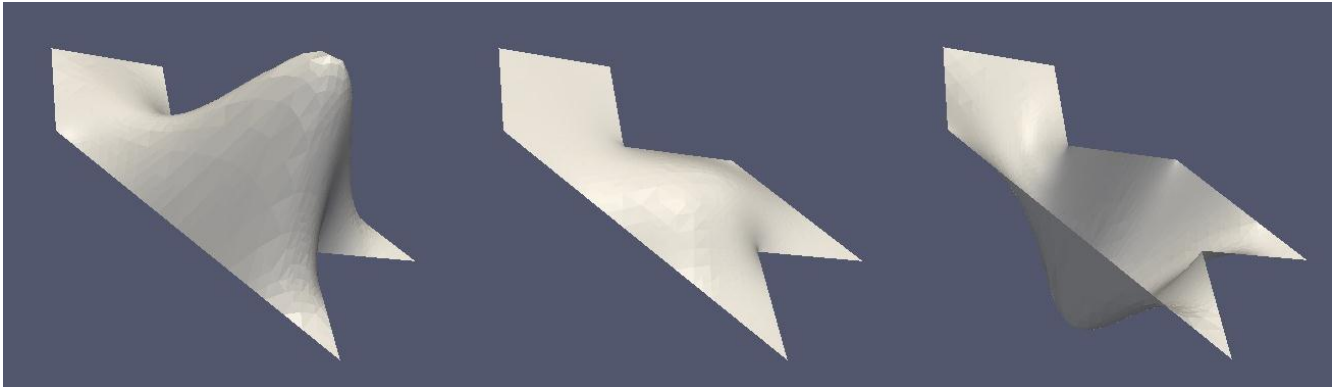


Modo 3:

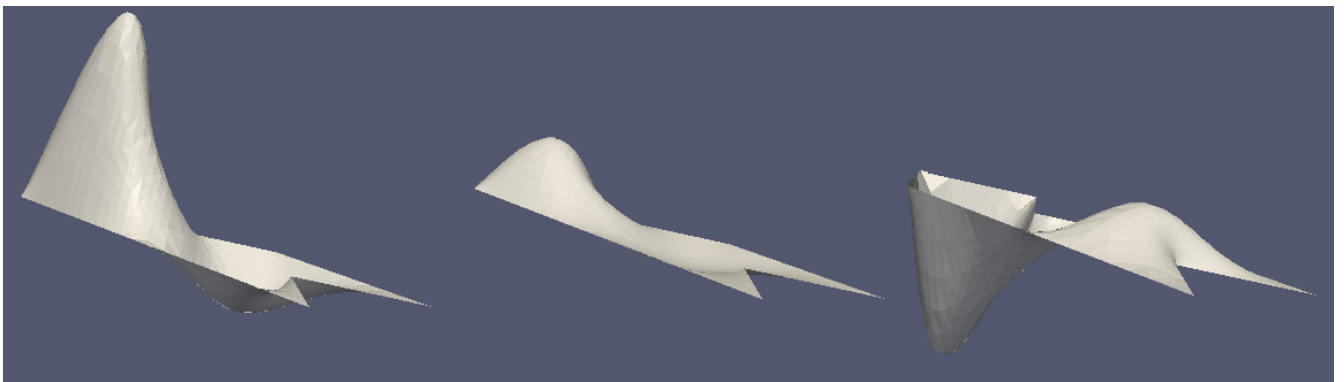


Para la isoespectral 2:

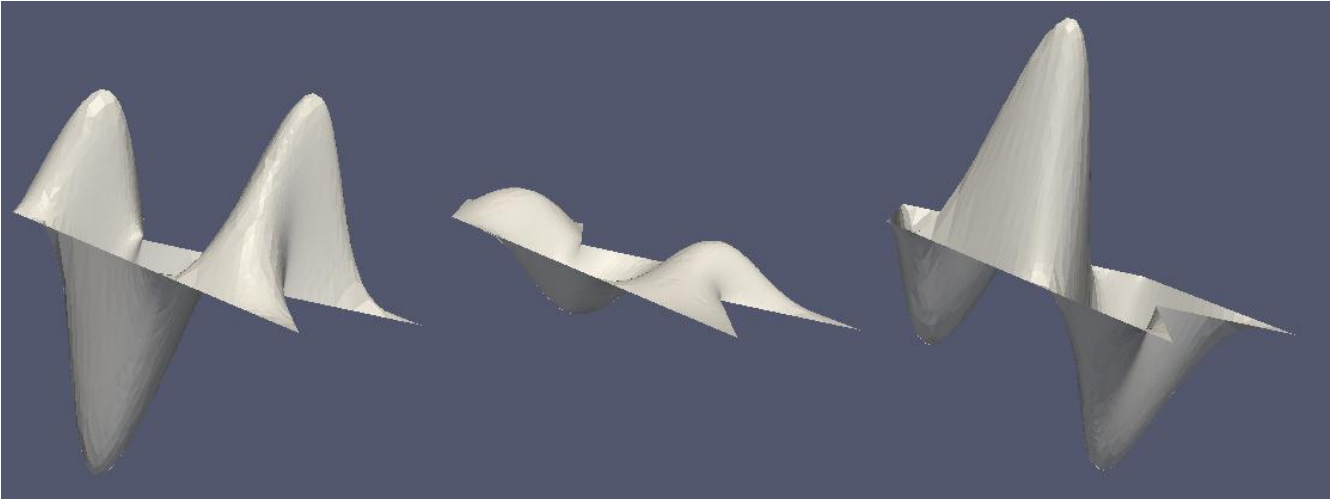
Modo 1:



Modo 2:

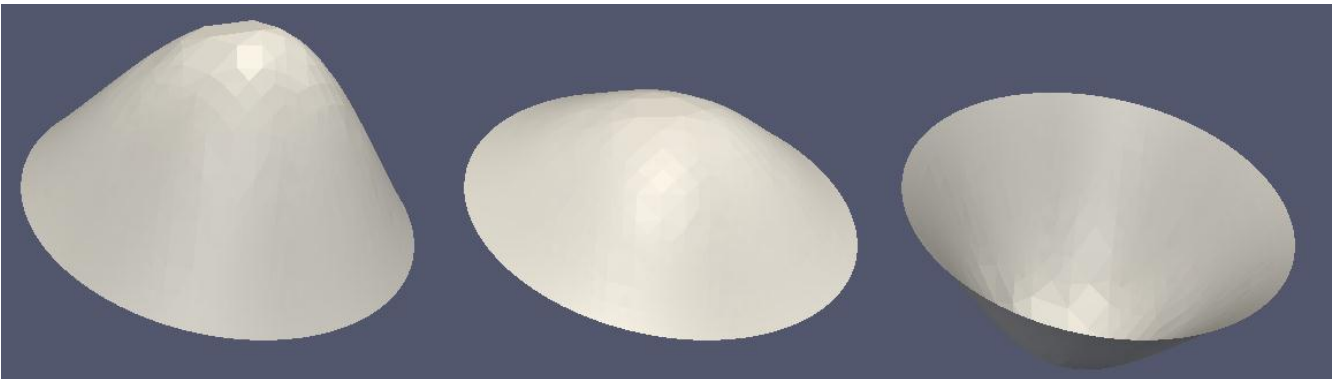


Modo 3:

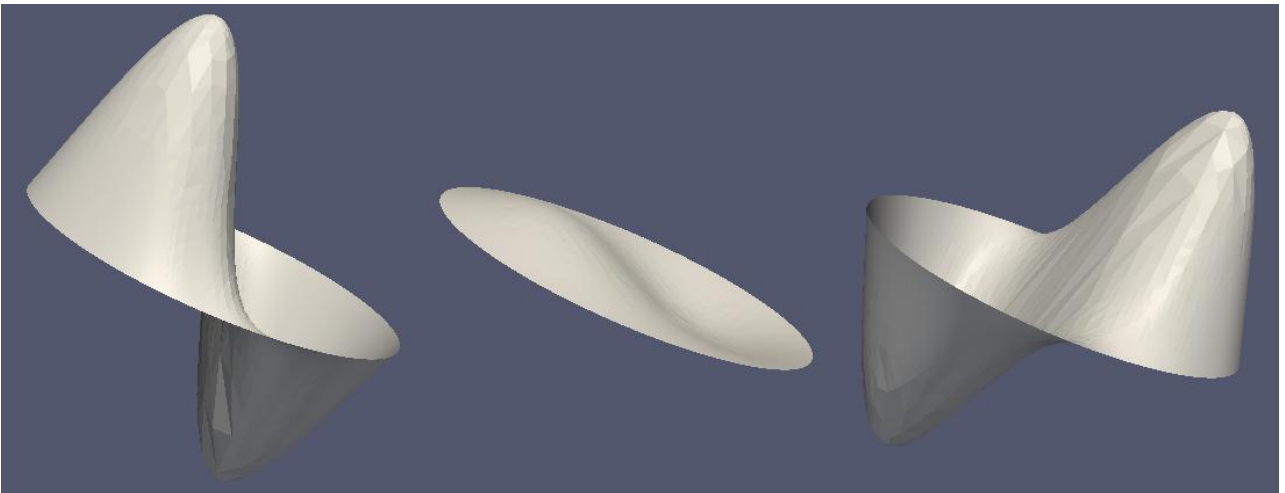


Por último, se trabaja con una malla circular, obteniendo las siguientes simulaciones:

Modo 1:



Modo 2:



Conclusión Final

Para lograr definir las consecuencias de esta experiencia, resulta necesario definir las diversas conclusiones en orden cronológico, debido a que las mismas han ido variando en el tiempo. En las dos semanas iniciales, se había propuesto realizar como pasantía la simulación mediante el método de diferencias finitas, pero debido a que se lograron las rutinas para el trabajo en Octave en forma eficiente y rápida gracias al trabajo en equipo entre el pasante y los directores de la pasantía, se pudo aumentar los objetivos y poder realizar la simulación mediante elementos finitos en las dos semanas posteriores.

En cuanto a conclusiones del orden numérico-experimental, se utilizaron diversas herramientas de post-procesamiento para estudiar modos de vibración de distintas membranas; se dejan las rutinas armadas para luego realizar distintos cambios en la forma, geometría, y demás parámetros, y saber su reacción en forma inmediata. También resulta importante resaltar el trabajo con mallas iso-espectrales, las cuales presentan como especial particularidad, que pueden escucharse de igual manera siendo de distintas formas, ya que presentan iguales frecuencias de resonancia.

Como subproducto de este trabajo, que no está presente en este informe, se obtuvo una visualización tridimensional del movimiento de las membranas.

Por último, me representa un gran orgullo y el cumplimiento de un sueño, haber podido trabajar en forma conjunta con distintos profesionales de este instituto pudiendo rescatar la enseñanza, experiencia, dedicación y humildad de los mismos. Agradezco profundamente, al las personas que confiaron en mi para realizar esta pasantía, a los directores y a los compañeros de trabajo de la División Mecánica Computacional.

Referencias

- ✚ Libro: Ecuaciones diferenciales y problemas con valores de frontera, de Edwards – Penney.
- ✚ Manuales del software Octave:
 - ❖ <http://softlibre.unizar.es/manuales/aplicaciones/octave/octave.pdf>
 - ❖ http://softwarelibre.mes.edu.cu/index_html/centro-de-asistencia-tecnica/tutorial/metodos-numericos-con-octave/Metodos%20Numericos%20con%20Octave.pdf
- ✚ Manual del software Paraview:
 - ❖ http://paraview.org/Wiki/SNL_ParaView_3_Tutorials#ParaView_3.10_training_data
- ✚ Vibrations of Circular Membranes (e.g. Drums) and Circular Plates, UIUC Physic of Music/Musical Instruments.
- ✚ Experiencia y dedicación de los directores de la pasantía: Mario Scheble, Enzo Dari y Claudio Padra.

Aplicación de visión por computadora a la determinación de distancia

Cintia Corti

Director: Dr. Fabián Lema

Becas de Verano - Instituto Balseiro - CNEA

24 de febrero de 2012

Agradecimientos

Agradezco a Fabián Lema por su ayuda y constante buena predisposición, por siempre proponer una solución cuando no pude resolver un problema.

A todo el departamento de control del Instituto Balseiro, por el excelente ambiente de trabajo y compañerismo.

A Facundo, Javier, Pierre y todos los que participaron de la organización de esta beca por la oportunidad de participar de una experiencia tan enriquecedora.

Índice general

1. Introducción teórica	2
1.1. Espacio Proyectivo	2
1.2. Calibración	3
1.2.1. Parámetros intrínsecos	3
1.2.2. Parámetros extrínsecos	4
1.2.3. Distorsión	6
1.3. Rectificación	7
1.4. Mapa de Disparidad	8
2. Desarrollo	9
2.1. Hardware	9
2.2. Herramientas: Librería OpenCV	9
2.3. Captura de video	9
2.4. Calibración estéreo de las cámaras	10
2.4.1. Alineación	10
2.4.2. Captura de imágenes y detección de esquinas	11
2.4.3. Calibración	13
2.5. Rectificación	14
2.5.1. Visualización de los resultados de la rectificación	15
2.6. Mapa de disparidad	18
3. Conclusiones	23
A. Código	25
A.1. grabar.cpp	25
A.2. alinear.cpp	27
A.3. calibracion.cpp	29
A.4. rectificar.cpp	36

1

Introducción teórica

Tal como ocurre en la visión humana, al observar un objeto desde dos cámaras es posible determinar la distancia a la que el mismo se encuentra. En el caso de *visión estéreo* por computadora, para lograr los mejores resultados posibles, es necesario realizar una *calibración* de las cámaras que permita determinar sus parámetros intrínsecos y extrínsecos. Con ellos se *rectifican* las imágenes tomadas por ambas cámaras y se logra una alineación conveniente de las imágenes. Esto se realiza para poder identificar rápidamente las proyecciones de un mismo punto del espacio en dos imágenes tomadas una por cada cámara en el mismo instante. Estas proyecciones permiten calcular la distancia del punto en el espacio a las cámaras y elaborar un *mapa de disparidad*.

1.1. Espacio Projectivo

Una cámara es un mapeo entre el mundo 3D y una imagen 2D.

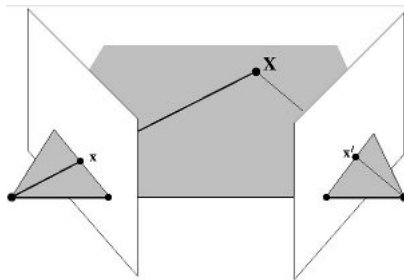


Figura 1.1: Proyección del mismo punto X en dos cámaras.

Para trabajar con ellas se utiliza el espacio proyectivo. Un punto en \mathbb{R}^2 se representa en el espacio proyectivo como un vector de 3 componentes. En particular, el punto $X = (x_1, x_2, x_3)^T$, $x_3 \neq 0$ en coordenadas homogéneas, representa al punto (x, y) en \mathbb{R}^2 con coordenadas inhomogéneas.

$$x = x_1/x_3, \quad y = x_2/x_3$$

Por ejemplo, una representación homogénea del punto $(x, y)^T$ es $X = (x, y, 1)^T$.

De la misma forma, un vector $(x, y, z)^T$ en \mathbb{R}^3 , será el vector de 4 componentes $X = (x_1, x_2, x_3, x_4)^T$ con

$$x = x_1/x_4, \quad y = x_2/x_4, \quad z = x_3/x_4$$

En el espacio proyectivo, dos vectores proporcionales representan al mismo punto.

1.2. Calibración

Se le llama *calibración de una cámara* a la determinación de sus parámetros intrínsecos (distancia focal, punto principal) de distorsión (radial y tangencial) y extrínsecos (rotación y translación con respecto a un sistema coordenado en el espacio). El concepto de calibración estéreo es similar al anterior, teniéndose ahora un par de cámaras estéreo y determinándose la rotación y translación de una respecto a la otra.

1.2.1. Parámetros intrínsecos

Consideremos el modelo *pinhole* de una cámara. Si se ubica el sistema coordenado en el centro de proyección de una cámara, el plano $Z = f$ es el *plano de la imagen* o *plano focal*. En una cámara pinhole, un punto en el espacio con coordenadas $X = (x, y, z)^T$ es mapeado al punto donde la línea que une a X con el centro de proyección interseca al plano de la imagen.

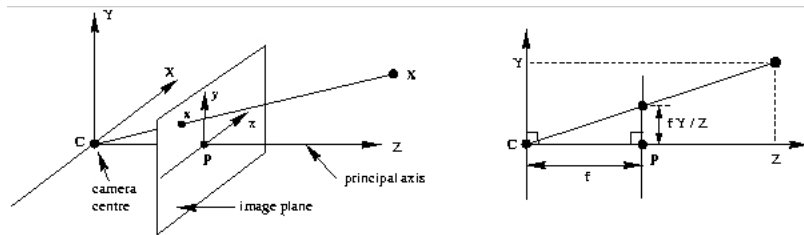


Figura 1.2: Geometría de una cámara pinhole. C es el centro de la cámara o *centro óptico* y p es el *punto principal*. En este caso el origen de coordenadas está ubicado en el centro de la cámara.

En la figura 1.2 se puede ver que el punto $(x, y, z)^T$ en coordenadas del mundo real se mapea al punto $(fx/z, fy/z)^T$ en coordenadas de la imagen. Esto, si consideramos que el origen de coordenadas en el plano de la imagen es el centro de la misma. En la práctica, el punto principal está ligeramente desplazado con respecto al centro de la imagen como se observa en la figura 1.3.

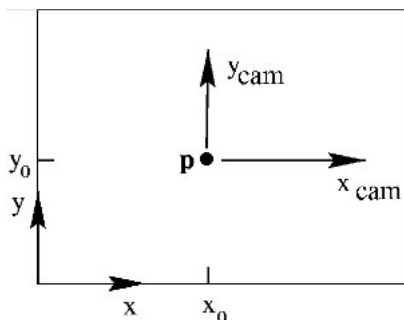


Figura 1.3: Coordenadas de la imagen (x, y) y de la cámara (x_{cam}, y_{cam})

Entonces el punto $(x, y, z)^T$ en coordenadas del mundo real se mapea al punto $(fx/z + p_x, fy/z + p_y)^T$ en coordenadas de la imagen, donde (p_x, p_y) son las coordenadas del punto principal.

Aún falta tener en cuenta la posibilidad de que los píxeles de las cámaras no sean cuadrados. En ese caso, si las coordenadas de la imagen se miden en píxeles habrá distintos factores de escala en las dimensiones x e y . Si hay m_x y m_y píxeles por unidad de distancia en las direcciones x e y respectivamente, el punto $(x, y, z)^T$ se mapea al $(\alpha_x x/z + p_x, \alpha_y y/z + p_y)^T$ en coordenadas de la imagen, donde $\alpha_x = fm_x, \alpha_y = fm_y$.

Con todos los parámetros mencionados se obtiene la matriz intrínseca de la cámara. Escribiendo el punto real y el proyectado en la imagen en coordenadas homogéneas se tiene que el mapeo que realiza la cámara es

$$\begin{pmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{pmatrix} \mapsto \begin{pmatrix} \alpha_x x + zp_x \\ \alpha_y y + zp_y \\ z \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_x & 0 & p_x & 0 \\ 0 & \alpha_y & p_y & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{pmatrix} \quad (1.1)$$

La matriz

$$K = \begin{bmatrix} \alpha_x & 0 & p_x \\ 0 & \alpha_y & p_y \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

es la matriz de parámetros intrínsecos de la cámara.

1.2.2. Parámetros extrínsecos

Comencemos considerando la calibración de una sola cámara. Los sistemas coordenados de los puntos en el espacio y de los puntos de la imagen, son diferentes, y están relacionados por una rotación más una translación. Éstas permitirán determinar la posición de la cámara respecto al sistema coordenado del espacio, y, a diferencia de los parámetros intrínsecos de la cámara, variaran de una imagen a otra.

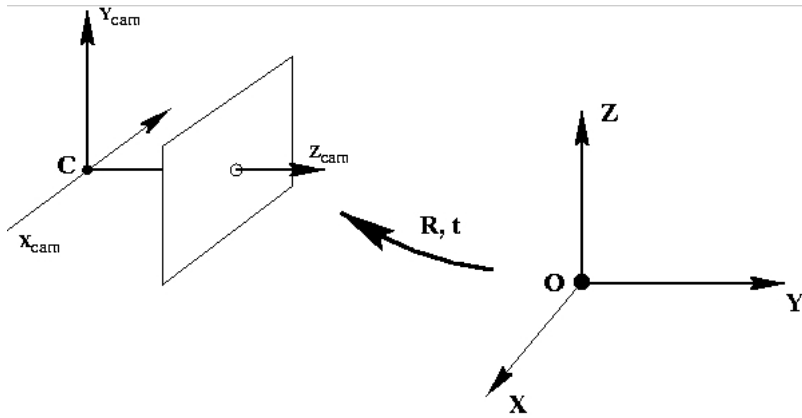


Figura 1.4: La transformación euclídeana entre el sistema coordenado de los puntos en el espacio, y el sistema coordenado de la cámara.

Sea \tilde{X} las coordenadas de un punto en el sistema coordenado del espacio, y \tilde{X}_{cam} las coordenadas de dicho punto en el sistema coordenado de la cámara. Entonces $\tilde{X}_{cam} = R(\tilde{X} - \tilde{C})$, donde \tilde{C} representa las coordenadas del centro de la cámara en el sistema coordenado del espacio, y R es una matriz de rotación que representa la orientación del sistema coordenado de la cámara. En coordenadas homogéneas la ecuación resulta

$$\tilde{X}_{cam} = \begin{bmatrix} R & -R\tilde{C} \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} R & -R\tilde{C} \\ 0 & 1 \end{bmatrix} X \quad (1.2)$$

Puede ser conveniente no hacer explícito el centro de la cámara, representando la transformación anterior como $\tilde{X}_{cam} = R\tilde{X} + t$, con $t = -R\tilde{C}_{cam}$. Teniendo en cuenta esto, de 1.1 y 1.2 se obtiene que

$$s \begin{pmatrix} x_{cam} \\ y_{cam} \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_x & 0 & p_x \\ 0 & \alpha_y & p_y \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} & t_1 \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} & t_2 \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} & t_3 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{pmatrix} \quad (1.3)$$

Los parámetros R y t que relacionan la *orientación* y la *posición* de la cámara al sistema coordenado del espacio son los parámetros extrínsecos de la cámara.

Consideremos ahora que tenemos dos cámaras, como en la figura 1.1. Los parámetros extrínsecos que nos interesarán serán la rotación y translación que lleven del sistema coordenado de una de las cámaras al sistema coordenado de la otra en vez de a un sistema coordenado del espacio.

1.2.3. Distorsión

La lente de una cámara puede presentar *distorsión radial* y/o *distorsión tangencial*. La primera es producto de la forma de la lente, mientras que la segunda proviene del proceso de ensamblado de la cámara.

Distorsión radial

La distorsión radial es la causante del efecto ojo de pez en las imágenes. La distorsión es cero en el centro de la imagen, y aumenta hacia los bordes, porque los rayos se doblan mucho más en esa parte, como se ve en la figura 1.5

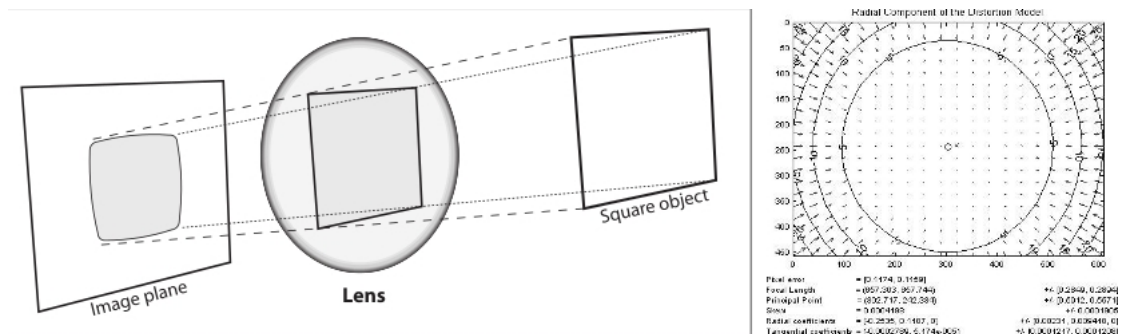


Figura 1.5: Cómo se produce la distorsión radial

Como la distorsión suele ser pequeña, se la suele caracterizar por los primeros términos de una expansión en series de Taylor alrededor del centro. En general la distorsión radial de un punto (x, y) , a distancia r del centro de la imagen se corrige según la ecuación

$$x_{\text{corregida}} = x(1 + k_1r^2 + k_2r^4 + k_3r^6)$$

$$y_{\text{corregida}} = y(1 + k_1r^2 + k_2r^4 + k_3r^6)$$

Distorsión tangencial

La distorsión tangencial surge de imprecisiones en la manufactura, ya que la lente no se coloca en forma totalmente paralela al plano de la imagen, como se observa en la figura 1.6

Se puede obtener que una buena representación para la distorsión radial en el punto (x, y) es:

$$x_{\text{corregida}} = x + 2p_1y + p_2(r^2 + 2x^2)$$

$$y_{\text{corregida}} = y + p_1(r^2 + 2y^2) + 2p_2x$$

Vemos que en total se suelen utilizar 5 parámetros para corregir la distorsión. En algunos casos, k_3 se considera nulo, y sólo se utilizan 4 parámetros.

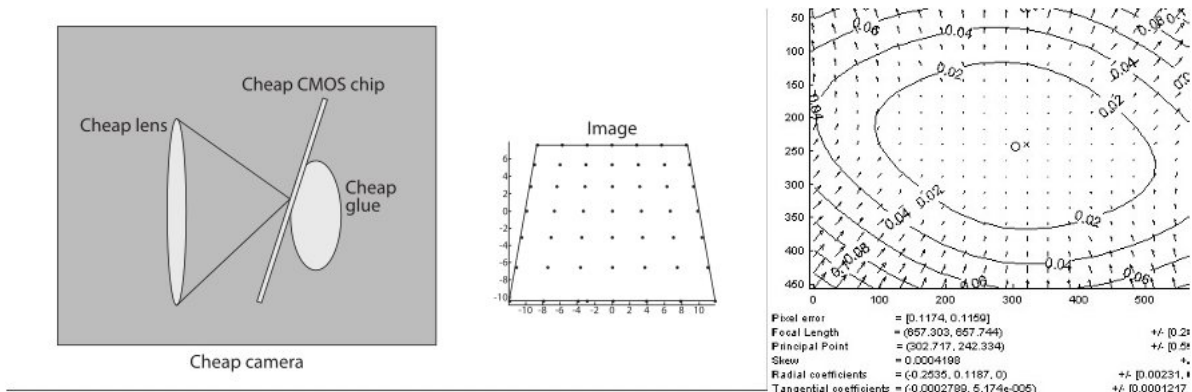


Figura 1.6: La lente no se encuentra totalmente paralela al plano de la imagen, produciendo distorsión tangencial

1.3. Rectificación

La rectificación estereo es el proceso de corregir las imágenes individuales tomadas por las cámaras de manera que parezcan tomadas por cámaras cuyos planos de imagen estan alineados horizontalmente. De modo que en el resultado final, la única diferencia entre las imágenes tomadas por cada cámara debería ser un desplazamiento en el eje horizontal (eje x).

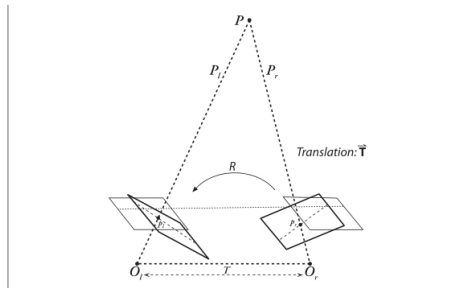


Figura 1.7: El objetivo es alinear las camaras de manera que las filas de píxeles de las dos cámaras esten perfectamente alineadas. Esto se realiza transformado las imágenes, en vez de acomodar las cámaras manualmente.

Con esta rectificación, los ejes ópticos de la camaras serán paralelos, se intersectan en infinito. Esto simplifica el matcheo de puntos en las imágenes y permite, como veremos más adelante, el cálculo de la distancia de un punto al par de cámaras estereo, o la elaboración de un mapa de disparidad.

1.4. Mapa de Disparidad

Dadas dos imágenes rectificadas, con pares de puntos que corresponden a un mismo objeto difiriendo sólo en el eje horizontal, se calcula la disparidad de un punto (del mundo real) como $d = x^l - x^r$, con x^l y x^r las coordenadas en el eje x de las proyecciones del punto en las cámaras izquierda y derecha.

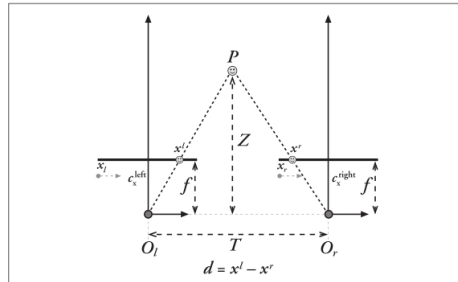


Figura 1.8: Relación entre la disparidad y la distancia

Observando la imagen 1.8, la profundidad Z puede calcularse fácilmente cómo

$$\frac{T - (x^l - x^r)}{Z - f} = \frac{T}{Z} \Rightarrow Z = \frac{fT}{x^l - x^r} \quad (1.4)$$

Vemos que la profundidad es inversamente proporcional a la disparidad. Esto hace que, cuando la disparidad es próxima a cero, pequeños cambios en la disparidad reflejen grandes cambios en la distancia. Por lo tanto, el sistema de visión estéreo tendrá buena resolución para objetos cercanos a las cámaras.

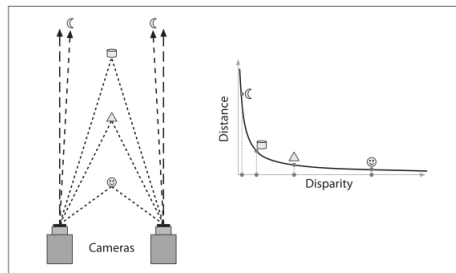


Figura 1.9: La disparidad y la distancia son inversamente proporcionales, por lo que sólo se logran medidas precisas de la distancia en puntos cercanos a las cámaras.

2

Desarrollo

2.1. Hardware

Para realizar el presente trabajo se utilizaron dos camaras Flywire ADS Pyro Webcam API-203.

2.2. Herramientas: Librería OpenCV

Para la programación se utilizó la librería OpenCV para C++, que es justamente una librería específica para visión por computadora en tiempo real. Se utilizó la versión 2.1.0 de la librería.

2.3. Captura de video

Antes realizar la captura de video se setearon algunos parámetros de las camaras. Se decidió utilizar una resolución de 320x240 para lograr un compromiso entre velocidad y buena resolución. En esta resolución nuestro equipo puede lograr una velocidad de 30fps, por lo que se setea el framerate en ese valor.

alinear.cpp

```
video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);  
video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);  
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);  
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);  
video_l.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);  
video_r.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
```

2.4. Calibración estéreo de las cámaras



Figura 2.1: Tablero de calibración

Para calibrar las cámaras se debe utilizar un objeto con puntos que puedan identificarse fácilmente mediante algún algoritmo. El programa detectará la ubicación de dichos puntos en las imágenes tomadas por cada cámara, y dadas la coordenadas de los mismos puntos en el espacio, puede realizar la calibración de una cámara. Si las imágenes se toman simultáneamente desde las dos cámaras, se tendrán las coordenadas de los puntos del tablero en las dos vistas, y así se podrá obtener la transformación que lleva de una vista a la otra.

Cómo se observa en la figura 2.2, se deben tomar imágenes en distintas posiciones de las cámaras (o, lo que es lo mismo, del tablero) para que la calibración sea más robusta.

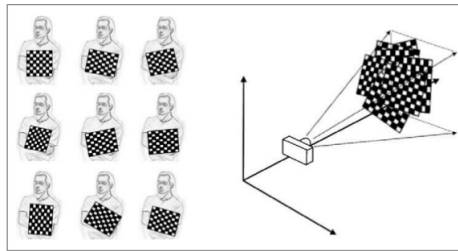


Figura 2.2: Distintas imágenes de calibración

2.4.1. Alineación

Para lograr una buena calibración los ejes principales de las cámaras deben estar paralelos. En un principio no se realizó ninguna alineación de las cámaras, y los resultados de calibración no resultaron tan buenos como se esperaba.

Por lo tanto, se debió alinear manualmente las cámaras y verificar que estén bien alineadas. Para comprobar que efectivamente se logró que los ejes principales de las dos cámaras sean paralelos se toman imágenes de un tablero cuadrulado blanco y negro (el mismo que se utiliza para la calibración) a distinta distancia, tratando de mantener el tablero perpendicular a los ejes principales de las cámaras. Si las cámaras están correctamente alineadas, los ejes principales estarán siempre a igual distancia, y por lo tanto, la distancia entre las proyecciones de los puntos principales sobre el tablero real se mantendrá constante.

El programa realizado aproxima las proyecciones de los puntos principales de cada cámara con el centro de cada imagen, y dibuja dichas proyecciones. Si se observa la posición

de cada una en la imagen del tablero, puede calcularse la distancia a la que se encuentran los ejes principales de cada cámara, y observarse si ésta se mantiene constante o no.

El código para esta parte lo realiza el programa `alinear.cpp` que se encuentra en el apéndice.

2.4.2. Captura de imágenes y detección de esquinas

Para realizar la calibración hacen falta imágenes del tablero de calibración en distintas posiciones, y para cada una de ellas debe contarse con la posición exacta de las esquinas de los cuadrados internos del tablero. La función `calibracion.cpp` se encarga de dicha tarea.

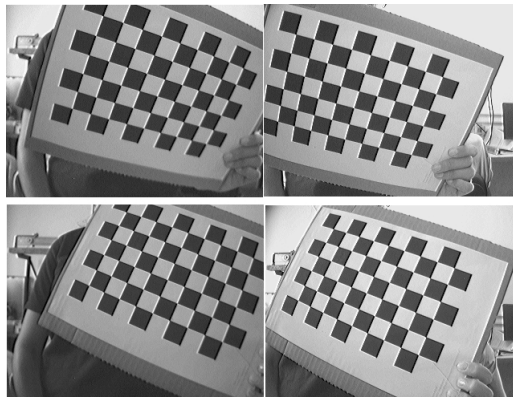


Figura 2.3: imágenes de calibracion, camara izquierda y derecha

El programa permite tomar nuevas imágenes o utilizar algunas ya grabadas. En el caso de que se tomen imágenes nuevas se verificará que la imagen sirva para la calibración mostrando las esquinas detectadas y pidiendo al usuario que acepte la imagen si es buena. La función `findChessboardCorners` encuentra las esquinas de los cuadrados internos del tablero. Para mayor precisión se utiliza luego la función `cornerSubPix`, que detecta la posición exacta de las esquinas con una precisión de menos de un píxel. La función `drawChessboardCorners` dibuja los puntos encontrados, para mostrarlos en el caso de que se esten tomando imágenes nuevas, o directamente guardar las imágenes con los puntos marcados si se utilizan imágenes que ya han sido verificadas.

calibracion.cpp

```
successl=findChessboardCorners(imagenl, size_tablero, imagePointsl[i], 0);
    //Guarda los ptos fila por fila, de derecha a izquierda en cada fila
.
successr=findChessboardCorners(imagenr, size_tablero, imagePointsr[i], 0);
if (successl && successr){
    cornerSubPix(imagenl, imagePointsl[i], Size(11, 11), Size(-1, -1),
        TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30, 0.1));
```

```

    cornerSubPix(imagenr, imagePointsr[i], Size(11, 11), Size(-1, -1),
        TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30, 0.1));
    drawChessboardCorners(imagenl, size_tablero, Mat(imagePointsl[i]),
        successl);
    drawChessboardCorners(imagenr, size_tablero, Mat(imagePointsr[i]),
        successr);
    string nombre2="corners";
    guardar(nombre2, tipo, imagenl,i,'l'); //Guardo la imagen con los
        corners dibujados
    guardar(nombre2, tipo, imagenr,i,'r');
}

```

Se obtienen imágenes como las de la figura 2.4

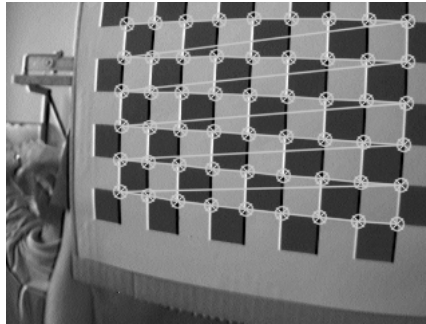


Figura 2.4: Detección de esquinas en el tablero

Ya obtenidas las posiciones de las esquinas en las imágenes, falta obtener las posiciones de las esquinas en el tablero en el espacio. Se conoce la configuración del tablero y la longitud de sus cuadrados. Ubicando el sistema de referencia en la esquina superior izquierda del tablero, de manera que el tablero se encuentre en el plano $z = 0$, se pueden calcular las posiciones de los puntos de la siguiente manera:

calibracion.cpp

```

/*Ahora obtengo las esquinas del tablero en el espacio*/
for( int i = 0; i < size_tablero.height; ++i ){
    for( int j = 0; j < size_tablero.width; ++j ){
        //la coordenada z se deja siempre en cero porque el tablero de
            calibracion es plano y puede ubicarse en el plano z=0
        objectPoints[0].push_back(Point3f(float( j*size_cuadradito.width ),
            float( i*size_cuadradito.height),0.0));
    }
}
objectPoints.resize(imagePointsl.size(),objectPoints[0]); //Copio la
    misma distribucion de puntos para todas la im\'agenes.

```

Es importante notar que la función de calibración de OpenCV asume que los puntos del tablero le serán dados siempre en el mismo orden. Si la detección de las esquinas en las imágenes se hace fila por fila, de izquierda a derecha, los puntos del objeto deben estar

en ese mismo orden. Además, al tomar imágenes de calibración nuevas se debe verificar no sólo que las posiciones de las esquinas sean correctas, sino también que se detecten siempre en el mismo orden (la función `drawChessboardCorners` une cada esquina con la detectada previamente)

2.4.3. Calibración

Ya obtenidos todos los datos necesarios, la función *calibrar* realiza la calibración de cada cámara por separado para obtener sus parámetros intrínsecos. Esta calibración también devolverá los parámetros extrínsecos, o sea las posiciones, de cada cámara por separado. La función luego muestra cómo se ven las imágenes corregidas.

calibracion.cpp

```

/*Realiza la calibración de la cámara*/
err_cal_prom= calibrateCamera(objectPoints ,imagePointsl ,imageSize ,
    cameraMatrixl ,distCoeffsl ,rvecs ,tvecs ,CV_CALIB_FIX_K3); //Que el
    ltimo coef de distorsion sea 0. Puede pasarse 0 como argumento y
    no poner ninguna opción
std::cout<<"Error de calibracion de la camara l: "<<err_cal_prom<<"\n";

err_cal_prom= calibrateCamera(objectPoints ,imagePointsr ,imageSize ,
    cameraMatrixr ,distCoeffsr ,rvecs ,tvecs ,CV_CALIB_FIX_K3); //Que el
    ltimo coef de distorsion sea 0. Puede pasarse 0 como argumento y
    no poner ninguna opción
std::cout<<"Error de calibracion de la camara r: "<<err_cal_prom<<"\n";

```

Para poder trabajar con visión estéreo, falta realizar la calibración estéreo de la cámara con la función de OpenCV *stereoCalib*. Se selecciona la opción en que esta función recibe los parámetros intrínsecos calculados por *calibrateCamera*, con la posibilidad de modificarlos. Se ha verificado que las modificaciones que se realizan son muy pequeñas, cómo debería ocurrir si la función *calibrateCamera* realizó una buena calibración. La función *stereoCalib* también recibe las coordenadas de las esquinas calculadas en las imágenes de cada cámara, y en el sistema coordenado del espacio. Teniendo en cuenta que el mismo punto del espacio ocupa una posición distinta en cada imagen del par tomado por las cámaras en forma simultánea, (figura 1.1) la función *stereoCalib* calcula la rotación y translación que permiten llevar del sistema coordenado de la primer cámara al de la segunda. Los resultados de calibración se guardan en un archivo XML.

calibracion.cpp

```

/*Se realiza la calibración estereo*/
err_cal_stereo=stereoCalibrate(objectPoints1 ,imagePoints1 ,imagePoints2 ,
    cameraMatrix1 ,distCoeffs1 ,cameraMatrix2 ,distCoeffs2 , imageSize , R , T
    , E , F , term_crit , flags_stereo);
std::cout<<"Error calibracion stereo: "<<err_cal_stereo<<"\n";

/*Se guardan los resultados*/
calib<<"P1"<<cameraMatrix1;
calib<<"dist1"<<distCoeffs1;

```

```
calib<<"P2"<<cameraMatrix2;  
calib<<"dist2"<<distCoeffs2;  
calib<<"R"<<R;  
calib<<"T"<<T;  
calib<<"F"<<F;
```

2.5. Rectificación

Con los parámetros de calibración puede realizarse la rectificación. El programa *rectificacion.cpp* permite elegir entre realizar la calibración sobre un video, o sobre imágenes, que podrían ser las mismas imágenes de calibración.

La función de OpenCV *stereoRectify* utiliza los parámetros de la calibración estéreo para determinar las rotaciones que se deberán aplicar a cada cámara del par si se desea lograr que las filas de imágenes tomadas simultáneamente queden alineadas. La función también calcula, para cada cámara, las matrices de proyección de 3x4 que llevarán los puntos del espacio a puntos de las imágenes rectificadas (en coordenadas homogéneas).

La función de OpenCV *initUndistortRectifyMap* toma las matrices de rotación y de proyección calculadas por *stereoRectify* para una de las cámaras y elabora dos mapas que permitirán antidistorsionar y rectificar las imágenes de dicha cámara de la forma descrita anteriormente. Los mapas indican que nueva posición tendrán cada uno de los píxeles de la imagen original en la imagen rectificada. Este cálculo se realiza para una cámara por vez.

Tanto *initUndistortRectifyMap* como *stereoRectify*, trabajan con información común a todas las imágenes y cada par de mapas que se obtiene como resultado final, es válido para todas las imágenes de una cámara. La función de OpenCv que hará efectivo en cada imagen el mapeo calculado es *remap*. Simplemente toma una imagen y, con los mapas que corresponden, la transforma en una imagen rectificada.

El trabajo que realizan estas tres funciones se ilustra en la figura 2.5.

rectificar.cpp

```
//Se obtienen las matrices necesarias para la rectificacion  
stereoRectify(intr_left, dist_left, intr_right, dist_right, imageSize,  
             rot_l2r, transl_l2r, Rl, Rr, Pl, Pr, Q, alpha, imageSize, &roi1, &roi2,  
             CV_CALIB_ZERO_DISPARITY);  
//Para la camara izquierda  
initUndistortRectifyMap(intr_left, dist_left, Rl, Pl, imageSize, CV_32FC1,  
                       map1l, map2l);  
//Para la camara derecha  
initUndistortRectifyMap(intr_right, dist_right, Rr, Pr, imageSize, CV_32FC1,  
                       map1r, map2r);
```

Y luego, iterando sobre cada imagen o frame:

rectificar.cpp

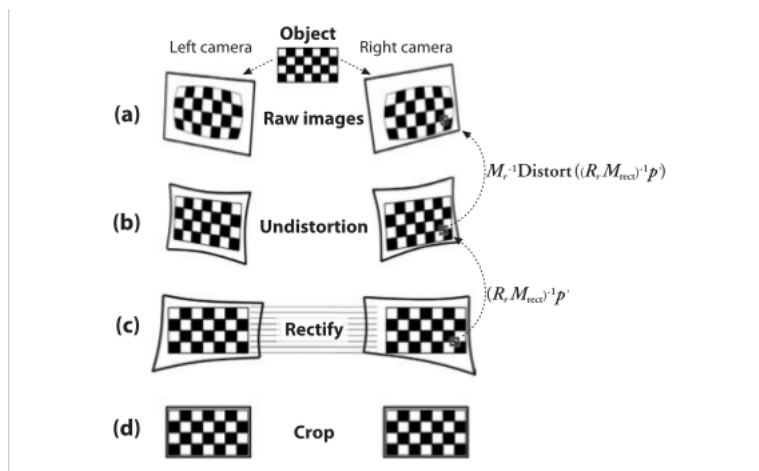


Figura 2.5: Las imágenes derechas e izquierda(a) son antidistorsionadas (b), y rectificadas (c)

```
//Realizo la rectificaci n y antidistorsi n

//Para la camara izquierda
Mat sin_dist1(imageSize, imagen1.type());
remap( imagen1, sin_dist1, map1l, map2l, INTER_LINEAR);

//Para la camara derecha
Mat sin_dist2(imageSize, imagen2.type());
remap( imagen2, sin_dist2, map1r, map2r, INTER_LINEAR);

//Realiza la alineacion manual
Mat imagen_corrida(sin_dist1.size(), sin_dist1.type());
posicion_elegida=alineado_manual(trackb_nom, vent_nom, sin_dist2,
    sin_dist1, imagen_corrida, ya_eligio_pos, posicion_elegida);
ya_eligio_pos=1;
```

Se puede ver que es posible realizar una alineación manual de las imágenes. Esta alineación superpone las imágenes rectificadas de las dos cámaras. Si no coinciden en un punto lejano (en el infinito, donde se intersectan los ejes principales), en la primera imagen se puede realizar un desplazamiento horizontal para corregir este error. El desplazamiento elegido se aplica luego a todas las imágenes. En realidad, si se ha hecho una buena calibración, no es necesario realizar corrección alguna, como ocurrió en este trabajo después de mejorar la calibración.

2.5.1. Visualización de los resultados de la rectificación

Para graficar los cambios realizados en las imágenes y verificar que se hayan realizado correctamente, se escribieron las funciones *detectYdibu_matches*, *flannFindPairs*, *drawMatches1*. Versiones más nuevas de OpenCV cuentan con más funciones que realizan estas

operaciones.

Primero se muestran las imágenes alineadas una al lado del otra, para ver cómo las proyecciones que corresponden al mismo punto del espacio tiene igual coordenada en el eje y .

rectificar.cpp

```
//Mostrar como estan alineadas las imagenes izquierda y derecha
Mat par_imag(imageSize.height,imageSize.width*2, sin_dist1.type() );
Mat par_color;
for (int k=0;k<imageSize.width;k++){
    Mat colu = par_imag.col(k);
    imagen_corrida.col(k).copyTo(colu);
    Mat colu2 = par_imag.col(k+imageSize.width);
    sin_dist2.col(k).copyTo(colu2);
}
cvtColor(par_imag,par_color,CV_GRAY2BGR);
for( int j = 0; j < imageSize.height; j += 16 )
    line( par_color, Point(0,j), Point(imageSize.width*2,j),
          CV_RGB(0,255,0));
namedWindow("Lineas",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
imshow("Lineas",par_color);
waitKey();
```

Se obtienen imágenes cómo las de la figura 2.6, donde se puede ver que la alineación es la deseada.

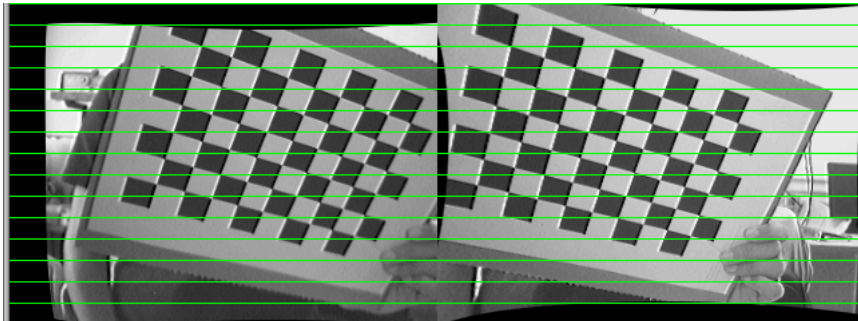


Figura 2.6: Distintas imágenes de calibración

Luego se realiza una detección y matcheo de keypoints. El método usado no será el que el mapa de disparidad emplea, pero servirá para dar una idea de los tipos de matches que pueden encontrarse. Cabe aclarar que esta parte no utiliza el hecho de que los pares de imágenes de ambas cámaras están alineados, las funciones buscan keypoints y matches entre ellos sin restricciones geométricas provenientes de la rectificación.

La función `detecYdibu_matches` detecta los keypoints usando SURF, luego matchea los keypoints entregados con FLANN, y los muestra con la función `drawMatches1`.

función `detecYdibumatches`

```

//Se detectan los keypoints usando SURF
SURF detectar_keyp(hessianThreshold, nOctaves , nOctaveLayers, extended);
detectar_keyp(imagen1, mask, ptos_interesl, descriptoresl, false);
detectar_keyp(imagen2, mask, ptos_interesr, descriptoresr, false);
Mat im_keypl, im_keypr;
int cant_keyp=ptos_interesl.size();
int length_des=descriptoresl.size()/cant_keyp;
Mat ptpairs;
//Se encuentran los matches usando Flann
int cant_matches=flannFindPairs(descriptoresl,descriptoresr,ptpairs,
cant_keyp,length_des);
std::cout<<"cant keyp "<<cant_keyp<<"cnt matches"<<cant_matches<<"\n";
imagen_final.create(imagen1.size().height,imagen1.size().width*2, imagen1.
type() );
drawMatches1(imagen1,imagen2,imagen_final,ptos_interesl,ptos_interesr,
ptpairs,cant_matches);

```

La función *flannFindPairs*, prepara los datos y utiliza la función de OpenCV *knnSearch* para encontrar los matches. Luego guarda los matches que pasan una prueba para testear que son buenos (Flann busca lo dos vecinos más cercanos, y luego se pide que la distancia al primer vecino no sea demasiado igual a la del segundo vecino, ya que si son parecidos es porque el algoritmo no ha logrado encontrar ningún match bueno para ese punto, y tanto el primero como el segundo vecino no se corresponden con el punto que se intenta matchear.

flannFindPairs

```

// Encontrar primeros vecinos usando FLANN
Mat indices(cant_keyp, 2, CV_32S);
Mat dists(cant_keyp, 2, CV_32F);
cv::flann::Index flann_index(descr, cv::flann::KDTreeIndexParams(4));
// using 4 randomized kdrees
flann_index.knnSearch(descr1,indices,dists, 2, cv::flann::SearchParams
(64) ); // maximum number of leafs checked

//Guardar los matches buenos en ptpairs
ptpairs.create(indices.rows,2 , indices.type());
int count=0;
for (int i=0;i<indices.rows;i++) {
    if (dists.at<float>(i,0)<0.6*dists.at<float>(i,1)){
        ptpairs.at<int>(count,0)=i;
        ptpairs.at<int>(count,1)=indices.at<int>(i,0);
        count++;
    }
}

```

Los resultados obtenidos son similares al de la figura 2.7. Vemos que la gran mayoría de matches que encuentra son entre puntos con coordenadas *y* muy similares, como se esperaba.

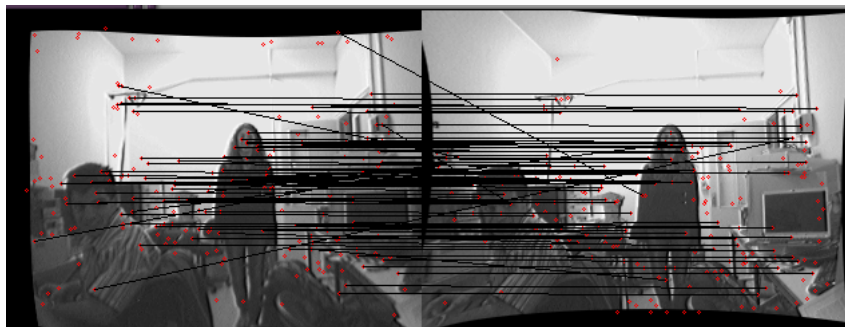


Figura 2.7: La mayoría de los matches detectados tienen igual coordenada y .

2.6. Mapa de disparidad

Para realizar el mapa de disparidad, OpenCV cuenta con la clase *StereoBM*, a la que se le pueden setear varios parámetros para su matching algorithm. Este algoritmo obtiene los matches basándose en pequeñas sumas de diferencia absoluta en una ventanita (SAD window). El seteo de los parámetros de este algoritmo, es una tarea difícil, ya que hay muchas variables para ajustar. OpenCV también dispone de otro algoritmo para realizar el mapa de disparidad. Obtiene mejores resultados, pero es más lento, por lo que no sería el adecuado para una aplicación en tiempo real. Las etapas del algoritmo de “block matching” son:

1. El prefiltrado de las imágenes para normalizar su brillo y realzar su textura. Esto se realiza desplazando una ventana sobre la imagen. El píxel central I_c se reemplaza por $\min[\max(I_c - I, I_{cap}), I_{cap}]$, donde I es el valor promedio en la ventana e I_{cap} es un límite positivo. Se setean:

- *El tamaño de la ventana,
- *El límite I_{cap} .

2. Búsqueda de correspondencias a lo largo de líneas horizontales usando la ventana *SAD*. Se setean los parámetros:

- *el tamaño de la ventana,
- *el valor mínimo de disparidad,
- *la cantidad de disparidades,
- *la resolución subpixel de las disparidades.

3. Post-filtrado para eliminar matches malos. Se filtran los matches que cumplen que $uniquenessRatio > \frac{match_val - \min_match}{\min_match}$. Se pueden eliminar también los matches en zonas de muy baja textura y en zonas de bordes de los objetos con disparidades muy grandes y muy chicas, o *speckle*. Se setean los parámetros:

- *uniquenessRatio,
- *el umbral mínimo de textura,
- *el tamaño de la ventana de *speckle*,

*un rango de diferencias de disparidades dentro del cuál, aún en una ventana de speckle, el matcheo es aceptado.

mapa_disparidad

```

StereoBM realizar_mapa_disp(CV_STEREO_BM_BASIC, ndisparities,
    SADWindowSize);
    realizar_mapa_disp.state->roi1 = roi1;
    realizar_mapa_disp.state->roi2 = roi2;
    realizar_mapa_disp.state->preFilterSize=5;//output_ 5
    realizar_mapa_disp.state->preFilterCap = 32;//output_ 32//31
    realizar_mapa_disp.state->SADWindowSize = SADWindowSize;
    realizar_mapa_disp.state->minDisparity = 0;//output_ 0
    realizar_mapa_disp.state->numberOfDisparities = ndisparities;
    realizar_mapa_disp.state->textureThreshold = 3;//output_ 3//10
    realizar_mapa_disp.state->uniquenessRatio = 0;//output_ 0//0 15
    realizar_mapa_disp.state->speckleWindowSize = 5;//output_ 6//100
    realizar_mapa_disp.state->speckleRange = 3;//output_ 3//32
    realizar_mapa_disp.state->disp12MaxDiff = 5;//output_ 1

```

Con los parámetros seteados, se puede pasar a la realización del mapa de disparidad. Al setear el valor mínimo de disparidad, y la cantidad de disparidades, se fija un volumen en el mndo real, dentro del cuál se calculará la disparidad de los puntos. En la figura 2.8 se observa cómo cada límite de disparidad determina un rango en el que la profundidad puede ser detectada. Fuera de se rango se tendrán huecos donde a profundidad no podrá conocerse.

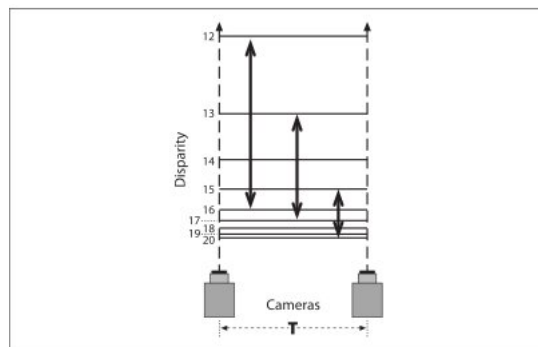


Figura 2.8: Distintos volúmenes que se cubriarán al cambiar la disparidad mínima. Se muestran las variaciones de disparidad para un rango de 5 píxeles.

La figura 2.9 da una mejor idea de cómo se calcula el mejor matcheo para un punto. Cualquier matcheo en la imagen derecha de un feature de la imagen izquierda debe ocurrir en la misma fila y a la izquierda de la coordenada x del feature occur, donde el matcheo comienza al punto de disparidad mínima (seteado) y se mueve hacia la izquierda un cierto número de disparidades. La función de matcheo característica se muestra en la parte inferior de la figura.

Una sólo línea de código realiza todo lo descripto, gracias a la librería OpenCV:

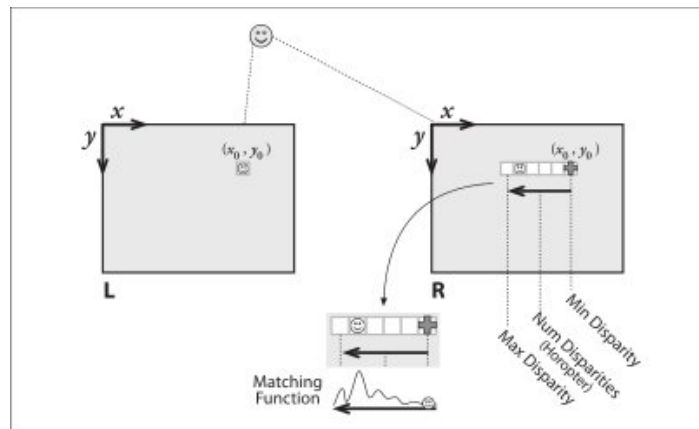


Figura 2.9: Matcheo de puntos para realizar mapa de disparidad

```
//Realiza el mapa de disparidad
realizar_mapa_disp( imagen1,imagen2, disp, CV_32F );
```

Para realizar estos mapas también se analizaron otras posibilidades, como utilizar con la librería *Libelas*, pero esto no mejoraba mucho los resultados. También se podría mostrarlos en colores, para que sea menos confuso el efecto de las zonas sin matches.

A continuación se muestran algunas de las imágenes obtenidas (Figuras de 2.10 a 2.12). Notar cómo colores más claros indican objetos más cercanos.



Figura 2.10: Mapas de disparidad de persona acercándose

También se observan algunas imágenes tomadas de otro set (Figuras 2.13 y 2.14). Se observa como con una mayor resolución y mejor calibración de las cámaras, los resultados mejoran considerablemente.

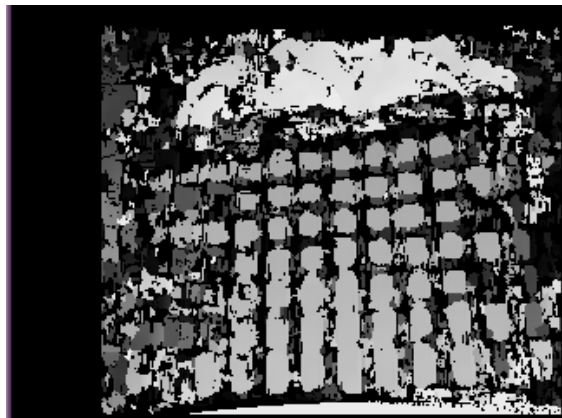


Figura 2.11: Tablero de calibración y torso

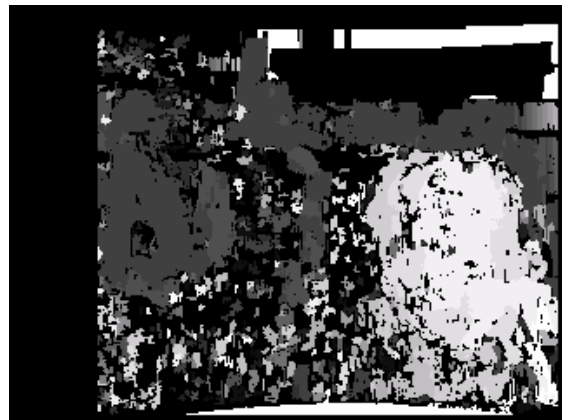


Figura 2.12: A la derecha, cabeza de persona cercana a la cámara, y a la izquierda, persona alejada, sentada en una silla

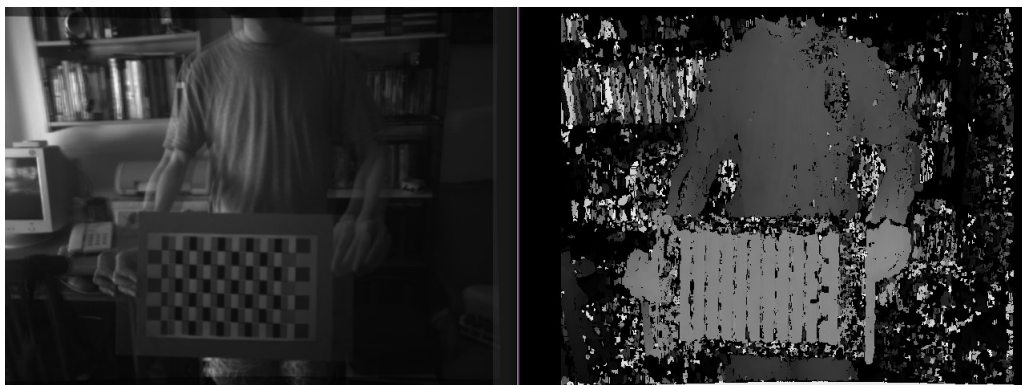


Figura 2.13: Imagen de calibración y mapa de disparidad correspondiente

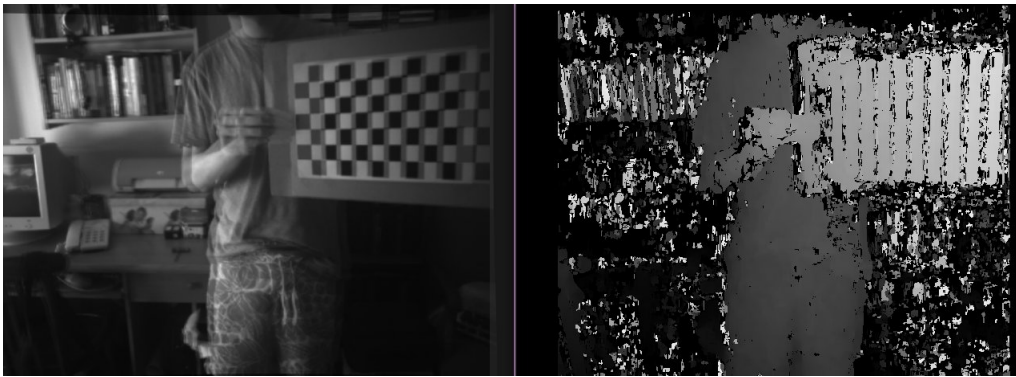


Figura 2.14: Imagen de calibración y mapa de disparidad correspondiente

3

Conclusiones

Se logró obtener un cálculo de distancias a través del mapa de disparidad. El testeo de los programas en imágenes descargadas para tal propósito muestra que es posible mejorar los resultados obtenidos. Con las cámaras utilizadas, se logra observar la profundidad a la que se encuentran ciertos objetos, pero en otros, el nivel de ruido es demasiado grande. Además, hay zonas donde no se encuentran puntos de interés donde detectar matches, dejando huecos en el mapa de disparidad.

Para mejorar esto, podría alinearse con mayor exactitud las cámaras y así lograr una mejor calibración. También podría trabajarse en una resolución mayor para detectar más puntos de interés, ya que con la resolución actual se detectan alrededor de 90 matches, y en las imágenes descargadas para testeo, con una resolución de 640x480 se logran alrededor de 200 matches. El ajuste de los parámetros de la función que calcula el mapa de disparidad serviría para realizar mapas con menos ruido. La visualización del mapa podría mejorarse todavía más buscando la mejor manera de mostrarlo, por ejemplo, utilizando colores. Podría ser interesante estudiar la performance de los algoritmos en distintos tipos de escenarios, y especialmente, en los posibles escenarios en los que será aplicado. Se debe tener en cuenta que el mapa de disparidad tiene mayor precisión en cierto rango de distancias, según el seteo de parámetros que se realice. En cuanto a la aparición de huecos, podría solucionarse mediante algoritmos que utilicen la información existente para estimar toda la superficie de los objetos que se observan.

En el caso de videos, podría trabajarse con seguimiento de los puntos estudiados para ayudar más a la correcta detección de su posición.

Bibliografía

- [1] ANDREW ZISSERMAN. *Multiple View Geometry in Computer Vision, Second Edition*. Cambridge University Press, 2004. Part I,II.
- [2] GARY BRADSKY, ADRIAN KAEHLER. *Learning OpenCV*. O' Reilly, 2008.
- [3] ROBERT LAGANIERE. *OpenCV 2. Computer Vision Application programming Cookbook*. Packt Publishing, 2011. Cap 9,10
- [4] *OpenCV 2.1 Documentation*.

Apéndice A

Código

A.1. grabar.cpp

grabar.cpp

```
#include "cxcore.h"
#include "cxcore.hpp"
#include "cvtypes.h"
#include "cv.h"
#include "cvaux.hpp"
#include "cv.hpp"
#include "highgui.h"
#include "highgui.hpp"

//#include "cxtypes.h"

#include <iostream>
#include <cmath>

#include <sys/time.h>
#include <time.h>

using namespace cv;

int main (){

    int cam1=1;//Verificar numero
    int cam2=0;
    int fps=30;
    int ancho=320;
```

```

int alto=240;
//Abrir video
VideoCapture video_l(cam1); //Ver en que orden hay que abrir los videos
if (!video_l.isOpened())
{
    std::cout << "video_l no se abrio!\n" ;
    return 1;
}
VideoCapture video_r(cam2);
if (!video_r.isOpened())
{
    std::cout << "video_r no se abrio!\n" ;
    return 1;
}

video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
video_l.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);

ancho=video_l.get(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH);
alto=video_l.get(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT);
cv::Size size1(ancho, alto);
ancho=video_r.get(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH);
alto=video_r.get(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT);
cv::Size size2(ancho, alto);
int setfps=video_l.get(CV_CAP_PROP_FPS);
std::cout<<"ANCHO: "<<ancho<<" ALTO: "<<alto<<" FPS seteados: "<<setfps
<<"\n";

    VideoWriter grabacl("Grabac9l.avi",0,fps, size1);
if (!grabacl.isOpened())
{
    std::cout << "Grabacl no se creo correctamente!\n" ;
    return 1;
}
VideoWriter grabacr("Grabac9r.avi", 0,fps, size2);
if (!grabacr.isOpened())
{
    std::cout << "Grabacr no se creo correctamente!\n" ;
    return 1;
}
Mat frame1, framer;
std::cout<<"start\n";
namedWindow("grabac",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
for (int i=0; i<1000;i++)
{
    video_l>>frame1;
    video_r>>framer;
}

```



```

        //imshow("grabac",frame1); \\Descomentar para ver el video
        //waitKey(33);
        grabacl<<frame1;
        grabacr<<framer;
    }

return 0;
}

```

A.2. alinear.cpp

alinear.cpp

```

#include "cxcore.h"
#include "cxcore.hpp"
#include "cvtypes.h"
#include "cv.h"
#include "cvaux.hpp"
#include "cv.hpp"
#include "highgui.h"
#include "highgui.hpp"
#include <iostream>
#include <cmath>

using namespace std;

/*
*****
Arma el nombre y guarda una imagen.
*****
*/
void guardar(string& nombre, string& tipo, cv::Mat& imagen, int i, char
lado){
    string nom_completo=nombre;
    nom_completo+=lado;
    stringstream num;
    num<<i;
    nom_completo+=num.str();
    nom_completo+=".";
    nom_completo+=tipo;
    imwrite(nom_completo, imagen);
    return;
}

int main (){
    int cam1=0;
    int cam2=1;
    int fps=30;

```

```

int ancho=320;
int alto=240;
//Abrir video
cv::VideoCapture video_l(cam1);//Ver en que orden hay que abrir los videos
if (!video_l.isOpened())
{
    cout << "video_l no se abrio!" << endl;
    return 1;
}
cv::VideoCapture video_r(cam2);
if (!video_r.isOpened())
{
    cout << "video_r no se abrio!" << endl;
    return 1;
}

video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
video_l.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);

cv::Mat frame_l, frame_r;

string filename="alineac";
string ext="png";
char c='n';
cv::Point centro;
centro.x=160;
centro.y=120;
/* capturo y guardo de a 1 frame */
for (int i=0;i<5;i++)
{
    //Abrir video
    cv::VideoCapture video_l(cam1);//Ver en que orden hay que abrir los videos
    if (!video_l.isOpened())
    {
        cout << "video_l no se abrio!" << endl;
        return 1;
    }
    cv::VideoCapture video_r(cam2);
    if (!video_r.isOpened())
    {
        cout << "video_r no se abrio!" << endl;
        return 1;
    }

    video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
    video_l.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);

```

```

video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
video_l.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
video_r.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);

video_l>> frame1;
video_r>> framer;
video_l>> frame1;
video_r>> framer;
video_l>> frame1;
video_r>> framer;
video_l>> frame1;
video_r>> framer;
cv::namedWindow("prueba", CV_WINDOW_AUTOSIZE);
cv::imshow("prueba", frame1);
int n=cv::waitKey(); // Presionar m si la imagen es buena
c=(char)n;
if (c=='m'){
circle(frame1, centro, 2, 20, 4);
circle(framer, centro, 2, 20, 4);
guardar(filename, ext, frame1, i, 'l');
guardar(filename, ext, framer, i, 'r');
cout<<"guardado " << i << "\n";
}
video_l.release();
video_r.release();
}
return 0;
}

```

A.3. calibracion.cpp

calibracion.cpp

```

#include "opencv2/opencv.hpp"
#include "opencv2/highgui/highgui.hpp"
#include "opencv2/core/core.hpp"
#include "libelas/src/elas.h"

#include <iostream>
#include <cmath>

using namespace cv;

/*
*****

```

Arma el nombre y abre una imagen.
Argumentos: Raiz con n del nombre que comparten todas las imagenes (todo lo necesario, carpetas, etc)
Formato de la imagen "jpg", ".png", etc
Matriz donde se guardar la imagen abierta
N mero de la imagen a abrir
C mara que tomo la imagen a abrir (l, left; r, right)

```

*****
*/
void abrir(string& nombre, string& tipo, Mat& imagen, int i, char lado){
    string nom_completo=nombre;
    nom_completo+=lado;
    std::stringstream num;
    num<<i;
    nom_completo+=num.str();
    nom_completo+=".";
    nom_completo+=tipo;
    std::cout<<nom_completo<<"\n";
    imagen=imread(nom_completo, 0);
    return;
}

```

Arma el nombre y guarda una imagen. Argumentos iguales a la funcion abrir

```

*****
*/
void guardar(string& nombre, string& tipo, Mat& imagen, int i, char lado){
    string nom_completo=nombre;
    nom_completo+=lado;
    std::stringstream num;
    num<<i;
    nom_completo+=num.str();
    nom_completo+=".";
    nom_completo+=tipo;
    std::cout<<nom_completo<<"\n";
    imwrite(nom_completo, imagen);
    return;
}

```

Captura imagenes nuevas o utiliza imagenes ya guardadas para realiza la calibraci n de cada camara
Argumentos: cant_imag: Cantidad de imagenes a utilizar para la calibracion
size_tablero: Cantidad de puntos a lo ancho y a lo largo del tablero de calibraci n (esquinas internas)
size_ciudadrito: Tama o de un cuadrado del tablero (importa si es efectivamente cuadrado o no)

```

    imageSize: Devolvera el tama o de imagen con el que se esta
                trabajando
    objectPoints: Devolvera las coordenadas de las esquinas del tablero
                  en el espacio
    imagePointsl: Devolvera las coordenadas de las esquinas del tablero
                  en cada imagen de la camara izquierda
    imagePointsr: Devolvera las coordenadas de las esquinas del tablero
                  en cada imagen de la camara derecha
    cameraMatrixl: Devolvera la matriz de par metros intrinsecos de la
                   camara izquierda
    distCoeffsl: Devolvera la matriz de par metros de distorsion de la
                 camara izquierda
    cameraMatrixr: Devolvera la matriz de par metros intrinsecos de la
                   camara derecha
    distCoeffsr: Devolvera la matriz de par metros de distorsion de la
                 camara derecha
    capturar: 0 si desea utilizar imagenes guardadas o 1 si desea
              capturar imagenes
    filename_imag: Raiz comun del nombre de los archivos de imagenes a
                  utilizar, o donde se guardaran las imagenes capturadas
    tipo: Extension de las imagenes (jpg, png, etc)
*****
    */
double calibrar( int cant_imag, Size& size_tablero, Size& size_cuadradito,
                Size& imageSize, vector<vector<Point3f> >& objectPoints, vector<vector<
                Point2f> >& imagePointsl,
vector<vector<Point2f> >& imagePointsr, Mat& cameraMatrixl, Mat&
                distCoeffsl, Mat& cameraMatrixr, Mat& distCoeffsr, int capturar, string
                filename_imag, string tipo){

    double err_cal_prom=0;
    vector<Mat> rvecs;
    vector<Mat> tvecs;
    Mat imagenr, imagenl;
    bool successl, successr;

    /*Primero obtengo las esquinas del tablero en las imagenes*/
    for (int i=0; i< cant_imag; i++){
        successl=0;
        successr=0;
        if (!capturar){ //Abro las imagenes ya guardadas.
            abrir(filename_imag, tipo, imagenl, i, 'l');
            abrir(filename_imag, tipo, imagenr, i, 'r');
            successl=findChessboardCorners(imagenl, size_tablero, imagePointsl[i]
            ], 0); //Guarda los ptos fila por fila, de derecha a izquierda
                    en cada fila.
            successr=findChessboardCorners(imagenr, size_tablero, imagePointsr[i]
            ], 0);

            if (successl && successr){
                cornerSubPix(imagenl, imagePointsl[i], Size(11, 11), Size(-1, -1),
                    TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30, 0.1));

```

```

        cornerSubPix(imagenr, imagePointsr[i], Size(11, 11), Size(-1, -1),
            TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30, 0.1));
        drawChessboardCorners(imagenl, size_tablero, Mat(imagePointsl[i]),
            successl);
        drawChessboardCorners(imagenr, size_tablero, Mat(imagePointsr[i]),
            successr);
        string nombre2="corners";
        guardar(nombre2, tipo, imagenl,i,'l'); //Guardo la imagen con los
            corners dibujados
        guardar(nombre2, tipo, imagenr,i,'r');
        //namedWindow("corners",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
        //imshow("corners", imagen);
        //waitKey();
    }
    else{
        std::cout<<"\nimagen " <<i<<"fallo al obtener puntos.\n";
    }
}
else{ //Capturo imagenes
    char c='0';
    VideoCapture videol(0); //Ver que numero tiene cada dispositivo
    VideoCapture videor(1);
    //Seteo algunos parametros del video
    int fps=30;
    int ancho=320;
    int alto=240;
    if (!videol.isOpened()){
        std::cout << "videol no se abrio!\n";
    }
    if (!videor.isOpened()){
        std::cout << "videor no se abrio!\n";
    }
    videol.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
    videol.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
    videol.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
    videor.set(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH, ancho);
    videor.set(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT, alto);
    videor.set(CV_CAP_PROP_FPS, fps);
    //Capturo las imagenes
    while (c!='m'){ //Iteraci n hasta encontrar una imagen buena
        Mat imagen_colorl;
        Mat imagen_colorr;
        videol>>imagen_colorl;
        videor>>imagen_colorr;
        cvtColor(imagen_colorl, imagenl, CV_BGR2GRAY);
        cvtColor(imagen_colorr, imagenr, CV_BGR2GRAY);
        successl=findChessboardCorners(imagenl, size_tablero, imagePointsl
            [i], 0); //Guarda los pto row by row, left to right in every
            row
        successr=findChessboardCorners(imagenr, size_tablero, imagePointsr
            [i], 0);
        if (successl && successr){
            cornerSubPix(imagenl, imagePointsl[i], Size(11, 11), Size(-1,
                -1), TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30,

```

```

        0.1));
    cornerSubPix(imagenr, imagePointsr[i], Size(11, 11), Size(-1,
        -1), TermCriteria(CV_TERMCRIT_EPS + CV_TERMCRIT_ITER, 30,
        0.1));
    guardar(filename_imag, tipo, imagenl,i,'l'); //Guardo la imagen
        para luego utilizarla para calibrar sin capturar imagenes
    guardar(filename_imag, tipo, imagenr,i,'r');
    abrir(filename_imag, tipo, imagenl,i,'l');
    abrir(filename_imag, tipo, imagenr,i,'r');
    drawChessboardCorners(imagenl,size_tablero, Mat(imagePointsl[i])
        , successl);
    drawChessboardCorners(imagenr,size_tablero, Mat(imagePointsr[i])
        , successr);
    std::cout<<"presione tecla m para aceptar imagen"; //Si la
        imagen tomada es buena presionar m. Antes de presionar es
        momento
        //de mover el tablero de calibraci n
        para que la pr xima imagen sea
        distinta.
    namedWindow("pruebal",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
    namedWindow("pruebar",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
    imshow("pruebal",imagenl);
    imshow("pruebar",imagenr);
    int n=waitKey();
    c=(char)n;
    }

}

std::cout<<i+1<<" imagenes capturadas\n"; //Muestra cuantas imagenes
    se capturados hasta ahora
string nombre2="corners";
guardar(nombre2, tipo, imagenl,i,'l'); //Guardo la imagen con los
    corners dibujados
guardar(nombre2, tipo, imagenr,i,'r');
}
}

/*Ahora obtengo las esquinas del tablero en el espacio*/
for( int i = 0; i < size_tablero.height; ++i ){
    for( int j = 0; j < size_tablero.width; ++j ){
        //la coordenada z se deja siempre en cero porque el tablero de
        calibracion es plano y puede ubicarse en el plano z=0
        objectPoints[0].push_back(Point3f(float( j*size_cuadradito.width ),
            float( i*size_cuadradito.height),0.0));
    }
}
objectPoints.resize(imagePointsl.size(),objectPoints[0]); //Copio la
    misma distribuci n de puntos para todas la imagenes.
abrir(filename_imag, tipo, imagenl,0,'l');
imageSize=imagenl.size();

/*Realiza la calibraci n de la c mara*/

```

```

err_cal_prom= calibrateCamera(objectPoints, imagePointsl, imageSize,
    cameraMatrixl, distCoeffsl, rvecs, tvecs, CV_CALIB_FIX_K3); //Que el
    ltimo coef de distorsion sea 0. Puede pasarse 0 como argumento y
    no poner ninguna opcion
std::cout<<"Error de calibracion de la camara l: "<<err_cal_prom<<"\n";

err_cal_prom= calibrateCamera(objectPoints, imagePointsr, imageSize,
    cameraMatrixr, distCoeffsr, rvecs, tvecs, CV_CALIB_FIX_K3); //Que el
    ltimo coef de distorsion sea 0. Puede pasarse 0 como argumento y
    no poner ninguna opcion
std::cout<<"Error de calibracion de la camara r: "<<err_cal_prom<<"\n";

/*Muestro como quedan las imagenes despues de la calibraci n*/
Mat map1, map2, R, Rinv;
Mat newCamMat;
Mat sin_dist(imageSize, imagenl.type());

namedWindow("Rect", CV_WINDOW_AUTOSIZE);
for(int t=0; t<cant_imag; t++){
    Rodrigues(rvecs[t], Rinv); //Comentar o descomentar para ver el efecto
        de la matriz de rotaci n
    R=Rinv.inv(DECOMP_SVD);
    initUndistortRectifyMap(cameraMatrixl, distCoeffsl, R, newCamMat,
        imageSize, CV_32FC1, map1, map2);
    abrir(filename_imag, tipo, imagenl, t, 'l');
    remap( imagenl, sin_dist, map1, map2, INTER_LINEAR);
    imshow("Rect", sin_dist);
    waitKey();
}

return err_cal_prom;
}

/*
*****

Realiza la calibracion de una camara estereo
Argumentos: cant_imag: Cantidad de imagenes a utilizar para la
    calibracion
    size_tablero: Cantidad de puntos a lo ancho y a lo largo del
        tablero de calibraci n (esquinas internas)
    size_ciuadradito: Tama o de un cuadrado del tablero (importa si es
        efectivamente cuadrado o no)
    filename_cal: nombre del archivo donde se guardaran las matrices
        intr nsecas, de distorsi n, de rotaci n y translaci n que
        se obtengan de la calibraci n
    capturar: 0 si desea utilizar imagenes guardadas o 1 si desea
        capturar imagenes
    filename_imag: Raiz comun del nombre de los archivos de imagenes a
        utilizar, o donde se guardaran las imagenes capturadas
    tipo: Extension de las imagenes (jpg, png, etc)
*****
*/

```



```

double calibrar_stereo( int cant_imag, Size& size_tablero, Size&
    size_cuadradito, string& filename_cal, int capturar, string
    filename_imag=" ", string tipo=" "){

    vector<vector<Point3f> > objectPoints1(1);
    vector<vector<Point3f> > objectPoints2(1);
    vector<vector<Point2f> > imagePoints1(cant_imag);
    vector<vector<Point2f> > imagePoints2(cant_imag);
    Mat cameraMatrix1;
    Mat distCoeffs1;
    Mat cameraMatrix2;
    Mat distCoeffs2;
    Mat R,T,E,F;
    //TermCriteria term_crit = TermCriteria(TermCriteria::COUNT+
        TermCriteria::EPS, 30, 1e-6); //Fija una cantidad max de iteraciones
        y un error aceptable
    TermCriteria term_crit = TermCriteria(TermCriteria::EPS,0, 1e-6);
    int flags_stereo= CV_CALIB_USE_INTRINSIC_GUESS; //Puede ser
        CV_CALIB_FIX_INTRINSIC para que deje fijos los parametros
        intr nsecos directamente
    FileStorage calib(filename_cal, 1); //archivo xml donde se guardaran los
        resultados
    double error_calib=0;
    double err_cal_stereo=0;
    Size imageSize;

    /*Se calibra cada una de las camaras por separado*/
    error_calib=calibrar( cant_imag, size_tablero, size_cuadradito, imageSize
        , objectPoints1, imagePoints1, imagePoints2, cameraMatrix1, distCoeffs1,
        cameraMatrix2, distCoeffs2, capturar, filename_imag, tipo);

    /*Se realiza la calibracion estereo*/
    err_cal_stereo=stereoCalibrate(objectPoints1, imagePoints1, imagePoints2,
        cameraMatrix1, distCoeffs1, cameraMatrix2, distCoeffs2, imageSize, R, T
        , E, F, term_crit, flags_stereo);
    std::cout<<"Error calibracion stereo: "<<err_cal_stereo<<"\n";

    /*Se guardan los resultados*/
    calib<<"P1"<<cameraMatrix1;
    calib<<"dist1"<<distCoeffs1;
    calib<<"P2"<<cameraMatrix2;
    calib<<"dist2"<<distCoeffs2;
    calib<<"R"<<R;
    calib<<"T"<<T;
    calib<<"F"<<F;

    return err_cal_stereo;
}

int main (int argc, char *argv []){

```

```

string filename_imag; //Ubicacion y raiz comun del nombre de las
    imagenes. Si Documentos/imag0.jpg, Documentos/imag1.jpg... seria
    Documentos/imag
string tipo; //Extension de los archivos de imagenes de calibracion
string filename_cal; // Archivo donde se guardan los resultados
int cant_imag;
Size size_tablero;
Size size_cuadradito;
double error_calib;
int tomar_imagenes; //1 si hay que tomar imagenes, 0 si las imagenes
    estan grabadas

if (argc !=6)
{
    std::cout<<"USAGE: %s ./calibracion opcion nombre tipo cantidad
        archivo_calibracion\n";
    std::cout<<"Opcion (int 0 o 1) 0 para utilizar imagenes de
        calibracion ya grabadas, 1 para capturar imagenes nuevas \n";
    std::cout<<"nombre (string) Ubicacion y raiz comun del nombre de
        las imagenes guardadas, o que se desean guardar. Si Documentos
        /imag0.jpg, Documentos/imag1.jpg... seria Documentos/imag \n";
    std::cout<<"tipo (string) Extension de los archivos de imagenes de
        calibracion. Ej: png \n";
    std::cout<<"cantidad (int >0) cantidad de imagenes.\n";
    std::cout<<"archivo_calibracion(string) Archivo donde se guardan
        los resultados de la calibracion con su extension (.xml)\n";
    return 1;
}
tomar_imagenes = atoi(argv[1]);
filename_imag=argv[2];
tipo=argv[3];
cant_imag = atoi(argv[4]);
filename_cal = argv[5];

//Setea parametros
size_tablero.height=6;
size_tablero.width=9;
size_cuadradito.height=2.5; //2.25
size_cuadradito.width=2.5;

error_calib=calibrar_stereo(cant_imag,size_tablero, size_cuadradito,
    filename_cal, tomar_imagenes, filename_imag,tipo);

return 0;
}

```

A.4. rectificar.cpp

rectificar.cpp

```
#include <iostream>
```

```

#include <cmath>
#include "opencv2/opencv.hpp"
#include "opencv2/highgui/highgui.hpp"
#include "opencv2/core/core.hpp"
#include "libelas/src/elas.h"

using namespace cv;

/*
*****
Arma el nombre y abre una imagen.
Argumentos: Raiz con n del nombre que comparten todas las imagenes (todo
            lo necesario, carpetas, etc)
            Formato de la imagen "jpg", ".png", etc
            Matriz donde se guardar la imagen abierta
            N mero de la imagen a abrir
            C mara que tomo la imagen a abrir (l, left; r, right)
*****
*/
void abrir(string& nombre, string& tipo, Mat& imagen, int i, char lado){
    string nom_completo=nombre;
    nom_completo+=lado;
    std::stringstream num;
    num<<i;
    nom_completo+=num.str();
    nom_completo+=".";
    nom_completo+=tipo;
    std::cout<<nom_completo<<"\n";
    imagen=imread(nom_completo, 0);
    return;
}

/*
*****
Arma el nombre y guarda una imagen. Argumentos iguales a la funcion abrir
*****
*/
void guardar(string& nombre, string& tipo, Mat& imagen, int i, char lado){
    string nom_completo=nombre;
    nom_completo+=lado;
    std::stringstream num;
    num<<i;
    nom_completo+=num.str();
    nom_completo+=".";
    nom_completo+=tipo;
    std::cout<<nom_completo<<"\n";
    imwrite(nom_completo, imagen);
    return;
}

```

```

/*
*****

Crea un trackbar en una ventana dada
Argumentos: vent_nom: nombre de la ventana donde se creara el trackbar.
            trackb_nom: nombre que identifica al trackbar
            max: valor maximo que puede adquirir el trackbar. Los valores
                podran setearse de 0 a max
            posicion: posicion en la que el usuario ubica el trackbar
*****
*/
void creado_trackb(string& vent_nom, string& trackb_nom, int max, int&
    posicion){
    namedWindow(vent_nom, CV_WINDOW_AUTOSIZE);
    createTrackbar(trackb_nom, vent_nom, &posicion, max);
}

/*
*****

Desplaza una imagen en el eje horizontal
Argumentos: imagen: imagen a desplazar
            imagen_corrida: imagen desplazada
            posicion: posicion en la que el usuario ubico el trackbar, lo
                que indica cuanto hay que desplazar la imagen
*****
*/
void desplazar(Mat& imagen, Mat& imagen_corrida, int posicion){

int max=100;
int medio=int(max/2);

for(int i = 0; i < imagen.rows; i++){
    uchar* fila = imagen.ptr<uchar>(i);
    uchar* filac = imagen_corrida.ptr<uchar>(i);
    if (posicion<medio){
        for(int j=0; j<imagen.cols-medio+posicion; j++){
            filac[j]=fila[j+medio-posicion];
        }
        for(int j=imagen.cols-medio+posicion; j<imagen.cols; j++){
            filac[j]='0';
        }
    }
    else{
        for(int j=0; j<imagen.cols-posicion+medio; j++){
            filac[j+posicion-medio]=fila[j];
        }
        for(int j=0; j<posicion-medio; j++){
            filac[j]='0';
        }
    }
}
}
}

```

```

/*
*****

Muestra las imagenes de dos camaras superpuestas y desplaza
horizontalmente una de las imagenes tanto como el usuario le indique.
Es utilizada para superponer un punto en el infinito.
Argumentos: trackb_nom: nombre que identifica al trackbar que har'a
desplazar la imagen
vent_nom: nombre de la ventana en la que se dibujaran las imagenes
imagen_quieta: imagen que no sera desplazada
imagen: imagen que sera desplazada
imagen_corrida: imagen en la que se guardara una copia de la
anterior, desplazada
ya_eligio: si ya se decidio cuanto hay que desplazar las
imagenes (se elige el desplazamiento solo
para la primer imagen, las demas se desplazan igual cantidad
que la primera)
posicion: posicion en la que el usuario ubica el trackbar
*****
*/
int alineado_manual(string& trackb_nom, string& vent_nom,Mat&imagen_quieta
,Mat& imagen,Mat& imagen_corrida,int ya_eligio,int posicion){
//Mueve la imagen la cantidad especificada por getTrackbarPos
int posicion_nueva=0;
if(ya_eligio==0){
while (waitKey(200)<0){
posicion_nueva=getTrackbarPos(trackb_nom,vent_nom);
desplazar(imagen,imagen_corrida, posicion_nueva);
//Muestro las imagenes superpuestas
Mat superp(imagen_corrida.size(),imagen_corrida.type());
addWeighted(imagen_corrida,0.5,imagen_quieta,0.5,0,superp);
imshow(vent_nom,superp);
}
}
else{
desplazar(imagen,imagen_corrida, posicion);
posicion_nueva=posicion;
Mat superp(imagen_corrida.size(),imagen_corrida.type());
addWeighted(imagen_corrida,0.5,imagen_quieta,0.5,0,superp);
imshow(vent_nom,superp);
waitKey(70);
}
}
return(posicion_nueva);
}
/*
*****

Elabora un mapa de disparidad en colores a partir de un mapa de
disparidad en escala de grises
Argumentos: dat: imagen con el mapa de disparidad en escala de grises
l: imagen donde se guardara el mapa de disparidad en colores

```



```

    }
  }
}

/*
*****

Realiza mapas de disparidad con OpenCV
Argumentos: imagen1: imagen de una de las camaras
            imagen2: imagen de la otra camara
            disparidad: imagen en la que se guardara el mapa de disparidad
            roi1: Rectangulo valido de la imagen 1 que se debe considerar. El
                  resto de la imagen se descarta.
            roi2: Idem para la imagen 2
*****
*/
void mapa_disparidad(Mat& imagen1, Mat& imagen2, Mat& disparidad, Rect&
roi1, Rect& roi2){

    int SADWindowSize=9; //output_ 9//25 ADWindowSize must be odd, be
        within 5..255 and be not larger than image width or height in
        function findStereoCorrespondenceBM
    int ndisparities=48; //output_ 48//numberOfDisparities must be
        positive and divisble by 16 in function findStereoCorrespondenceBM
    //int preset=CV_STEREO_BM_BASIC;
    Mat disp;
    StereoBM realizar_mapa_disp(CV_STEREO_BM_BASIC, ndisparities,
        SADWindowSize);
    realizar_mapa_disp.state->roi1 = roi1;
    realizar_mapa_disp.state->roi2 = roi2;
    realizar_mapa_disp.state->preFilterSize=5;//output_ 5
    realizar_mapa_disp.state->preFilterCap = 32;//output_ 32//31
    realizar_mapa_disp.state->SADWindowSize = SADWindowSize;
    realizar_mapa_disp.state->minDisparity = 0;//output_ 0
    realizar_mapa_disp.state->numberOfDisparities = ndisparities;
    realizar_mapa_disp.state->textureThreshold = 3;//output_ 3//10
    realizar_mapa_disp.state->uniquenessRatio = 0;//output_ 0//0 15
    realizar_mapa_disp.state->speckleWindowSize = 5;//output_ 6//100
    realizar_mapa_disp.state->speckleRange = 3;//output_ 3//32
    realizar_mapa_disp.state->disp12MaxDiff = 5;//output_ 1
    //Realiza el mapa de disparidad
    realizar_mapa_disp( imagen1,imagen2, disp, CV_32F );
    //Normaliza los mapas de disparidad para verlos mejor.
    disp.convertTo(disparidad, CV_8U, 255/(ndisparities));

    //Descomentar para realizar un mapa de disparidad con un metodo mas lento,
    //pero que logra mejores resultados.

    /*
    StereoSGBM sgbm;
    sgbm.preFilterCap = 63;
    sgbm.SADWindowSize = SADWindowSize > 0 ? SADWindowSize : 3;
    int cn = imagen1.channels();

```

```

    sgbm.P1 = 8*cn*sgbm.SADWindowSize*sgbm.SADWindowSize;
    sgbm.P2 = 32*cn*sgbm.SADWindowSize*sgbm.SADWindowSize;
    sgbm.minDisparity = 0;
    sgbm.numberOfDisparities = ndisparities;
    sgbm.uniquenessRatio = 10;
    sgbm.speckleWindowSize = 100;
    sgbm.speckleRange = 32;
    sgbm.disp12MaxDiff = 1;
    //sgbm.fullDP = alg == STEREO_HH;
    sgbm(imagen1, imagen2, disp);
    disp.convertTo(disparidad, CV_8U, 255/(ndisparities*16.));
*/
}

/*
*****
Dibujar Keypoints (No se utiliza)
Argumentos: imagen: imagen en la que se encontraron los keypoints
            keyp: vector de keypoints encontrados en la imagen
            imagendest: imagen en la que dibujaran los keypoints
*****
*/
void drawKeypoints1(Mat& imagen, vector<KeyPoint>& keyp, Mat & imagendest)
{
    Point2f point;
    cvtColor(imagen, imagendest, CV_GRAY2BGR);
    for (int i=0; i<keyp.size(); i++){
        point=keyp[i].pt;
        circle(imagendest, point, 3, CV_RGB(255,0,0));
    }
}

/*
*****
//Encontrar matches entre keypoints usando flann
Argumentos: descriptl: vector de descriptores de los keypoints
            encontrados en la imagen izquierda.
            descriptr: vector de descriptores de los keypoints encontrados
            en la imagen derecha.
            ptpairs: Matriz donde se guardaran los indices de los keypoints
            matcheados
            cant_keypoints: cantidad de keypoints encontrados en la primer
            imagen
            length_desc: longitud de cada uno de los descriptores
*****
*/
int flannFindPairs( vector<float>& descriptl, vector<float>& descriptr, Mat
& ptpairs, int cant_keyp, int length_des){

    Mat descl(cant_keyp, length_des, CV_32F);

```



```

Mat descr(cant_keyp, length_des, CV_32F);

//Copiar descriptores en matrices
for (int i=0; i<cant_keyp; i++){
    for(int j=0; j<length_des;j++){
        descl.at<float>(i,j)=descriptl[i*length_des+j];
        descr.at<float>(i,j)=descriptr[i*length_des+j];
    }
}

// Encontrar primeros vecinos usando FLANN
Mat indices(cant_keyp, 2, CV_32S);
Mat dists(cant_keyp, 2, CV_32F);
cv::flann::Index flann_index(descr, cv::flann::KDTreeIndexParams(4));
// using 4 randomized kdrees
flann_index.knnSearch(descl, indices, dists, 2, cv::flann::SearchParams
(64)); // maximum number of leafs checked

//Guardar los matches buenos en ptpairs
ptpairs.create(indices.rows,2, indices.type());
int count=0;
for (int i=0;i<indices.rows;i++) {
    if (dists.at<float>(i,0)<0.6*dists.at<float>(i,1)){
        ptpairs.at<int>(count,0)=i;
        ptpairs.at<int>(count,1)=indices.at<int>(i,0);
        count++;
    }
}
return count;
}

/*
*****

Dibujar matches dados
Argumentos: im1: imagen de una camara.
            im2: imagen de otra camara
            imfinal: imagen donde se dibujan los matches
            ptos_interesl: vector de keypoints encontrados en la imagen
            izquierda.
            ptos_interesr: vector de keypoints encontrados en la imagen derecha
            .
            ptpairs: Matriz con los indices de los keypoints matcheados
            cant_keypoints: cantidad de matches
*****
*/
void drawMatches1(Mat& im1, Mat& im2, Mat& imfinal, vector<KeyPoint>&
ptos_interesl, vector<KeyPoint>& ptos_interesr, Mat& ptpair, int cant){
//Se crea una imagen con im1 im2.
Mat par_imag(im1.size().height, im1.size().width*2, im1.type());
for (int k=0; k<im1.size().width; k++){
    Mat colu = par_imag.col(k);
    im1.col(k).copyTo(colu);
    Mat colu2 = par_imag.col(k+im1.size().width);

```

```

        im2.col(k).copyTo(colu2);
    }
    cvtColor(par_imag, imfinal, CV_GRAY2BGR);
    //Se dibujan los keypoints
    Point2f puntol, puntor;
    for (int i=0; i<ptos_interesl.size(); i++){
        puntol=ptos_interesl[i].pt;
        circle(imfinal, puntol, 1, CV_RGB(255,0,0));
        puntor=ptos_interesr[i].pt;
        puntor.x=puntor.x+im1.size().width;
        circle(imfinal, puntor, 1, CV_RGB(255,0,0));
    }

    //Se dibujan los matches
    for (int i=0; i<cant; i++){
        int indice1=ptpair.at<int>(i,0);
        int indice2=ptpair.at<int>(i,1);
        puntol=ptos_interesl[indice1].pt;
        puntor=ptos_interesr[indice2].pt;
        puntor.x=puntor.x+im1.size().width;
        line( imfinal, puntol, puntor, Scalar::all(-1));
    }
}

/*
*****
Detectar y dibujar matches
Argumentos: imagen1: imagen de una camara, en las demas funciones se
             considera que es la izquierda,
             pero puede ingresarse la imagen derecha
             imagen2: imagen de otra camara
             imagen_final: imagen donde se dibujan los matches
*****
*/
void detecYdibu_matches(Mat& imagen1, Mat& imagen2, Mat& imagen_final){
    vector<KeyPoint> ptos_interesl, ptos_interesr;
    vector<float> descriptoresl, descriptoresr;
    Mat mask;
    double hessianThreshold=350;
    int nOctaves=4;
    int nOctaveLayers=2;
    bool extended=false;
    //Se detectan los keypoints usando SURF
    SURF detectar_keyp(hessianThreshold, nOctaves, nOctaveLayers,
        extended);
    detectar_keyp(imagen1, mask, ptos_interesl, descriptoresl, false);
    detectar_keyp(imagen2, mask, ptos_interesr, descriptoresr, false);
    Mat im_keypl, im_keypr;
    //drawKeypoints1(imagen1, ptos_interesl, im_keypl);
    //drawKeypoints1(imagen2, ptos_interesr, im_keypr);
    int cant_keyp=ptos_interesl.size();
    int length_des=descriptoresl.size()/cant_keyp;

```

```

    Mat ptpairs;
    //Se encuentran los matches usando Flann
    int cant_matches=flannFindPairs(descriptoresl,descriptoresr,ptpairs,
        cant_keyp,length_des);
    std::cout<<"cant keyp "<<cant_keyp<<"cnt matches"<<cant_matches<<"\n"
        ;
    imagen_final.create(imagen1.size().height,imagen1.size().width*2,
        imagen1.type() );
    drawMatches1(imagen1,imagen2,imagen_final,ptos_interesl,ptos_interesr
        ,ptpairs,cant_matches);
}

int main(int argc, char *argv[]){

    Mat intr_left(3,3,CV_64FC1);
    Mat intr_right(3,3,CV_64FC1);
    Mat dist_left(4,1,CV_64FC1);
    Mat dist_right(4,1,CV_64FC1);
    Mat rot_l2r(3,3,CV_64FC1);
    Mat transl_l2r(3,1,CV_64FC1);
    Mat Rl(3,3,CV_64FC1);
    Mat Rr(3,3,CV_64FC1);
    Mat Pl(3,4,CV_64FC1);
    Mat Pr(3,4,CV_64FC1);
    Mat Q(4,4,CV_64FC1);

    Mat map1l, map2l, map1r, map2r;
    int posicion_elegida=0;
    int ya_eligio_pos;
    int cantidad;
    int opcion;
    string nombre;//Ubicacion y raiz comun del nombre de las imagenes, o de
        los videos. Si Documentos/imag0.jpg, Documentos/imag1.jpg... seria
        Documentos/imag
    string tipo;//"png"; //Extension de los archivos de imagenes de
        calibracion, o de los videos
    string filename_cal; // Archivo donde se guaron los resultados de la
        calibracion
    Size imageSize;
    VideoCapture video_l, video_r;
    VideoWriter output;
    if (argc !=6)
    {
        std::cout<<"USAGE: %s ./rectificar opcion nombre tipo cantidad
            archivo_calibracion\n";
        std::cout<<"Opcion (int 0 o 1) 0 para abrir videos, 1 para abrir
            imagenes \n";
        std::cout<<"nombre (string) Ubicacion y raiz comun del nombre de
            las imagenes, o de los videos. Si Documentos/imag0.jpg,
            Documentos/imag1.jpg... seria Documentos/imag \n";
        std::cout<<"tipo (string) Extension de los archivos de imagenes de
            calibracion, o de los videos. Ej: png , avi\n";
    }
}

```

```

        std::cout<<"cantidad (int >0) cantidad de imagenes. Si se abre
        video, ingresar cualquier entero\n";
        std::cout<<"archivo_calibracion(string) Archivo donde se
        encuentran los resultados de la calibracion con su extension
        (.xml)\n";
        return 1;
    }
    opcion = atoi(argv[1]);
    nombre=argv[2];
    tipo=argv[3];
    cantidad = atoi(argv[4]);
    filename_cal=argv[5];
    std::cout<<"opcion: "<<opcion<<"\n";
    std::cout<<"cantidad: "<<cantidad<<"\n";

    //Obtengo los parametros necesarios para la rectificacion y
    antidiastorsion
    FileStorage calib(filename_cal, 0);
    calib["P1"]>>intr_left;
    calib["dist1"]>>dist_left;
    calib["P2"]>>intr_right;
    calib["dist2"]>>dist_right;
    calib["R"]>>rot_l2r;
    calib["T"]>>transl_l2r;

    Rect roi1;
    Rect roi2;
    double alpha= -1;

    //Abre video o imagenes para obtener su tama~no
    int saltar=5;
    if (opcion==0){
        string nombrecompl, nombrecompr;
        nombrecompl=nombre;
        nombrecompl+="l.";
        nombrecompl+=tipo;
        video_l.open(nombrecompl); //Ver en que orden hay que abrir los videos
        if (!video_l.isOpened())
        {
            std::cout << "video_l no se abrio!\n" ;
            return 1;
        }
        nombrecompr=nombre;
        nombrecompr+="r.";
        nombrecompr+=tipo;
        video_r.open(nombrecompr);
        if (!video_r.isOpened())
        {
            std::cout << "video_r no se abrio!\n";
            return 1;
        }
    }
    int ancho=video_l.get(CV_CAP_PROP_FRAME_WIDTH);
    int alto=video_l.get(CV_CAP_PROP_FRAME_HEIGHT);
    imageSize.width=ancho;

```

```

    imageSize.height=alto;
    Mat tirar;
    //Se tiran las primeras imagenes
    for(int x=0;x<saltear;x++){
        video_l>>tirar;
        video_r>>tirar;
    }

    //Abrir video para grabar algo
    double fps=30.;
    output.open("output.avi",0,fps, imageSize,true);
    if (!output.isOpened())
    {
        cout << "output no se creo correctamente!" << endl;
        return 1;
    }
}
if(opcion==1){
    Mat imagen;
    abrir(nombre, tipo,imagen,0, 'l');
    imageSize=imagen.size();
}

//Se obtienen las matrices necesarias para la rectificacion
stereoRectify(intr_left,dist_left,intr_right,dist_right,imageSize,
    rot_l2r,transl_l2r,Rl,Rr,Pl,Pr,Q,alpha,imageSize,&roi1,&roi2,
    CV_CALIB_ZERO_DISPARIITY);
//Para la camara izquierda
initUndistortRectifyMap(intr_left,dist_left,Rl,Pl,imageSize,CV_32FC1,
    map1l,map2l);
//Para la camara derecha
initUndistortRectifyMap(intr_right,dist_right,Rr,Pr,imageSize,CV_32FC1,
    map1r,map2r);

//Se crea el trackbar que se utilizara para elegir el desplazamiento
necesario para alinear las imagenes.
string vent_nom, vent_nom1;
string trackb_nom, trackb_nom1;
int max,posicion;
vent_nom="Imágenes a calibrar";
vent_nom1="Calib vertical";
trackb_nom="desplazar";
trackb_nom1="desplazar_vertical";
max=100;
posicion=50;
creado_trackb(vent_nom,trackb_nom,max,posicion);

ya_eligio_pos=0;
Mat imagen1,imagen2, imagen1col,imagen2col;

int niteraciones, miniterac;
if (opcion==0){
    niteraciones=video_l.get(CV_CAP_PROP_FRAME_COUNT);
}

```

```

    miniterac=saltear;
}
if (opcion==1){
    niteraciones=cantidad;
    miniterac=0;
}

for(int i=0;i<niteraciones;i++){

    if (opcion==0){
        //Usar un video
        video_l>>imagen1col;
        video_r>>imagen2col;
        cvtColor(imagen1col,imagen1,CV_BGR2GRAY);
        cvtColor(imagen2col,imagen2,CV_BGR2GRAY);
    }

    if (opcion==1){
        //Usar imagenes
        abrir(nombre, tipo,imagen1,i, 'l');
        abrir(nombre,tipo,imagen2,i, 'r');
    }

    //Realizo la rectificaci n y antidistorsi n

    //Para la camara izquierda
    Mat sin_dist1(imageSize,imagen1.type());
    remap( imagen1, sin_dist1, map1l, map2l,INTER_LINEAR);

    //Para la camara derecha
    Mat sin_dist2(imageSize,imagen2.type());
    remap( imagen2, sin_dist2, map1r, map2r,INTER_LINEAR);

    //Realiza la alineacion manual
    Mat imagen_corrida(sin_dist1.size(),sin_dist1.type());
    posicion_elegida=alineado_manual(trackb_nom,vent_nom,sin_dist2,
        sin_dist1,imagen_corrida,ya_eligio_pos,posicion_elegida);
    ya_eligio_pos=1;

    //Mostrar como estan alineadas las imagenes izquierda y derecha
    Mat par_imag(imageSize.height,imageSize.width*2, sin_dist1.type() );
    Mat par_color;
    for (int k=0;k<imageSize.width;k++){
        Mat colu = par_imag.col(k);
        imagen_corrida.col(k).copyTo(colu);
        Mat colu2 = par_imag.col(k+imageSize.width);
        sin_dist2.col(k).copyTo(colu2);
    }
    cvtColor(par_imag,par_color,CV_GRAY2BGR);
    for( int j = 0; j < imageSize.height; j += 16 )
        line( par_color, Point(0,j), Point(imageSize.width*2,j),
            CV_RGB(0,255,0));
        namedWindow("Lineas",CV_WINDOW_AUTOSIZE);
        imshow("Lineas",par_color);
}

```

```

waitKey();

    //Mostrar los matches que pueden encontrarse. No utiliza el mismo
    //metodo que
    //la funcion que realiza los mapas de disparidad, pero da una idea
    //de que tan buena
    //es la imagen.
    Mat im_matcheo;
    detecYdibu_matches(imagen_corrida, sin_dist2, im_matcheo);
    namedWindow("matches", CV_WINDOW_AUTOSIZE);
    imshow("matches", im_matcheo);
    waitKey();

//Matriz donde se guardara el mapa de disparidad
Mat D1_dat(imagen_corrida.size(), CV_8UC1);
//Realizar mapas de disparidad con opencv
mapa_disparidad(imagen_corrida, sin_dist2, D1_dat, roi1, roi2);

//Realizar mapas de disparidad con libelas
/*
    Mat D2_dat(sin_dist2.size(), CV_32FC1);
    int32_t ancho=imagen_corrida.size().width;
    int32_t alto=imagen_corrida.size().height;
    const int32_t dim[3]={ancho, alto, ancho};
    Elas::parameters param;
    param.postprocess_only_left = false;
    Elas elas(param);
    // probar orden inverso
    elas.process(sin_dist2.data, imagen_corrida.data, (float*)D1_dat.data, (
        float*)D2_dat.data, dim);

//Ver los mapas en color
Mat l1(D1_dat.size(), CV_8UC3);
mapa_color(D1_dat, l1);
*/
namedWindow("Disparidad", CV_WINDOW_AUTOSIZE);
imshow("Disparidad", D1_dat);
waitKey();

    if (opcion==0){
        //Guardar los frames
        //output<<D1_dat;
    }
}
std::cout<<"fin";

return 0;
}

```

Medición del efecto de la ceniza volcánica sobre células de conjuntiva humana

Desarrollo de un multiplexor para la medición automática de varios microelectrodos simultáneamente

Augusto de Nevrezé

24/02/2012

Directores: Fabián Bonetto, Mariela Bellotti

La técnica Electrode Cell-substrate Impedance Sensing (ECIS) permite obtener información a partir de mediciones de la impedancia eléctrica desarrollada por células en cultivos in-vitro sobre un sistema de microelectrodos. Con este método podemos estudiar, en forma no invasiva, la dinámica de algunos de los procesos biológicos asociados con el crecimiento celular. En el presente trabajo se estudió la respuesta eléctrica de la línea celular de epitelio conjuntival humano (IOBA-NHC) bajo distintas concentraciones de cenizas del volcán Puyehue (cordón Caulle) recolectadas el 6 de Junio del 2011 y cuyos diámetros son menores de 63 micrones.

Introducción

El 4 de Junio del 2011 el volcán Puyehue perteneciente al cordón Cauille, localizado a 95 km al noroeste de San Carlos de Bariloche comenzó su actividad eruptiva. Este hecho trajo complicaciones tanto a los vecinos de Bariloche como así también a los de localidades vecinas que se vieron afectados por la emisión de cenizas de dicho volcán. Estas emisiones de cenizas, incrementaron el número de consultas oftalmológicas en los centros de salud, por lo tanto se abrió la hipótesis de una posible afección de las mismas, a las células que forman parte del epitelio de la conjuntiva de ojo humano. El propósito de este trabajo es el estudio del posible daño ocasionado por las cenizas volcánicas a las células de los ojos a través de un método eléctrico conocido como Electrical- Cell Impedance Sensing (ECIS).

Las cenizas fueron recolectadas en las inmediaciones de la ciudad y analizadas en el Instituto Balseiro para su respectiva caracterización. En el estudio se realizaron tres tipos de análisis: morfología con microscopio electrónico de barrido, análisis químico con espectrómetro dispersivo en energía (EDS) y análisis mineralógico con difracción de rayos X. En cuanto al estudio morfológico, las muestras analizadas estaban compuestas por partículas de piedra pómez de un tamaño de 1mm, partículas pumíceas marrones y otras oscuras, que podrían ser escorias. Estas se pueden observar en la figura 1. En la figura 2 las partículas analizadas tenían un tamaño entre 100 y 200 μm con predominio de trazas vítreas entre 5 y 50 μm . A continuación se puede observar ambas figuras que muestran la forma de las cenizas recolectadas.

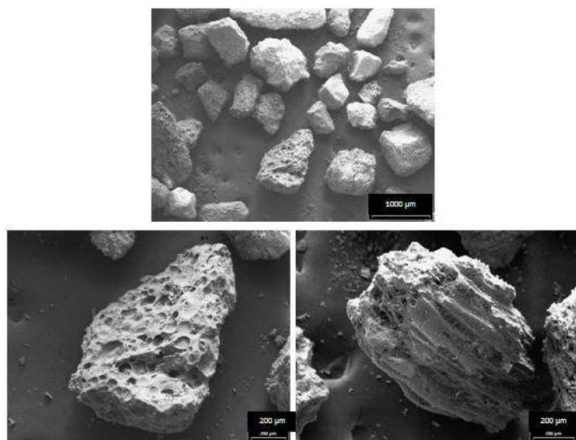


Figura 1: Arriba, partículas de un tamaño medio de 1mm, abajo a la izquierda, una imagen agrandada de una partícula pumícea. Abajo a la derecha, una imagen agrandada de una partícula de escoria.

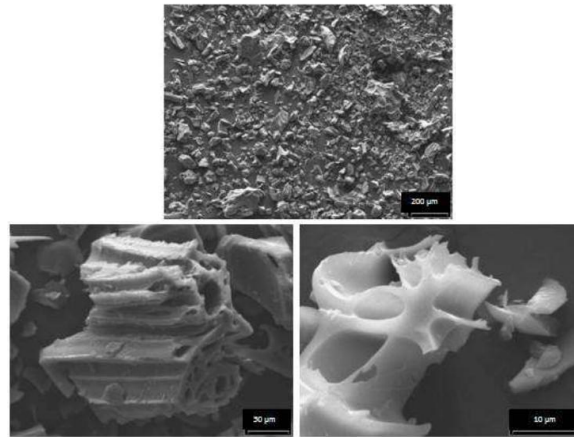


Figura 2: Arriba, se puede observar una gran dispersión en el tamaño de las partículas. Abajo, una imagen ampliada de partículas de unos 100 μm de diámetro en promedio.

En cuanto al análisis químico realizado con el EDS, el resultado de las concentraciones se expresa en la siguiente tabla, según el artículo de donde se recolectaron los datos, las composiciones se indican en concentraciones de óxidos, siguiendo la convención utilizada en el análisis de muestras geológicas. El análisis entre muestras varía sensiblemente, para mayor información se puede recurrir a la referencia (1).

Material	Concentración [%]
SiO ₂	70
Al ₂ O ₃	15
TiO ₂	1
Fe ₂ O ₃	4
MgO	1
CaO	1
Na ₂ O	6
K ₂ O	2

Por último el análisis mineralógico demuestra que los elementos presentes son, en gran medida abundante vidrio volcánico, escasos aluminosilicatos (feldespatos e inosilicatos) y en menor medida ilmenita y cuarzo.

Las cenizas utilizadas para nuestro estudio en particular poseían un diámetro menor de 63 micrones y compartían las mismas características de las muestras que comentamos en párrafos

anteriores analizadas en el instituto. Por lo tanto son válidos los datos expuestos anteriormente.

El sistema experimental del que hacemos uso en este trabajo consta de tres partes:

Instrumental de Medición

El sistema ECIS fue desarrollado con un generador de señales y un amplificador lock-in. Una PC controla las frecuencias utilizadas, enviándole al generador de señales y al lock-in los parámetros de medición en cada frecuencia en particular (2). Los niveles de amplitud recogidos con el amplificador lock-in fueron almacenados en la misma PC y luego procesados con MatLab. En la figura 3 podemos observar un esquema del sistema de medición implementado. En éste podemos reconocer al lock-in, generador de señales y PC, que permiten efectuar las mediciones de impedancia.

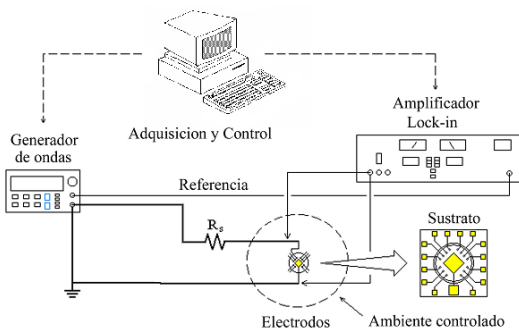


Figura 3: Sistema de medición ECIS para medir la impedancia de las células y medio de cultivo.

Una particularidad del amplificador lock-in es que permite medir la fase relativa de la señal medida con respecto a una de referencia. En este experimento en particular, hemos tomado como referencia a la señal del generador, que excita al sistema. Gracias a la medición del nivel de tensión medida y la fase relativa de la señal, podemos calcular el valor de impedancia e identificar la componente resistiva y reactiva del sistema. La impedancia está modelada como una resistencia y una capacidad equivalentes en serie.

La tensión de excitación del generador de señales es en general del orden de 10^{-1} V. En serie con el microelectrodo bajo estudio, se conecta una resistencia del orden de $10^6 \Omega$ (R_s), esto permite limitar la corriente eléctrica en el circuito de manera de proteger las células (se trata de un método no invasivo) y además medir la diferencia

de potencial entre los extremos de la resistencia, con lo que se puede conocer la corriente que circula por el circuito. En particular en el experimento realizado, medimos la tensión antes de la resistencia una sola vez, ya que suponemos que esta no varía durante la medición de todos los microelectrodos. Luego referenciamos todas las mediciones realizadas a esa medición total, para conocer el valor de corriente que está pasando por el circuito en la medición de cada microelectrodo en particular. En función de la resistencia y capacidad asociadas, se calculó la constante de tiempo necesaria para que el sistema alcance las condiciones estables, dejando de lado cualquier efecto transitorio que pueda afectar la medición.

El Lock-In está constituido de los siguientes elementos: un circuito multiplicador de señales (circuito operacional-inversor), un integrador (que es un circuito RC, que también actúa como filtro pasa bajo y elimina las frecuencias altas) y un generador de señal de referencia.

El generador de ondas, es el responsable de producir la señal de voltaje que alimenta al experimento, el experimento envía la señal al Lock-In, y este mide el voltaje en fase y contrafase con respecto a la referencia producida por el generador de onda. A partir del voltaje en fase, se calcula la resistencia y a partir del voltaje en contrafase la capacidad de un sistema.

El sistema es considerado como una resistencia en serie con un capacitor en paralelo de una resistencia. Combinando la resistencia y la capacidad se obtiene la impedancia del sistema.

La PC, es la encargada de controlar el experimento y almacenar los datos obtenidos en su disco rígido que serán procesados con MatLab.

Los Microelectrodos

Un electrodo consta de una gran superficie conductora conectada a la tierra del sistema y otros microelectrodos pequeños que registrarán la presencia de células que se ubicarán sobre ellos. Estos microelectrodos se forman por una técnica conocida como sputtering sobre el sustrato de vidrio.

En la figura 4, se puede observar en la parte inferior, con color morado, el sustrato de vidrio.

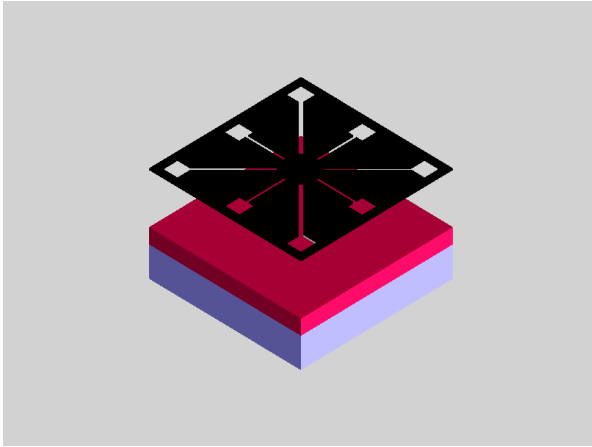


Figura 4: Sustrato de vidrio, fotoresist y máscara para desensibilizar el fotoresist

A este sustrato se lo recubre con una capa muy uniforme de fotoresist, un material aislante y biocompatible con las células a analizar. En la figura 4 podemos observar esta capa situada encima del sustrato de vidrio con color fucsia. Luego se genera un negativo de los electrodos (diseñados por computadora) de manera que sólo en la región donde se encuentran los mismos se produce desensibilización por luz UV del plástico (fotoresist). Posteriormente se revela con una base (hidróxido de sodio y potasio) que sólo ataca el plástico desensibilizado. Luego se deposita con la técnica de sputtering, una capa de oro de 50 nm de espesor. En la figura 5 se puede observar cómo queda el material después de la deposición de oro por sputtering.

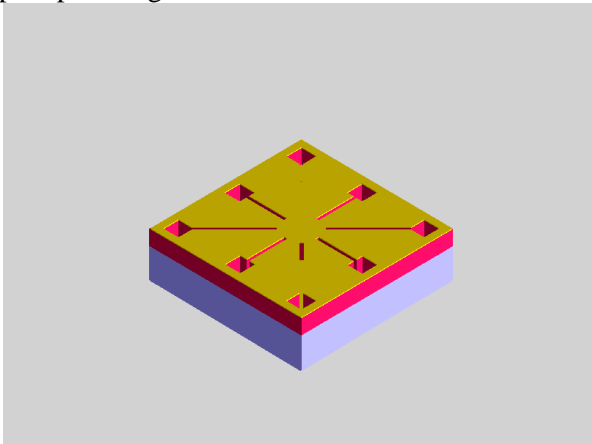


Figura 5: Electrodo luego de la deposición de oro en la superficie usando una técnica conocida como sputtering.

El oro en exceso que queda en la superficie de la capa de fotoresist, al ser de una capa muy pequeña con respecto a este último, se puede levantar muy fácil. La técnica se conoce como

lift-off. De esta manera quedan formados los microelectrodos, por la capa de oro que recubre la litografía. Posteriormente se vuelve a recubrir con fotoresist y se repite el proceso de desensibilizado, esta vez se busca hacer pequeñas perforaciones tanto en los pads como en las cabezas de los microelectrodos con diámetros variables. Esto asegura la conductividad con los cables externos al electrodo como a la monocapa celular (3). En la figura 6 se puede observar el electrodo terminado.

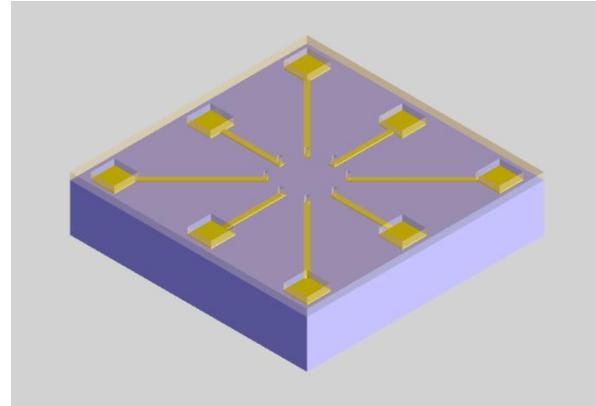


Figura 6: Electrodo terminado con una capa de fotoresist y las perforaciones necesarias para asegurar el contacto eléctrico.

En la figura 7 podemos observar la forma de un electrodo. En el centro del electrodo se pueden observar los microelectrodos con sus distintos tamaños (observar las cabezas de cada pista). A la izquierda los más grandes, decreciendo en sentido anti horario. Además se puede observar un microelectrodo en el centro de la figura cuyo diámetro relativo es muy grande. Como comentamos anteriormente, existe una película de fotoresist que recubre prácticamente toda la superficie del sustrato exceptuando la cabeza de los electrodos y los pads, lugares que quedan desprotegidos con el propósito de asegurar la conductividad eléctrica. Es importante destacar que en el caso del microelectrodo más pequeño, cuyo diámetro es de $30\mu\text{m}$, se consigue que solamente quede depositada una sola célula IOBA-NHC (o parte de ésta) que tiene el mismo tamaño que dicho microelectrodo, esto permite un análisis de las características eléctricas a nivel unicelular. Estos electrodos van conectados a una pista de 50 micrones de espesor y terminan en un pad cuadrado utilizado para conectar eléctricamente los microelectrodos al circuito externo.

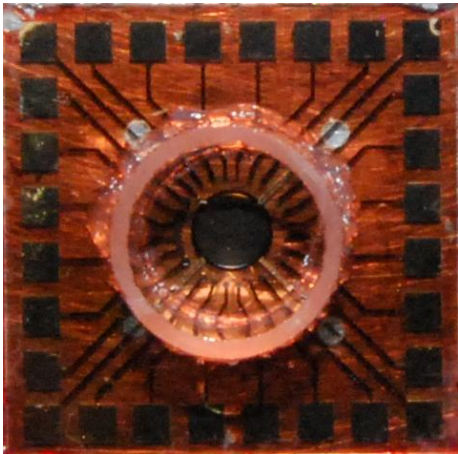


Figura 7: Detalle de los microelectrodos en el centro de la imagen y electrodo completo.

Los pads se pintaron con pintura de plata, para evitar problemas de falsos contactos con los conductores externos que se conectan con el micropetri. En el electrodo también encontramos un contraelectrodo circular en el medio por donde se cierra el circuito eléctrico. En el centro del sustrato se coloca un tubo de vidrio (micropetri), donde se depositan las células y el medio de cultivo. Este tubo de vidrio se une con el sustrato mediante algún tipo de pegamento de silicona o epoxi (Fastix, Poxipol). Luego de esto, se limpia el ensamblaje. Primero se lo limpia con agua desionizada y luego se lo expone 2 minutos a plasma de oxígeno, de manera de mejorar la humidificación del sistema y remover cualquier tipo de contaminante orgánico. En particular el plasma de oxígeno remueve cualquier tipo de material orgánico que se encuentre sobre la superficie del electrodo de oro, sin que éste resulte dañado. Se ha encontrado que este tipo de procedimiento mejora la repetibilidad de las curvas entre distintos electrodos además de facilitar la adherencia celular a los microelectrodos de oro. Posteriormente los electrodos se esterilizan en un horno seco a 120°C por 2 horas. En la figura 8 se puede observar el electrodo y la caja con los cables conectados, tal como se describió en este párrafo (4).

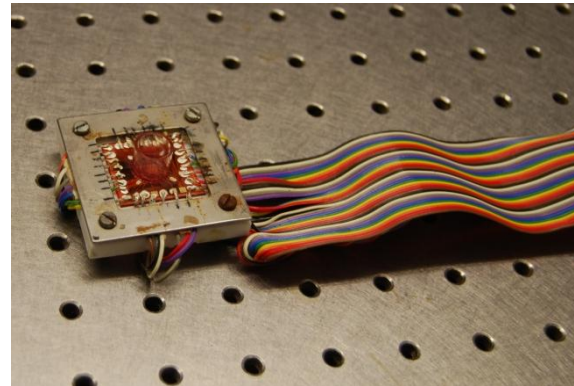


Figura 8: Electrodo y caja de conexión junto al cable IDE que facilita la conexión con el sistema de medición externo.

Los Cultivos Celulares

Se utilizaron células de líneas celulares para obtener las diferentes mediciones, para lo cual se deben mantener cultivos celulares en el tiempo y por ello extremar los cuidados de esterilidad dentro del laboratorio.

Las líneas celulares que se cultivaron son de origen humano, ambas crecen adhiriéndose al sustrato de vidrio y oro de los microelectrodos.

Las células, crecen en recipientes estériles comúnmente llamados flask (Nalgene de 25 cm²) hasta llegar a lo que denominamos confluencia, es decir que ocupan toda la superficie del recipiente.

Es en este punto, donde deben ser tripsinadas, tanto para ser, depositadas sobre los electrodos y realizar las posteriores mediciones, como para, realizar los subcultivos o para ser congeladas en nitrógeno líquido y conservarlas allí por tiempo indefinido.

La adhesión al flask como a los microelectrodos esta favorecida por la presencia de uno de los componentes del medio llamado suero fetal bovino el cual aporta proteínas y complementos que favorecen el anclaje celular.

La manutención diaria de las células se realizó, con medio de cultivo estándar.

Debemos considerar, como muy importante el ambiente de trabajo biológico, en todo momento trabajamos bajo flujo laminar o en presencia de mechero encendido, de este modo minimizamos la contaminación de nuestros cultivos.

Las proteínas existentes en el medio completo (suero) pretratan la superficie del electrodo, mejorando la adhesión de las células. La viabilidad de la célula se examinó bajo el

microscopio óptico invertido diariamente y se registran estas observaciones.

También se toma nota de los cambios de PH generados en el medio, estas variaciones se producen por el correspondiente crecimiento celular.

Para realizar las mediciones, existen una serie de pasos que debimos llevar a cabo.

Una vez construido el electrodo y pintado sus conectores externos con plata para evitar falsos contactos, el electrodo estéril se coloca en la caja conectora, este procedimiento se lleva a cabo dentro de la campana de flujo laminar con el mechero encendido; al electrodo se le agrega 0.5 ml de medio estándar durante unas horas; en general entre 1hs y 2 hs.

Pasado este tiempo, se extrae, teniendo extrema precaución en esta maniobra por la fragilidad que presentan las pistas de los microelectrodos. Se mide primero los microelectrodos con el medio estándar, a esto lo llamamos “medición del desnudo”; finalizada esta medición se extrae el medio estándar con pipeta Pasteur estéril y se lleva a cabo la siembra de las células, estas recordemos que fueron obtenidas por el proceso de tripsinización de los flask donde se encontraban en confluencia, siempre se trabaja bajo campana de flujo laminar y con mechero encendido.

Una vez sembradas las células, la caja conectora con el electrodo y las células dentro del micro-Petri se colocan en la incubadora, se conecta la electrónica y se da inicio al siguiente paso, que es, la medición en sí misma.

Se debe esperar unas 3 hs para llegar a confluencia o monocapa celular.

La confluencia se alcanza cuando las células se adhieren al sustrato y entre sí.

A medida que las células son capaces de alcanzar el estado de confluencia “monocapa celular”, la distancia entre dicha monocapa y el sustrato se va reduciendo (células adherentes) debido a que cada célula se va desplegando sobre el sustrato. Las células van formando juntas (uniones intercelulares) con las células vecinas, de modo que, eléctricamente, se produce un aumento en la resistencia de junta celular. Por lo tanto, la evolución hacia la confluencia implica un aumento en la resistencia de manera que al comienzo de la medición el valor de resistencia

coincidirá con el valor de la resistencia del electrodo desnudo.

Experimento

A continuación comentaremos brevemente las características de los materiales utilizados en el experimento, mencionaremos características particulares de los microelectrodos utilizados, la implementación de la técnica ECIS y el tipo de medio de cultivo utilizado.

Microelectrodos

Como sustrato se utilizó una sección de porta muestras de vidrio para microscopio, de forma cuadrada de 25 mm de lado y de 1 mm de espesor. Se diseñaron electrodos con microelectrodos de distintos diámetros: 30, 51, 73, 94, 115, 137, 158, 179, 201, 222, 244, 265, 286, 308, 328, 350, 370, 393, 414, 436, 457, 479 y 500 micrones. El área del contraelectrodo es de 12,5 mm². El tubo central del micropetri fué hecho con vidrio al borosilicato (que le brinda un mejor desempeño a las altas temperaturas) tiene una altura de 10 mm y un diámetro de 10 mm también.

La técnica ECIS

Con esta técnica medimos la impedancia de una monocapa celular que se sitúa por encima de cada uno de los electrodos de oro. Como mencionamos anteriormente el contraelectrodo en el centro del tubo de vidrio cierra el circuito eléctrico (y corresponde a la tierra del circuito). El medio de cultivo actúa como un electrolito y permite la conducción eléctrica entre ambos electrodos (electrodo y contraelectrodo). Se aplica una corriente de aproximadamente 0,1 μ A que atraviesa la monocapa celular y se mide la caída de tensión. Aplicando la ley de Ohm se calcula la impedancia eléctrica de la monocapa celular. Se varió la frecuencia de la corriente generada en un rango comprendido entre [10 Hz; 50kHz]. A partir de lo descrito, obtuvimos gráficas de impedancia en función de la frecuencia, en otras palabras, la respuesta espectral del sistema.

Medio de Cultivo

Las células IOBA-NHC utilizadas para este experimento se han obtenido del laboratorio del Dr. Diebold. Como mencionamos anteriormente, se trata de células clonadas de una misma célula

madre, lo que permite aumentar la repetibilidad de los experimentos. El número de pasaje de las células utilizadas en este experimento es 80. Las células fueron cultivadas bajo condiciones estándares de temperatura a 37°C en una incubadora humidificada que contiene un 5% de CO₂. El medio utilizado para el crecimiento celular fue el DMEM F-12 suplementado con un 10% de suero fetal bovino, 1% de una solución antibiótica – antimicótica (penicilina, streptomycina, anfotericina, fungizona), 2ng/ml EGF (Gibco, Rockville, MD) y 5 µg/ml de hidrocortizona (Richet, Buenos Aires, Argentina). Este es el medio que llamamos en este trabajo medio estándar. El medio de cultivo fue cambiado aproximadamente tres veces a la semana, y la suspensión celular fue preparada usando los protocolos habituales de tripsinación (0,05% w/v trypsin 0,53 mM EDTA 4 Na). La suspensión se preparó con el doble propósito tanto para propósitos de subcultivo como para medición de los parámetros eléctricos, sobre electrodos. Se ajustó el PH final del medio a un valor de 7,4.

Los electrodos fueron alojados en la incubadora con el medio de cultivo (sin células) durante 12 horas aproximadamente antes de sembrar las células. Se realizaron mediciones de impedancia con los electrodos desnudos (medición de impedancia con el medio de cultivo solamente), para tener una referencia de base. Las proteínas del medio de cultivo, facilitaron la fijación posterior de las células. El volumen final de siembra de células en el micropetri fue de 0,5mL; por lo tanto, la concentración de siembra, en estos casos, fue 10⁴ -10⁶ células / ml. Las cenizas fueron pesadas con una balanza electrónica de alta precisión y se realizaron diluciones de ellas en el medio de cultivo antes descripto. Las concentraciones utilizadas para este experimento fueron de 1, 2, 4 y 8 mg/mL, a esto llamamos medio de cultivo modificado.

Resultados

Las siguientes figuras muestran los resultados de resistencia y capacidad para los microelectrodos desnudos en el medio estándar (sin concentración de cenizas). En la figura 9a se puede observar el comportamiento hiperbólico típico de la resistencia en función de la frecuencia de los

medios estándares.

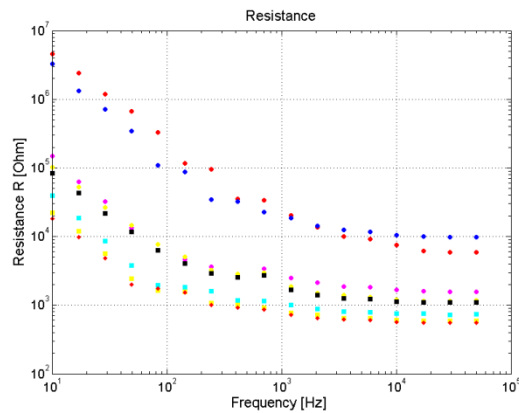


Figura 9a: Respuesta en frecuencia de la resistencia celular para microelectrodos de distintos diámetros

En la figura 9b podemos ver que la capacidad es prácticamente constante en función de la frecuencia (excepto para valores cercanos a 50 kHz).

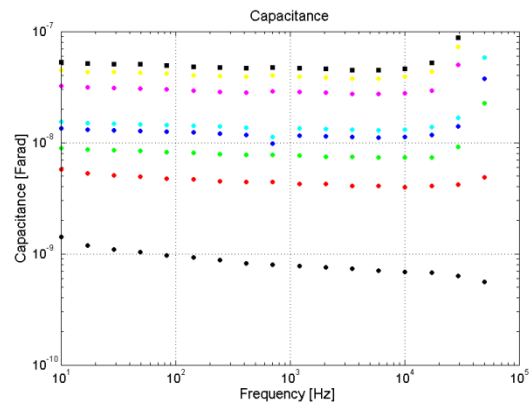


Figura 9b: Respuesta en frecuencia de la capacidad celular para microelectrodos de distintos diámetros

La figura 10a se puede observar el valor de resistencia en función de la frecuencia para el medio estándar y para diferentes concentraciones de cenizas (1, 4 y 8 mg/mL). Se puede observar que para todo el rango de frecuencias el valor de resistencia en el medio con cenizas es mayor que el valor de resistencia con un medio estándar.

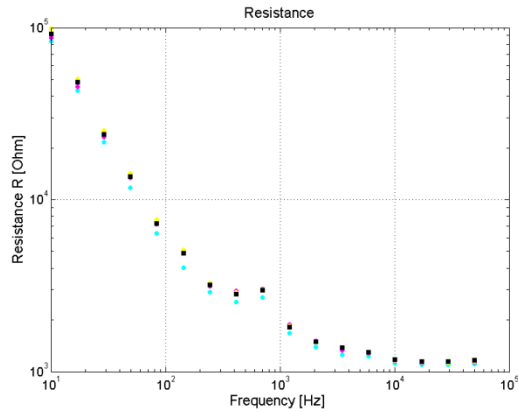


Figura 10a: Respuesta en frecuencia de la resistencia de un microelectrodo para medio estándar y con concentraciones crecientes de cenizas

Cuantitativamente el impacto de adicionar concentraciones de 1, 4 y 8 mg/ml de cenizas en la conductividad del medio es insignificante, siendo menor al 10, 15 y 20 % respectivamente, en todo el rango de frecuencias y mayoritariamente dependiente de la frecuencia. Se puede observar que mientras la concentración de cenizas aumenta, la resistividad del medio disminuye sensiblemente. El efecto es dependiente de la frecuencia debido al cambio de interfaz electrodo-electrolito (resistencia de Faraday y bicapa de Helmholtz) (5). El hecho de que el efecto sea dependiente de la frecuencia abre la posibilidad de mejoras en el modelo eléctrico para incluir los efectos que están haciendo variar el valor resistivo de la impedancia. Algunos estudios se han realizado a tal efecto (5) (6), pero los modelos incluyen demasiadas variables, que no otorgan claridad a la comprensión del mecanismo de conducción. Un fenómeno interesante ocurre para una concentración de 1 mg/mL. Aparentemente, esta concentración aumenta significativamente la resistencia transcelular de una manera dependiente con la dosis.

La figura 10b muestra las curvas de capacidad en función de la frecuencia para las condiciones que se mencionaron anteriormente.

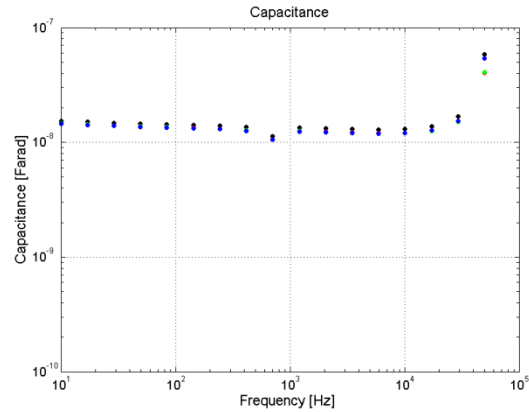


Figura 10b: respuesta en frecuencia para la capacidad del medio estándar y con concentraciones de cenizas crecientes

Se puede observar que la curva de capacidad es prácticamente constante en función de la frecuencia, algo característico en mediciones de electrodos desnudos, mientras que la resistencia depende fuertemente de la frecuencia. Más importante que esto es que los resultados en el valor de capacidad para concentraciones de cenizas de 0, 1, 4 y 8 mg/mL permanecen sin cambios. Todos los datos presentados en las figuras 10a y 10b corresponden al medio con diferentes concentraciones de cenizas. En ningún caso se encuentran células presentes en el medio. Es importante destacar además que la presencia de cenizas en las concentraciones establecidas no afecta a los electrodos de oro. Es decir, no alteran sus características eléctricas.

En la figura 11a y 11b se normalizaron los valores de cenizas con respecto al medio estándar. La normalización se llevó a cabo de la siguiente manera: en el numerador el valor de resistencia obtenido con las distintas concentraciones de cenizas y en el denominador la resistencia obtenida con el medio estándar).

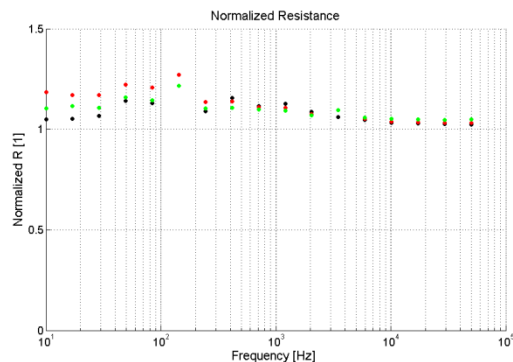


Figura 11a: Curva de valores normalizados de resistencia del medio con distintas concentraciones de cenizas en relación con el medio estándar.

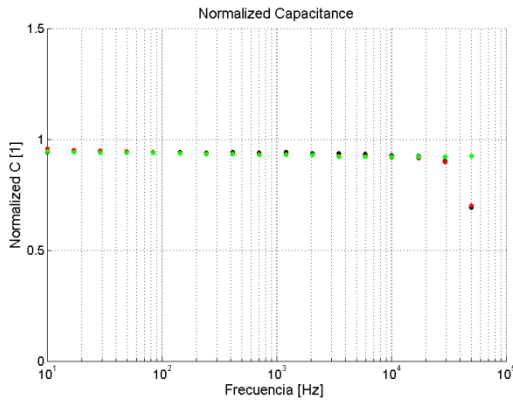


Figura 11a: Curva de valores normalizados de resistencia del medio con distintas concentraciones de cenizas en relación con el medio estándar.

Luego se procedió a la siembra de células IOBA-NHC en el electrodo en 0,5 mL de medio estándar. Luego de unas 7 – 8 hs en la incubadora, las células se adhirieron a los microelectrodos (círculos verdes y rojos de la figura 12a y 12b), formando una monocapa confluyente. Las gráficas de impedancia en función de la frecuencia se pueden observar en las figura 12a en el caso del valor resistivo y figura 12b en el caso del valor capacitivo.

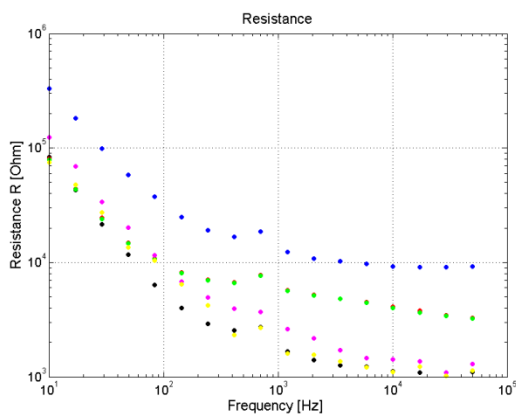


Figura 12a: Resistencia en función de la frecuencia para medio de cultivo estándar sin células, con células y con células y concentraciones crecientes de cenizas

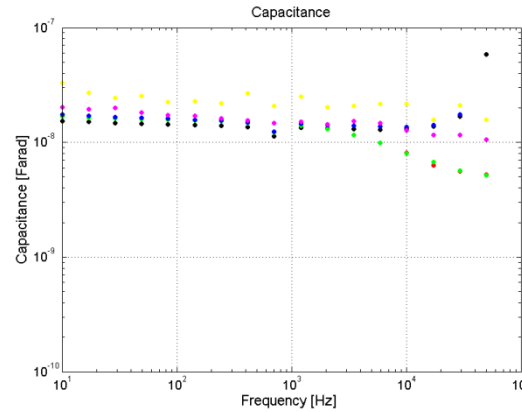


Figura 12a: Capacidad en función de la frecuencia para medio de cultivo estándar sin células, con células y con células y concentraciones crecientes de cenizas

En las figuras 12a y 12b se repitieron las curvas para un microelectrodo (de 265 micrones) correspondiente a los círculos negros de la figura 9a y 9b respectivamente, con la idea de tener una referencia del electrodo desnudo, a los fines de comparar con el medio con células a diferentes concentraciones de cenizas. La curva con células en medio modificado (1 mg/mL azul, 4 mg/mL magenta, 8 mg/mL amarillo) muestran el efecto combinado de las células y el electrodo desnudo en las mediciones de resistencia. Podemos observar cómo el valor de resistencia aumenta hasta tres veces (para una frecuencia de $f = 1000$ Hz) con respecto al electrodo desnudo, para el medio con células. Es decir, la monocapa celular tiene un efecto tal de agregar una resistencia en serie al circuito eléctrico de manera tal de incrementar la resistencia total un 300%. Para frecuencias muy bajas y muy altas estos efectos no son tan notorios. Todos los datos experimentales expuestos en esta figura corresponden al medio estándar y el medio modificado con cenizas junto con el medio y el suero con células.

La curva correspondiente al electrodo con células se muestra en las figuras 12a y 12b como comentábamos. Se observan disminuciones en los valores de capacidad para frecuencias por encima de 1000 Hz. Para frecuencias menores, las curvas con y sin células pueden suponerse idénticas considerando los errores experimentales, excepto para la concentración de 8 mg/mL (en amarillo). Se puede observar que las células se comportan como un pequeño capacitor en serie con la capacidad del electrodo desnudo lo que produce

una reducción de la capacidad equivalente. Este efecto cobra mucha más significancia para frecuencias altas. Por ejemplo para una frecuencia de 50 kHz la capacidad del electrodo recubierto con células es aproximadamente igual a 1/3 de la capacidad del electrodo desnudo.

Las figuras 13 resumen los resultados del efecto de las diferentes concentraciones de cenizas en el valor de impedancia en función de la frecuencia, para una monocapa celular. Se puede observar la relación entre las células confluentes en el medio modificado para las distintas concentraciones de cenizas y las células en un medio estándar.

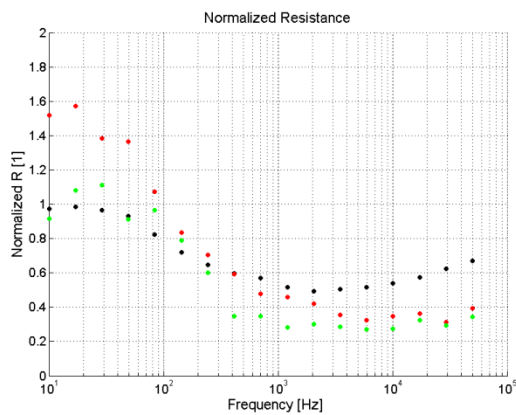


Figura 13a: Resistencia normalizada en función de la frecuencia, que relaciona el valor de resistencia en un medio modificado (con cenizas) y células, con respecto al medio estándar con células

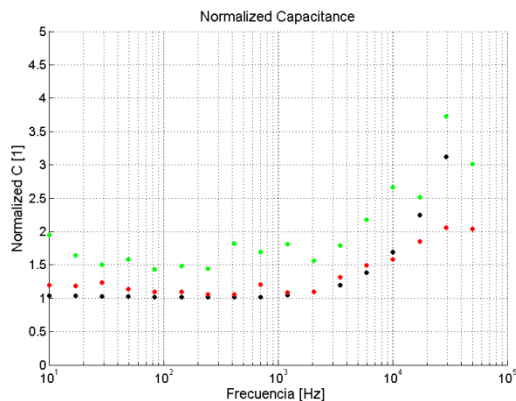


Figura 13b: Capacidad normalizada en función de la frecuencia, que relaciona el valor de resistencia en un medio modificado (con cenizas) y células, con respecto al medio estándar con células

En la figura 13a, la curva para 1 mg/mL (círculos negros) disminuye desde un valor de 1 para un frecuencia de 10 Hz a un valor de 0,5 a una frecuencia de 2 kHz. Esta tendencia indica un efecto significativo de las cenizas en la monocapa

confluente. La curva de 4 mg/mL (círculos rojos) presenta un comportamiento similar con un mínimo de 0,3 para 6 kHz. La curva de 8 mg/mL (círculos verdes) muestra una tendencia similar a las curvas previas. De todas maneras, los valores normalizados de resistencia varían de 0,9 para una frecuencia de 10 Hz a 0,25 para una frecuencia de 2 kHz. En otras palabras para las cenizas investigadas en este trabajo y para las frecuencias adecuadas, el valor resistivo de cenizas es 1/3 del medido en un medio estándar.

En la figura 13b la curva para 1 mg/mL (círculos negros) incrementan monótonamente entre un valor de 1 para una frecuencia de 10 Hz a un valor de 3 a una frecuencia de 50 kHz. La curva de 4 mg/mL (círculos rojos) muestra una tendencia similar a las curvas previas. Sin embargo, los valores de capacidad normalizados van de 1,5 a una frecuencia de 10 Hz a 3,7 a una frecuencia de 50 kHz. En otras palabras, para las respectivas frecuencias, el valor de capacidad correspondiente a las cenizas es 4 veces más grande que el medido en el medio estándar.

Conclusiones

ECIS es una técnica no invasiva que permite el monitoreo de la resistencia y capacitancia celular en función de la frecuencia en tiempo real. La técnica no tiene en cuenta el efecto abrasivo de las cenizas en las células analizadas.

En este trabajo se demostró que un incremento en las cenizas volcánicas aumenta la resistencia transcelular en la línea de células de conjuntiva humana IOBA-NHC.

La variación de impedancia que producen las cenizas en el medio modificado con respecto al medio desnudo es pequeña, alrededor de un 20%. Está dominado por la doble capa de Helmholtz y la resistencia de Faraday en la interface electrodo-electrolito y no por un efecto mayoritario de las cenizas.

El hecho de que una monocapa celular IOBA-NHC se encuentra sobre toda la estructura de electrodos simultáneamente, asegura que las condiciones son comparables y todo lo posiblemente homogéneas.

Basados en los resultados del experimento inferimos que las cenizas volcánicas no producen un efecto negativo significativo en las células de conjuntivas humanas desde un punto de vista

físico-químico. Sin embargo las cenizas podrían producir un efecto negativo en las conjuntivas a partir de sus características abrasivas (mecánicas).

Otras tareas realizadas

Filtro Notch 50 Hz

Se implementó un diseño de un filtro Suprime Banda de alto Q (Notch), tipo Twin-T. Fue utilizado para eliminar la señal de 50 Hz (ruido de línea) que no permitía tener las mediciones correspondientes en un sensor de presión conectado a una válvula para realizar un experimento de respuesta temporal dentro de un tubo de plástico sometido a cambios rápidos de presiones. (7)

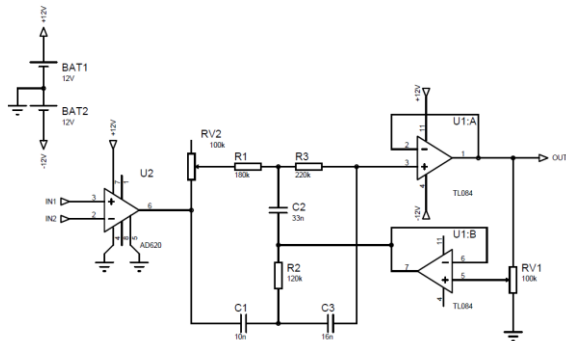


Figura 14: Esquemático del filtro Notch utilizado

En la figura 14 se puede observar el diseño del filtro (8) que consta de tres operacionales. El operacional U1:B permite controlar el nivel de realimentación y por lo tanto el Q del circuito en rango comprendido entre 0,3 y 50 ajustable mediante el potenciómetro RV1. La red pasiva que realiza el filtrado está compuesta por R1, R2 y R3 conjuntamente con C1, C2 y C3. El operacional a la izquierda de esta red (U2) es uno de instrumentación, éste permite atacar su entrada con una señal diferencial y obtener en la salida una señal referida a tierra con un nivel de ruido muy bajo. Por último el operacional U1:A se encarga de separar la red de filtrado de la salida de manera de mantener los niveles de amplitud de salida invariantes con la carga conectada.

Se probó la respuesta del filtro con el mayor Q logrado en la práctica mediante un barrido de varios puntos de frecuencia. De esta manera obtuvimos una curva de caracterización del mismo, que se puede observar en la figura 15.

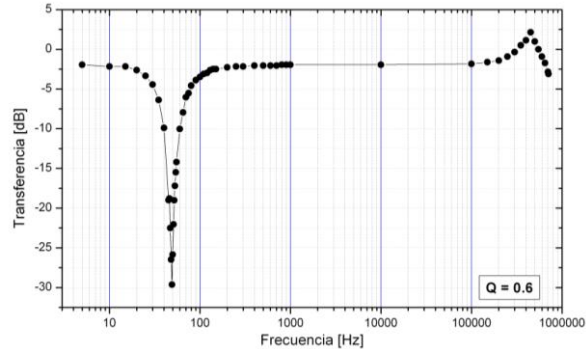


Figura 15: Respuesta en frecuencia del filtro Notch (Twin-T)

A continuación se puede observar la mejora significativa en la medición del sensor piezoeléctrico. En la figura 16a se puede observar la medición realizada por el sensor antes de filtrar y en la 16b la medición hecha con el filtro suprime banda.

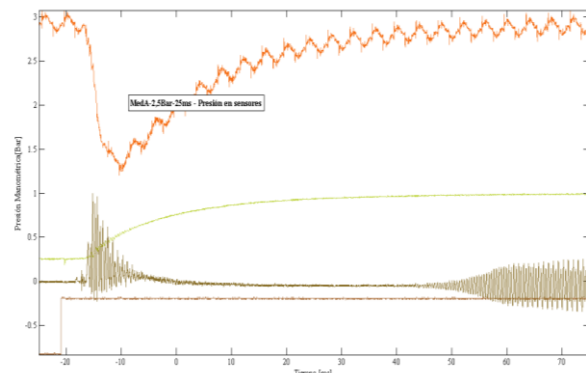


Figura 16a: Respuesta del sensor de presión antes del filtrado. Observar el ripple de 50 Hz sobre la señal sobre el margen superior.

Como se puede observar, en la figura 16^a, la curva roja señala la presencia de una componente de 50 Hz montada sobre la medición del sensor. Esto impide analizar el comportamiento temporal correcto del gas dentro del tubo.

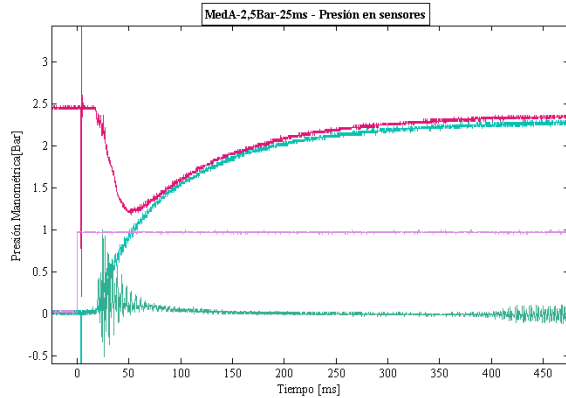


Figura 16b: Respuesta del sensor de presión después de introducir el filtro luego del sensor de presión

En la figura 16b podemos observar cómo este fenómeno ha desaparecido por completo. Es interesante destacar que el nivel de amplitud ha decrecido sensiblemente, sin embargo, la eliminación del ruido, permitió observar fenómenos que quedaban ocultos ante la presencia del ripple.

Multiplexor analógico para medición automática

Se procedió a implementar un sistema de multiplexación en la medición de los microelectrodos de la técnica ECIS que se describió en apartados anteriores. Esto permitió disminuir significativamente los tiempos muertos entre mediciones de cada uno de los electrodos permitiendo al operario del sistema ECIS realizar otras actividades, obtener una medición más confiable, disminuir los errores, etc.

El sistema de multiplexado fue implementado con 2 multiplexores analógicos 74HC4067 (9) conectados de manera tal de habilitar uno y desactivar el otro. Como el estado de salida del multiplexor cuando el mismo se encuentra deshabilitado, es de alta impedancia, no existe ningún riesgo en interconectar ambas salidas.

Las entradas de control del multiplexor fueron conectadas a un cable paralelo, de manera tal de comandar los canales del multiplexor mediante un software escrito en la PC. En la figura 17 se puede observar el esquemático de los dos multiplexores conectados. Los canales del multiplexor analógico son las que se señalan como IN [31:0]. Las entradas de control comandadas con la PC tienen las letras A hasta E.

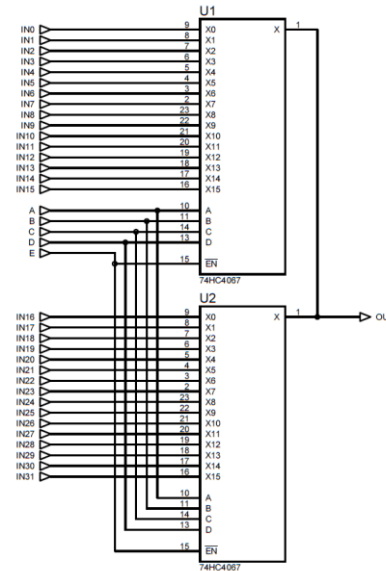


Figura 17: Esquemático que muestra el sistema de conexiones de los multiplexores analógicos utilizados.

En la figura 18 se puede observar un diagrama esquemático del sistema ECIS usando un multiplexor.

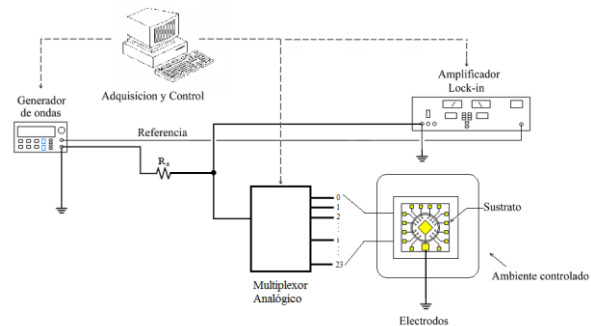


Figura 18: Esquemático del sistema de medición ECIS con el uso de un multiplexor analógico

Como se puede observar, el multiplexor se encuentra entre el generador de ondas y el cable IDE que conecta los canales del multiplexor con los electrodos. Antiguamente se debía hacer la conexión entre el generador de ondas y el electrodo manualmente. Para ello, había una bornera de conexiones vinculada con cada microelectrodo. Se debía introducir el terminal del generador de ondas en cada uno de los pines y generar el barrido en frecuencia, para obtener la medición de impedancia de cada uno de los microelectrodos. Cada medición demoraba unos 4 minutos, con lo que el tiempo entre mediciones no era suficientemente alto como para hacer una

tarea en particular ni lo suficientemente bajo para estar completamente pendiente de la medición.

Con este sistema, la conmutación entre cada uno de los microelectrodos se realiza con la PC. Esto permite que los contactos mecánicos tengan una mayor vida útil, evita que se provoque alguna descarga electrostática al terminal de entrada del lock-in lo que terminaría averiándolo, disminuye los errores introducidos por el operario, etc.

Referencias

1. **Daga, Romina, y otros.** Análisis de Cenizas Volcánicas - Complejo Volcánico Puyehue cordón Caulle. *cab.cnea.gov.ar*. [En línea] <http://www.cab.cnea.gov.ar/noticiasanteriores/erupcionCaulle2011/informeGeneralFinal.pdf>.

2. *Impedance analysis of cultured cells: a mean-field electrical response model for electric cell-substrate impedance sensing technique.*

Urdapilleta, E, Bellotti, M y Bonetto, F. J. S.C. de Bariloche : Physical Review, 2006. 041908.

3. **Madou, Marc.** *Fundamentals of Microfabrication.* s.l. : CRC Press, 2002. 9780849308260.

4. *Effects of osmolarity on human epithelial conjunctival.* **Bellotti, Mariela, y otros.** S.C de Bariloche, Rio Negro, Argentina : Graefes, 2011.

5. **Urdapilleta, Eugenio.** Interfase Electrodo-Electrolito. *Respuesta eléctrica de monocapas.* S. C de Bariloche : Instituto Balseiro, 2004.

6. **Borkholder, David A.** Cell Based Biosensors Using Microelectrodes. 1998.

7. **Roselló, Juan Manuel.** *Estudio Temporal de la Presión en Dos Reservorios Conectados por una Electroválvula Rápida.* 2012.

8. **Stout y Kaffman.** Handbook of Operational Amplifier Circuit Design. s.l. : McGrawHill, 1976.

9. **Phillips Semiconductors.** [En línea] 1993. <http://web.mit.edu/6.115/www/datasheets/74hc4067.pdf>.

10. *Use of Electric Fields to Monitor the Dynamical Aspect of Cell Behavior in Tissue Culture.* **Giaver, Ivar y Keese, Charles.** 2, s.l. : IEEE TRANSACTIONS ON BIOMEDICAL ENGINEERING, 1986, Vols. BME-33.

Remoción de arsénico de aguas contaminadas mediante el uso de ferritas

Beca de Verano 2012 – Instituto Balseiro
Centro Atómico de Bariloche

Soledad Gamarra
Fernando Becker – Diego Rodríguez

Índice

RESUMEN	- 2 -
1- INTRODUCCIÓN	- 2 -
1.1- OBJETIVOS	- 2 -
1.2- MARCO TEÓRICO	- 2 -
1.3- TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	- 4 -
DIFRACCIÓN DE RAYOS X	- 4 -
MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO CON ANALIZADOR DE ENERGÍAS	- 5 -
MAGNETROMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE (VSM)	- 5 -
2- EXPERIMENTAL	- 5 -
2.1- MATERIAL UTILIZADO	- 5 -
2.2- SÍNTESIS DE FERRITAS	- 5 -
2.3- REMOCIÓN DE ARSÉNICO DEL AGUA	- 7 -
3- RESULTADOS Y DISCUSIONES	- 9 -
3.1- CARACTERIZACIÓN FERRITAS	- 9 -
DIFRACCIÓN DE RAYOS X	- 9 -
MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO Y EDS	- 10 -
3.2- LÍQUIDOS REMANENTES	- 10 -
3.3- FERRITAS CON ARSÉNICO	- 11 -
4- CONCLUSIONES	- 13 -
CONTINUACIÓN DE LOS ENSAYOS	- 13 -
5- CONCLUSIONES DE LA BECA	- 14 -
REFERENCIAS	- 15 -

Resumen

El arsénico es un elemento tóxico para los seres vivos, capaz de provocar graves enfermedades aún en muy bajas concentraciones. El nivel máximo para aguas potables es de 10 ppb, mientras que en algunas zonas del mundo se bebe agua con un contenido promedio de 200 ppb.

En este trabajo se realizan ensayos de eliminación de este contaminante del agua por medio de ferritas de hierro y de cobalto. Se efectúan experimentos bajo diferentes condiciones y con las primeras pruebas, se consigue una remoción del 75% del As presente en solución, estableciéndose las líneas de investigaciones futuras para perfeccionar la técnica.

1- Introducción

1.1- Objetivos

El objetivo general del presente trabajo consiste en la remoción de Arsénico (As) disuelto en agua utilizando ferritas.

Las actividades a desarrollar comprenden la selección del método y síntesis de ferritas de hierro; caracterización del producto obtenido; ensayos para eliminar As del agua bajo diferentes condiciones; caracterización de las ferritas de arsénico y análisis para determinar la mejor técnica de remoción.

1.2- Marco teórico

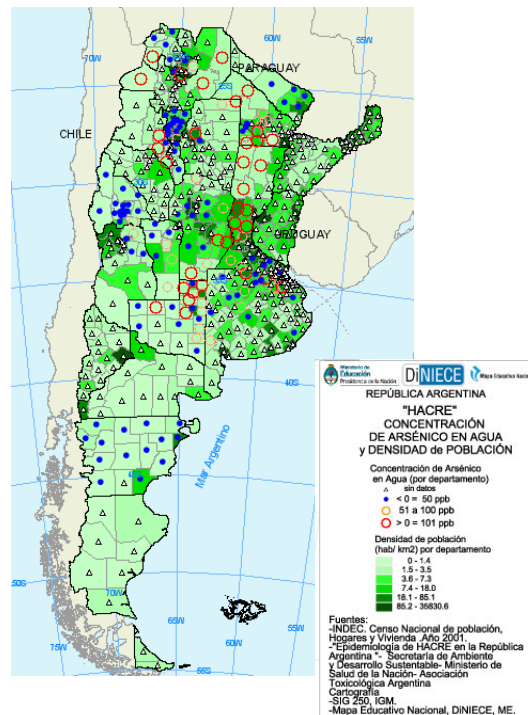
El arsénico (As) es un elemento que se encuentra presente en la naturaleza y en ciertos alimentos. Debido a que en determinadas regiones los cursos de agua atraviesan zonas con altas concentraciones, la erosión, combinada con el efecto de otras sustancias químicas o la actividad de bacterias, disuelve el As en el agua. Es por esto que existen países en los que el agua que se bebe presenta composiciones elevadas de As; entre ellos se encuentran la Argentina, México, India, China, etc.

Aún en muy pequeñas cantidades el As es un elemento tóxico para los seres vivos que provoca numerosas enfermedades entre las que se encuentran el cáncer de hígado, riñón y piel. El nivel máximo de As total presente en el agua potable establecido en nuestro país estaba establecido en 50 ppb. Sin embargo, la Organización Mundial de la Salud, habiéndose detectado que aún debajo de este valor existen riesgos para la salud (1), recomendó como límite para el agua potable una concentración de 10 ppb, adoptado en el año 2007 por el Código Alimentario Argentino. A pesar de esto, en Argentina, cerca de 4 millones de personas consumen agua con concentraciones superiores a las 10 ppb, con un promedio que se encuentra en aproximadamente 200 ppb (2).

En la figura 1 se observa un mapa en el que se identifican las diferentes concentraciones de As en la Argentina. Puede notarse que en la zona centro y norte del país hay numerosas regiones con composiciones de As por encima de las 100 ppb. El As se encuentra presente en el agua como H_3AsO_3 , H_2AsO_3^- , H_2AsO_4^- y $\text{H}_2\text{AsO}_4^{2-}$.

Existen diversas técnicas para disminuir la concentración de As en soluciones acuosas, a fin de obtener agua potable. Algunas de ellas son: coagulación-precipitación-filtración; intercambio iónico; ósmosis inversa; nanofiltración. En este trabajo se propone estudiar la remoción de As mediante ferritas de hierro (magnetita) y de cobalto. Con este método se alcanzaron eficiencias superiores al 90% en la disminución de la concentración del contaminante en agua (3).

Figura 1. Mapa concentración de As en el agua



Fuente: <http://www.mapaeducativo.edu.ar/Atlas/Arsenico>
Consulta: 15-02-12

Las ferritas son óxidos de hierro ferrimagnéticos que presentan estructura cúbica de espinela y fórmula MFe_2O_3 (donde M es un catión divalente). Los oxígenos (aniones) forman una estructura con empaquetamiento cúbico compacto, mientras que los cationes de hierro se ubican en los sitios intersticiales tetraédricos y octaédricos. Estos compuestos han demostrado gran afinidad por la adsorción de Arsénico y son más estables que los hidróxidos utilizados en el método de coagulación-precipitación-filtración, probándose que es posible realizar la desorción del As de la ferrita para reutilizarla repetidas veces (3). Por el contrario, en el caso de los hidróxidos de hierro, se obtiene como producto del tratamiento un barro de difícil disposición.

La técnica estudiada consiste en la formación de las ferritas a partir de una solución de sales de los cationes Fe^{2+} y Fe^{3+} , sobre la que se gotea lentamente hidróxido de sodio (NaOH). Luego se pone en contacto el material magnético con una solución que contiene As, agitando vigorosamente durante un tiempo determinado. Finalmente, la ferrita que adsorbió el As es retirada de la solución por medio de filtración magnética.

Es conveniente trabajar con partículas de pequeño tamaño para aumentar de esta forma la superficie específica del material y, por lo tanto, la eficiencia para remover el As. Cuando se reduce el tamaño de partícula de la ferrita de 300 a 12 nm las capacidades de adsorción aumentan casi en 200 veces

tanto para As(III) como para As(V) (4). Por otra parte, de acuerdo a Thapa et al. (5) las partículas de ferrita de hierro aumentan su magnetización al disminuir el tamaño de partícula hasta un valor de 10 nm, a partir del cual la magnetización del material disminuye por efectos de superficie.

Debido a los beneficios de utilizar partículas del orden de los 10-15 nm, una de las principales ventajas del método a estudiar en este trabajo consiste en la alta magnetización de las nanopartículas, siendo posible utilizar filtros magnéticos para la separación sólido-líquido. De lo contrario, esta operación unitaria implicaría equipos de sedimentación de gran tamaño y filtros costosos, además de grandes tiempos de procesamiento. El filtro utilizado para estas experiencias consiste en imanes de neodimio, dispuestos con distintas configuraciones, según el sistema a emplear (reactor).

Es importante señalar que las ferritas de hierro presentan cierto grado de oxidación cuando se utilizan a presión atmosférica. Se estudió su estabilización (aumento de su resistencia a la oxidación) por medio del reemplazo de una pequeña cantidad de Fe^{2+} por Co^{2+} , obteniéndose buenos resultados (3).

Sin embargo, en el caso de las ferritas donde todo el Fe^{2+} ha sido reemplazado por Co^{2+} -ferritas de Co(II)- el comportamiento con el tamaño de partículas es contrario al de las anteriores. En este caso, al aumentar el tamaño de partícula, aumenta conjuntamente la magnetización de las mismas (6). De verificarse este comportamiento en las ferritas donde sólo una parte (no el total) del Fe^{2+} ha sido reemplazado por Co^{2+} , se deberá llegar entonces a una solución de compromiso entre la magnetización de las partículas, que aumenta con el tamaño de partículas, y la mayor superficie específica, que aumenta al disminuir el tamaño de partículas. Si, por el contrario, se comportan como las ferritas de hierro, se debe trabajar con partículas de menor tamaño, sin pasar por debajo de los 10 nm.

1.3- Técnicas de caracterización

Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una técnica de análisis estructural por la cual es posible identificar los compuestos según su estructura cristalina.

Las redes cristalinas consisten en planos regularmente espaciados. Estos planos reticulares presentan diferentes orientaciones, que se identifican mediante tres números enteros h, k, l denominados índices de Miller. La distancia entre la sucesión de planos paralelos hkl se indica con d_{hkl} .

Mediante la ley de difracción de Bragg, que establece que los rayos X se reflejan sobre los planos reticulares de los cristales según un ángulo θ que depende del espaciado d_{hkl} , es posible obtener los espaciados que son característicos de cada material. Existen bases de datos donde se encuentran tabulados los valores de d_{hkl} . Es factible, entonces, comparar los datos obtenidos en un difractograma con aquéllos de las bases de datos y de esta forma identificar el o los compuestos presentes en la muestra.

La intensidad con que los rayos X son reflejados por los planos reticulares depende de los átomos de la celda unidad y de su distribución, aportando más información para la caracterización de las muestras que se analizan con esta técnica. En el método de polvo cristalino, la muestra se puede colocar formando una superficie plana de unos 2 cm².

Con los datos del difractograma se recurre a la base de datos digital, aprovechando una serie de filtros que, de acuerdo a los posibles elementos presentes, proporciona un número determinado de patrones de referencia de distintos materiales, para poder identificar con cuál coincide mejor la muestra analizada.

Microscopio electrónico de barrido con analizador de energías

El microscopio electrónico de barrido (scanning electron microscope, SEM) a partir del barrido de una muestra mediante un haz de electrones obtiene una imagen de ésta, resultado de las interacciones entre los electrones incidentes y la muestra.

Un SEM está constituido por el cañón de electrones con un filamento emisor de electrones; lentes magnéticas que dirigen y focalizan el haz sobre la muestra; portamuestras y el sistema de obtención de imagen y análisis.

Los electrones inciden en la muestra y esta interacción origina la emisión de electrones secundarios, de electrones retrodispersados y de rayos X característicos de los elementos que se encuentran en la muestra. El SEM puede incorporar un detector de estos rayos X del tipo dispersivo en energía (Energy Dispersive Spectrometer, EDS) que permitirá reconocer las energías de los rayos X emitidos por el material y, de esta forma, saber qué elementos se encuentran presentes. La intensidad de los rayos producidos depende de la cantidad de cada elemento en la muestra, por lo que se puede obtener análisis semicuantitativos de un volumen de muestra que puede llegar a ser del orden de $1 \mu\text{m}^3$.

Magnetometría de muestra vibrante (VSM)

Esta técnica permite conocer propiedades magnéticas de un material, calculadas estadísticamente mediante los datos que proporciona el magnetómetro.

El principio de funcionamiento del equipo es la ley de Inducción de Faraday que establece que un campo magnético variable producirá un campo eléctrico. La medición del campo eléctrico brinda información acerca del campo magnético.

La muestra es sometida a una oscilación armónica en el eje vertical, perpendicular al campo magnético generado por un electroimán. Al moverse la muestra cerca de las bobinas sensoras, se induce un voltaje en ellas, proporcional al momento magnético de la muestra, relacionado a su vez con la magnetización de la misma. La medición de este voltaje, variando el campo DC aplicado, permite obtener curvas de histéresis de los materiales.

2- Experimental

2.1- Material utilizado

Todas las soluciones fueron preparadas con reactivos de grado analítico. Los parámetros de formación y las proporciones de los elementos se detallan en la tabla 1.

En el caso de la ferrita de hierro se utilizó sulfato ferroso heptahidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) y cloruro férrico hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Las ferritas de cobalto se sintetizaron con cloruro de cobalto hexahidratado ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), y los sulfatos de hierro correspondientes ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$).

La solución de arsénico se preparó a partir de óxido de arsénico (V) As_2O_5 .

2.2- Síntesis de ferritas

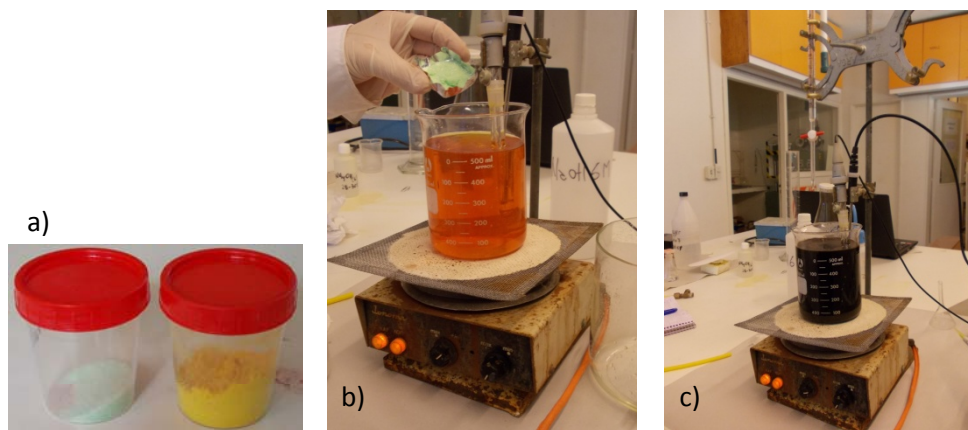
La ferrita de hierro (Fe_3O_4) se sintetizó mediante el método de co-precipitación por vía húmeda. Se realizó una disolución de las sales de Fe(II) y Fe(III) en agua destilada con una concentración 0.13 M de Fe^{tot} .

La relación molar de las sales de hierro utilizada no es la estequiométrica 2/1 de la formación de la ferrita sino de 1.75/1, ya que, de acuerdo a (7), durante la agitación de la solución parte del Fe^{2+} se oxida a Fe^{3+} , alcanzando de esta forma la proporción 2/1 y obteniéndose entonces una mayor saturación de magnetización. La solución se calentó manteniendo la temperatura a $60^{\circ}C$ y, mientras se agitaba vigorosamente, se agregó el NaOH a una velocidad de aproximadamente una gota por segundo, hasta alcanzar un pH de 10.5. La precipitación de Fe_3O_4 comenzó inmediatamente con el agregado del NaOH.

La velocidad de agregado del NaOH y la agitación de la solución generarían la formación de partículas de tamaños de alrededor de 15 nm (8), siendo éste, como se vio, el más conveniente para trabajar con ferritas de hierro.

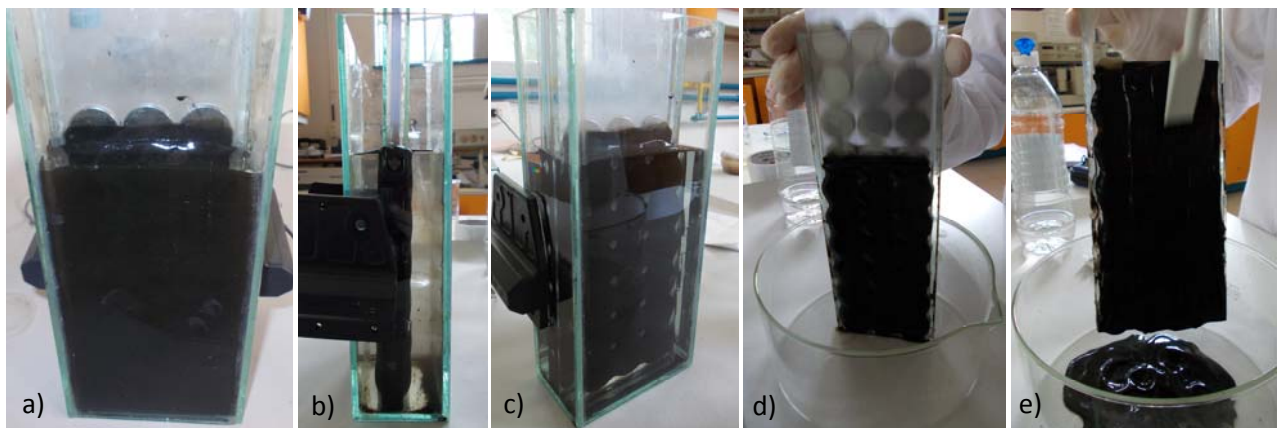
La síntesis se llevó a cabo en un reactor de 500 ml con la parte superior abierta para la adición de los reactivos, agitación y extracción (fig. 2). El reactor fue mantenido a temperatura y agitación constante durante todo el proceso mediante agitador magnético. El pH de la solución fue monitoreado y controlado mediante pH-metro electrónico. Luego de finalizada la reacción, la agitación a $60^{\circ}C$ continuó durante una hora, controlando que el pH se mantuviera alrededor de 10.5, para promover la mayor cristalización y formación de magnetita. Finalmente el precipitado fue lavado 2 veces con agua destilada para remover impurezas del proceso, filtrado mediante filtro magnético y secado a temperatura ambiente. En la figura 3 puede observarse el sistema de filtración utilizado.

Figura 2. Síntesis ferrita de hierro



a) Sales de hierro. b) Disolución de las sales en agua destilada. c) Ferrita luego del goteo de NaOH.

Figura 3. Filtración magnética



a) Filtro sumergido en la ferrita. b) y c) Ferrita adherida al filtro. d) Se retira el filtro de imanes. e) Se recupera la ferrita con espátula.

Se utilizaron dos ferritas de cobalto (al 10% y al 5% de Co(II)) sintetizadas previamente (9).

En el caso de la ferrita de cobalto al 10% se partió de una disolución de cloruro de cobalto en agua destilada. Se llevó el pH a 2 para una buena ionización de los elementos y se agregaron las sales de Fe(III) y Fe(II). Se adicionó NaOH 3M a una velocidad menor a 5 ml/min hasta alcanzar pH 11 y se mantuvo la agitación durante 10 min. Esta experiencia se realizó en un reactor de 2 l con la parte superior abierta para la adición de los reactivos, agitación y extracción. El reactor fue mantenido a temperatura y agitación constante durante todo el proceso mediante agitador magnético. El pH de la solución fue monitoreado y controlado mediante pH-metro electrónico. Finalizada la reacción se mantuvo la solución en reposo por un período de 24 hs para la sedimentación de la fase sólida y su envejecimiento.

La ferrita de cobalto al 5% se preparó partiendo de una disolución de 500 ml de cloruro de cobalto en agua destilada, con una concentración de 250 mg/l. Se agregaron las sales de Fe(III) y Fe(II) en una relación molar $[Fe^{tot}]/[Co^{+2}]$ de 20/1 a temperatura ambiente ($20^{\circ}C \pm 4^{\circ}C$) y a pH 2 con ácido sulfúrico para una buena ionización de los elementos. El pH fue llevado a 10,5 mediante la adición de NaOH 6M a una velocidad mayor a 10 ml/min y se mantuvo en agitación durante 15 minutos a velocidad lenta. La experiencia se realizaron en un reactor de 500 ml con la parte superior abierta para la adición de los reactivos, agitación y extracción. El reactor fue mantenido a temperatura y agitación constante durante todo el proceso mediante agitador magnético. El pH de la solución fue monitoreado y controlado mediante pH-metro electrónico. Luego de finalizada la reacción se procedió inmediatamente al filtrado magnético.

Las ferritas de cobalto fueron secadas a $110^{\circ}C$ durante 12 hs y se pulverizaron todos los sólidos con mortero durante 20 min.

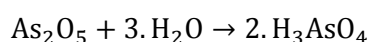
Tabla 1. Parámetros de formación de las ferritas				
Material Sintetizado (nomenclatura)	Concentración Inicial [μ g/ml de Co y Fe]	Relación Molar Fe+3/Fe+2/Co+2 - Fe+3/M+2	Temperatura de reacción [$^{\circ}C$]	Envejecimiento [Hs]
Fe ₃ O ₄ (Fe1)	Fe: 7.22 x 103	1.77	60	1 (con agitación)
Co _{0.1} Fe _{0.9} O.Fe ₂ O ₃ (E3)	Co:78 Fe:732.6	2/0.5/0.125-3.2	60	24
Co _{0.5} Fe _{0.95} O.Fe ₂ O ₃ (T1D)	Co:250 Fe:4.717	13.33/6.66/1-1.74	20	0

Se realizaron estudios para determinar la cristalinidad de los productos obtenidos, caracterizando los polvos de las ferritas formadas por difracción de rayos X en un equipo Philips PW 1700. Asimismo, se obtuvieron imágenes por medio de un microscopio electrónico de barrido, Philips modelo 515. Finalmente, este equipo, combinado con un detector EDS marca EDAX modelo 2000, permitió determinar semicuantitativamente la composición de las ferritas.

2.3- Remoción de Arsénico del Agua

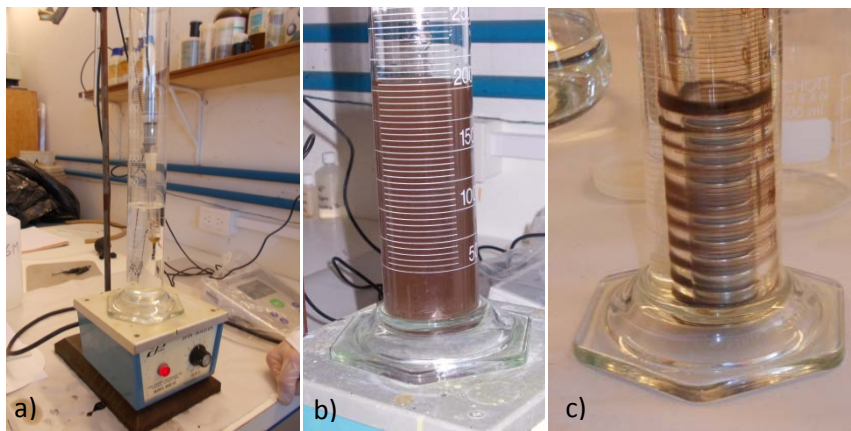
Se prepararon aproximadamente 2 l de una solución de aproximadamente 5 ppm de Arsénico (V), disolviendo el As₂O₅ en agua destilada. Si bien la concentración es muy superior a la encontrada en aguas contaminadas naturalmente (de aproximadamente 200 ppb), se utilizó este valor a fin de poder obtener la cantidad de precipitado necesaria para realizar diversos análisis.

La reacción de disolución del óxido es:



Se realizaron cuatro experiencias de remoción de arsénico. En las dos primeras se empleó la ferrita de hierro sintetizada para este trabajo, en distintas proporciones respecto al arsénico; en las restantes se utilizaron las ferritas de cobalto. Los ensayos se llevaron a cabo en un reactor de 500 ml con la parte superior abierta, para agregado de reactivos y filtrado de las ferritas con arsénico mediante filtros magnéticos. La figura 4 muestra los sistemas de remoción de As y de filtración posterior utilizados. Se trabajó a temperatura ambiente, agitando con un agitador magnético. La solución inicial presenta un pH aproximado de 4.2. Se llevó el pH a 6.5 mediante NaOH, controlándolo con un pH-metro electrónico y se adicionó la cantidad de ferrita determinada por ensayo. Se dejó reaccionar agitando vigorosamente por unos minutos y se filtró la ferrita con el filtro magnético. Las condiciones de cada ensayo se especifican en la Tabla 2. Se lavaron las ferritas con agua destilada, dejando secar a temperatura ambiente.

Figura 4. Filtración magnética



a) Soln. de As, medición pH. b) Ferrita en contacto con As. c) Filtración magnética con imanes de Nd.

Según (3) el óptimo tiempo de interacción entre las ferritas y el As es de pocos minutos. Por esto se decide realizar los ensayos durante 3 min. Sin embargo, con la ferrita de cobalto al 10% se deja reaccionar durante 9 min, a fin de verificar si mejora o no la adsorción de As.

De acuerdo con esto (4) también menciona que la capacidad de remoción de As (V) de las ferritas de hierro disminuye luego de 24 hs de contacto respecto de la capacidad luego de 1 hs de contacto, que corresponde a 6711 $\mu\text{g/g}$ de ferrita. Éste será el valor base que se utiliza en los ensayos. En el caso de la muestra 2 se agrega el doble de la cantidad base de ferrita, a fin de verificar si es mayor la adsorción de As.

Tabla 2. Ensayos de remoción de arsénico				
Ensayo	Ferrita utilizada	Cantidad [g]	Tiempo de reacción [min]	Solución Remanente
Muestra 1	Fe1	0.16667	3	Turbia
Muestra 2	Fe1	0.33334	3	Turbia
Muestra 3	E3	0.16667	9	Turbia
Muestra 4	T1D	0.16667	3	Clara

Para verificar la eficiencia de cada método se analizaron los líquidos remanentes mediante un Espectrofotómetro de Absorción Atómica AAnalyst modelo 300 de Perkin Elmer, a fin de determinar la composición final de As en las distintas soluciones. Se realizó asimismo el análisis de la solución inicial, con el objetivo de conocer la composición de As de partida, para poder cuantificar la cantidad de As removido por cada método, llamándola muestra 0 (M0).

Las ferritas obtenidas luego de la adsorción del As se caracterizaron a su vez mediante análisis químico semicuantitativo de microrregiones por EDS marca EDAX modelo 2000 acoplado a un microscopio electrónico de barrido Philips modelo 515 y se midió su magnetización de saturación mediante un magnetómetro de muestra vibrante marca Lake Shore.

3- Resultados y Discusiones

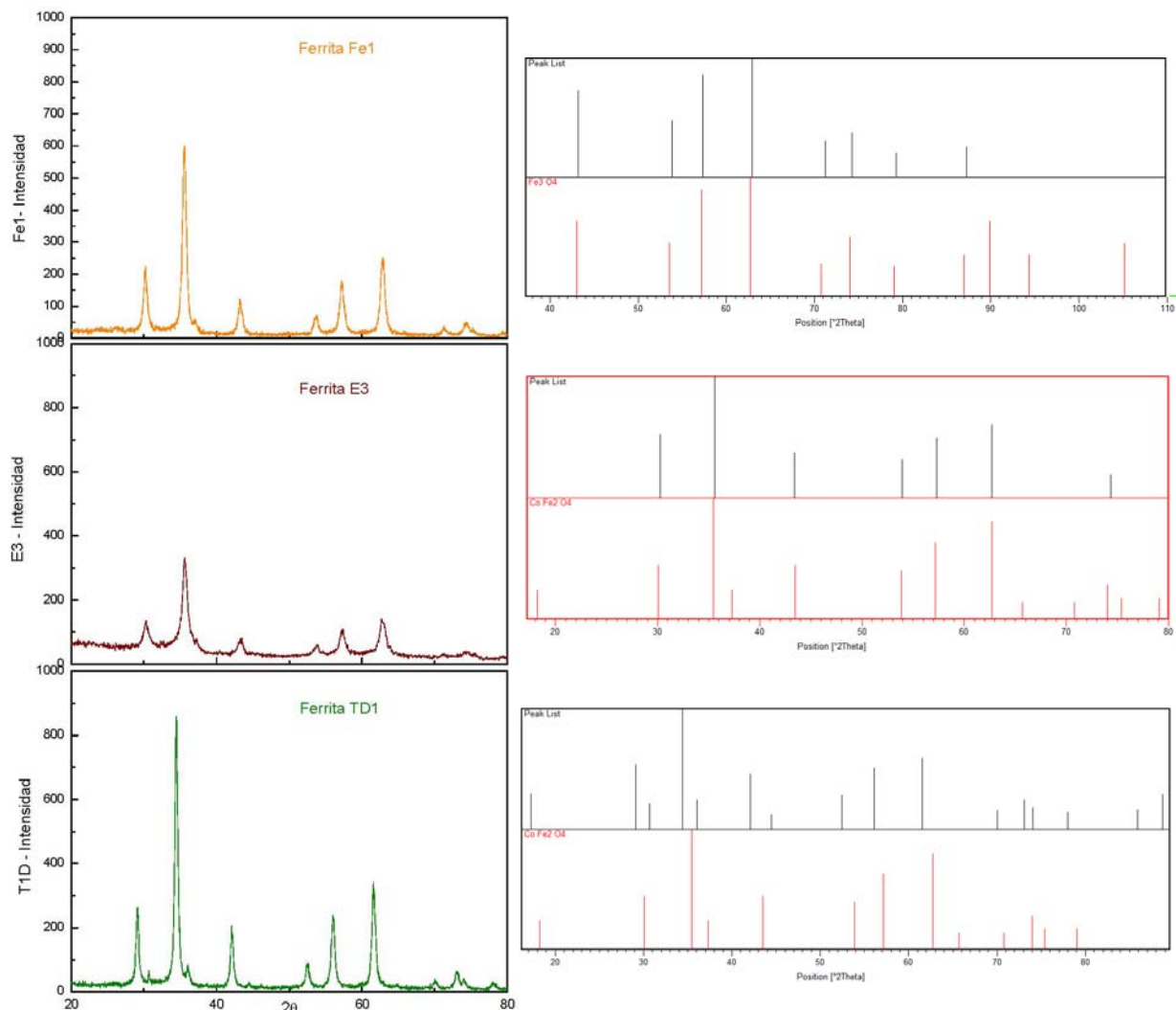
3.1- Caracterización Ferritas

Difracción de Rayos X

Los difractogramas de rayos X de las nanopartículas sintetizadas muestran picos bien definidos que coinciden con patrones de la base de datos del programa X'Pert HighScore. Los patrones utilizados corresponden a los códigos 00-001-1111 para el Fe_3O_4 y 00-003-0864 para el CoFe_2O_4 de dicho programa.

En la figura 5 pueden observarse los difractogramas obtenidos junto a los gráficos de los picos que presentan (picos en negro) en correspondencia con los picos del patrón mencionado (picos en rojo).

Figura 5. Difractogramas de rayos X

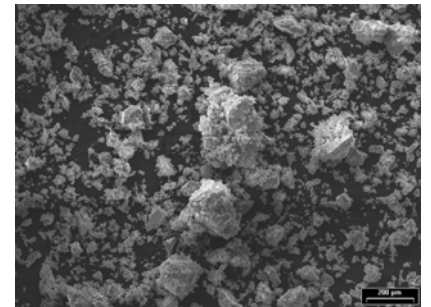


Tanto Fe1 como E3 exhiben una alta coincidencia con sus patrones de referencia. La muestra E3 presenta picos más anchos. Esto puede deberse a que se sintetizó utilizando un exceso de sal de Fe(III) lo que genera la formación de hidróxidos amorfos. En el caso de las partículas de ferrita de cobalto al 5% (T1D) puede notarse que los picos se encuentran levemente desplazados hacia la izquierda de los correspondientes al patrón, sin embargo, el difractograma presenta la misma forma. Para analizar este comportamiento es importante tener en cuenta que el patrón es de ferrita cobáltica, donde todo el Fe^{2+} ha sido reemplazado por Co^{2+} . Por lo tanto, este desplazamiento de los picos puede deberse a la pequeña cantidad de Co presente en la ferrita T1D. De todas formas, esta consideración debería verificarse con nuevas muestras.

Microscopio electrónico de barrido y EDS

Con el microscopio electrónico de barrido se captaron imágenes de la ferrita obtenida (fig. 6). Puede observarse que las nanopartículas forman aglomerados del orden de los micrones. Para poder determinar el tamaño de partícula del material sintetizado debería realizarse una dispersión de la muestra y observar los polvos en un microscopio electrónico de transmisión. Por no hallarse disponible momentáneamente y falta de tiempo no fue posible efectuar esta caracterización.

Figura 6. Imagen SEM ferrita de hierro



Con la técnica EDS acoplada al microscopio se determinó semicuantitativamente la composición química de los polvos. La tabla 3 presenta los resultados para las ferritas.

Tabla 3. Análisis semicuantitativo EDS			
Material	Fe (%)	Co (%)	Impurezas (%)
Fe1	93.29	-	6.71
E3	90.12	9.88	-
T1D	94.30	5.7	-

Debido a que los polvos de Fe1 no habían sido lavados previamente a realizar el análisis, se registran impurezas correspondientes a NaCl, presente en la solución de síntesis.

3.2- Líquidos remanentes

En la Tabla 4 se presentan los datos obtenidos con el espectrofotómetro de absorción atómica.

Tabla 4. Concentración soluciones de As. Inicial y remanentes	
Rótulo	Arsénico (As) $\mu\text{g/ml}$
Muestra 0	3.49
Muestra 1	2.60
Muestra 2	2.10
Muestra 3	2.91
Muestra 4	0.93

La solución inicial presenta una concentración menor a la calculada en la preparación de la solución de As. Esto puede deberse a que el reactivo utilizado no fue secado previamente, exhibiendo por lo tanto un contenido de humedad importante. Es interesante mencionar que los ensayos fueron realizados con mayores cantidades de ferrita, respecto al arsénico, que las reportadas en (4) ya que los cálculos se hicieron considerando una solución de 5 ppm de As.

Los análisis permiten observar que fue posible obtener una mayor extracción de As debido al exceso de ferrita utilizado en M2. Sin embargo, la remoción de As no crece proporcionalmente respecto a la cantidad de ferrita utilizada, ya que se empleó el doble de ferrita y se obtuvo sólo una disminución de aproximadamente el 20% de As en la solución. Resulta interesante la realización de ensayos a fin de obtener la curva de remoción vs cantidad de ferrita utilizada.

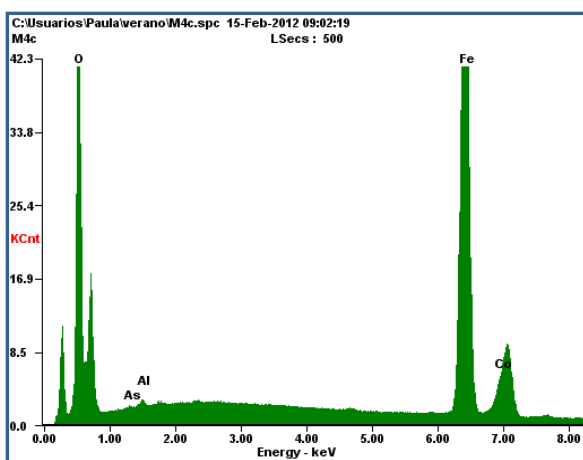
En el caso de M3, experiencia con ferrita de cobalto al 10% (E3), puede notarse una menor eficiencia del proceso. Esto puede explicarse, como mencionan (3) y (4), con el hecho de que se empleó un mayor tiempo de interacción que produciría la desorción de parte del As previamente adsorbido. Asimismo, en la síntesis de esta ferrita, se utilizó un exceso de la sal de Fe(III), lo que podría generar la formación de hidróxidos no magnéticos, pudiendo ser ésta una de las causas de la baja eficiencia en la remoción de arsénico de este material.

Finalmente, con la ferrita de cobalto al 10% T1D (M4) se obtiene la mejor remoción del As. Con este material fue posible remover aproximadamente el 75% de As presente en la solución.

Los líquidos de las muestras 1 a 3, luego de la remoción del As y filtración de la ferrita por medio del filtro magnético, presentaban cierta turbidez, debido seguramente a la existencia de compuestos de hierro no magnéticos que no pudieron ser removidos del agua con los imanes. El líquido de la M4, por el contrario, fue muy claro, denotándose la ausencia de estos óxidos no magnéticos. Esto está de acuerdo con (3) en relación a las mejores propiedades de la ferrita, para remoción del As bajo condiciones atmosféricas, al combinarse con cobalto, lo que aumenta su resistencia a la oxidación. El hecho de que M3 haya presentado también turbidez podría explicarse con el exceso de sal férrica en la formación de la ferrita E3.

3.3- Ferritas con Arsénico

Figura 7. Análisis EDS M4



kV:20.00 Tilt: 0.00 Take-off:16.50 AmpT:25.6 Detector
Type :SUTW-Sapphire Resolution :132.49

Se realizó análisis químico semicuantitativo por EDS a fin de determinar la presencia de As en las muestras de las ferritas que se obtuvieron. Sin embargo, debido a que la composición de As esperada es muy baja, fue necesario realizar más cuentas a fin de que pudiera detectarse el elemento

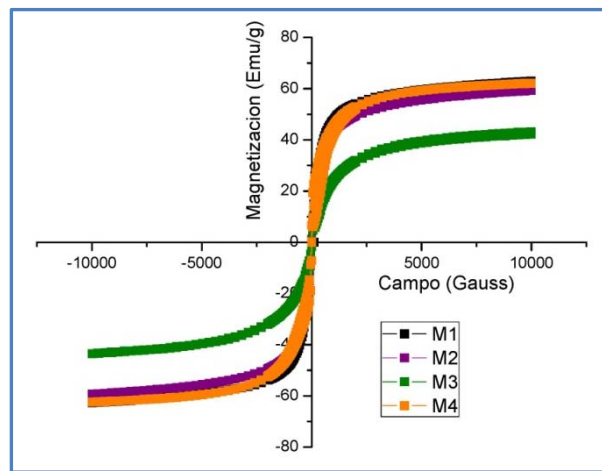
Tabla 5. Análisis EDS M4

Element	Wt %	At %
O K	35.05	65.43
AsL	00.48	00.19
FeK	60.81	32.53
CoK	03.65	01.85

en el espectro obtenido. Por falta de tiempo no fue posible efectuar este análisis para cada muestra. De todas formas, es importante señalar que sí es posible detectar el As presente en las ferritas, como muestran la figura 7 y la tabla 5, para la ferrita de la M4.

El ciclo de histéresis de cada muestra se enseña en el gráfico 1. Las muestras son materiales magnéticos blandos, lo que corresponde a la característica general de las ferritas. Puede observarse que las muestras 1, 2 y 4 presentan aproximadamente igual magnetización de saturación. Esto se explica teniendo en cuenta que la presencia de cobalto en la M4 si bien disminuye la respuesta magnética de la muestra, a su vez produce una resistencia a la oxidación, evitando una mayor disminución de la misma. En las M1 y M2 hay presencia de óxidos no magnéticos.

Gráfico 1. Magnetización ferritas con As



En la tabla 6 se presentan los valores de las magnetizaciones de saturación de las ferritas con As. En el caso de las muestras M3 y M4 también se pueden observar los valores de las ferritas antes de ser utilizadas para remover el contaminante.

Tabla 6. Magnetización de saturación		
Material	Magnetización de saturación sin As (emu/g)	Magnetización de saturación con As (emu/g)
Fe1 – M1	-	62.91
Fe1 – M2	-	59.35
E3 – M3	47.64	42.31
T1D – M4	63.89	62.08

Las muestras M1 y M2 presentan valores de magnetización muy similares a los reportados por (5) para ferritas de tamaño de partícula de 10 nm¹. Esto constituye un indicador del tamaño de partículas obtenido con el método de síntesis de ferrita empleado, considerando que no fue posible determinar esta propiedad con el TEM.

¹ Se realiza la conversión $\frac{\text{emu}}{\text{g}} = \frac{\text{PM}}{N_A} \cdot 10^{-3} \cdot \frac{1}{9.274015 \cdot 10^{-24}} \frac{\mu_B}{\text{fu}}$ donde PM es el peso molecular de las ferritas y N_A el Número de Avogadro.

Si se considera que las partículas de ferrita con bajas concentraciones de cobalto, como es el caso de E3 y T1D, presentan propiedades similares a las de las ferritas de hierro puras, podría interpretarse que el tamaño de partícula en M4 es similar al de M1 y M2. En este caso, sería factible considerar que en M3 se presentan tamaños mayores, entendiendo con eso la disminución de su magnetización de saturación. Sin embargo, la presencia de hidróxidos de hierro a causa de la síntesis de E3 con exceso de sal férrica también podría ocasionar este descenso en la magnetización de saturación.

Por otro lado, si se considera que el comportamiento de las ferritas con bajas concentraciones de cobalto se aproxima al de las ferritas de cobalto puras, de acuerdo a (10), la magnetización de saturación de la T1D correspondería a un tamaño de partícula de aproximadamente 15 y 20 nm. Mientras mayor sea la partícula, más se acercará al valor del bulk de ferritas de cobalto (80.8 emu/g). Por otro lado, la E3, con una concentración de cobalto del doble que la M4, exhibe una magnetización de saturación marcadamente inferior. Esto podría implicar que se trata de partículas de menor tamaño que las de M4.

Estas dos posibilidades conducen a que sería importante verificar con otras experiencias si tanto T1D como E3 siguen el comportamiento de la ferrita de cobalto pura o el de la ferrita de hierro. Un análisis simple a efectuar es el de tamaño de partículas de las muestras, que puede realizarse por microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Tanto para M3 como para M4 puede observarse una pequeña disminución de la propiedad magnética analizada del material al incorporar As. Sin embargo, las ferritas utilizadas (E3 y T1D) fueron sintetizadas con mucho tiempo de anterioridad, por lo que sería importante verificar que no se trate de un deterioro propio del material.

4- Conclusiones

En el presente trabajo se realizó la síntesis de ferritas utilizando condiciones que permitirían obtener tamaños de partículas apropiados para la remoción de As de aguas contaminadas, de acuerdo con los valores obtenidos para la magnetización de saturación (5).

Fue posible remover As de aguas con altas concentraciones de este elemento de manera eficaz utilizando las ferritas sintetizadas y otras que contenían distintas composiciones de cobalto. El método elegido es simple, rápido y presenta pocos requerimientos energéticos, por lo que puede ser optimizado a fin de utilizarlo en plantas de tratamiento.

Se verifica la conveniencia de emplear las ferritas con pequeñas concentraciones de cobalto, evitando de esta forma la oxidación de las nanopartículas, obteniéndose un mayor rendimiento en la extracción del As.

Las ferritas de arsénico presentan elevadas magnetizaciones de saturación, disminuyendo muy poco respecto a las ferritas libres de este contaminante. Esto permite realizar una filtración por imanes muy eficiente.

Continuación de los ensayos

En cuanto a la optimización de la técnica de remoción es importante realizar las siguientes pruebas:

- Caracterización de las ferritas sintetizadas (tamaño de partícula, magnetización de saturación) y nuevos ensayos variando la velocidad de agregado de NaOH y de agitación, de manera de encontrar cuáles son las condiciones que permiten obtener menores tamaños de partículas.
- Variación en las condiciones de síntesis de las ferritas de hierro, a fin de evitar la formación de hidróxidos no magnéticos (proporciones de las sales).
- Estudios para determinar la curva de remoción de As vs cantidad de ferrita utilizada, a fin de verificar cuál es el valor más conveniente para obtener la extracción deseada, teniendo en cuenta que en esta práctica se trabajó con valores en exceso respecto a (4).
- En cuanto a las ferritas de cobalto, ensayos con ferritas de menor concentración de este material podrían ayudar a determinar cuál es la menor cantidad necesaria para reducir la oxidación de las ferritas utilizadas a presión atmosférica. Por otro lado, debe estudiarse si el comportamiento de estas ferritas con pequeñas concentraciones de cobalto es similar a las ferritas de cobalto puras o a las de hierro puras, a fin de establecer el tamaño de partícula más apropiado para la remoción de As. Esta determinación es necesaria teniendo en cuenta la situación de compromiso planteada en el caso de las ferritas de cobalto puras, donde el aumento del tamaño de partícula aumenta la magnetización pero, al disminuir la superficie específica, reduce la eficiencia en la remoción de As.
- Determinación de la mejor temperatura de operación para la remoción de As ya que, si bien en el presente trabajo se realizaron ensayos a 60°C, es posible que el As sea extraído por las ferritas a menores temperaturas.
- Ensayos de remoción in situ de este contaminante: agregado de las sales que formarán la ferrita directamente al agua contaminada, pudiendo observarse, entre otras cosas, la estabilidad del producto obtenido y su magnetización y la posibilidad de desorción del As, parámetros importantes para que la técnica se constituya en una opción de tratamiento de aguas contaminadas.

Por otro lado, es importante realizar pruebas para estudiar la eventual reutilización de las ferritas, observando las condiciones que son necesarias para la desorción del As.

Conclusiones de la beca

Me resultó sumamente rica la experiencia de trabajar en un ambiente donde se potencian las ideas, dando rienda suelta a nuestros deseos de experimentación para realizar pruebas que no aseguran el éxito inmediato, pero que permiten ir armando una base de conocimiento para avanzar hacia respuestas innovadoras.

Considero que aún la rápida mirada de este estilo de trabajo, debido al poco tiempo disponible, deja marcas muy importantes en los futuros investigadores que puedan resultar de los becarios que pasan por este programa.

Quiero mencionar mi agradecimiento a las personas que me ayudaron a realizar este trabajo y que fuera de los horarios normales de la jornada estuvieron disponibles para permitirme utilizar técnicas experimentales que hasta ahora me eran desconocidas, especialmente Cacho Cotaro y Liliana Mogni.

Referencias

1. *Arsenic. An environmental problem limited by solubility.* **Magalhães, M. Clara F.** 10, Aveiro - Portugal : IUPAC, 2002, Pure and Applied Chemistry, Vol. 74, págs. 1843-1850.
2. **Litter, Marta.** Terratox News - Noticias de desamparo ambiental. [En línea] 12 de Agosto de 2010. [Citado el: 15 de 02 de 2012.] <http://terratoxnews.wordpress.com/2010/08/12/nacion-marta-litter-contaminacion-con-arsenico-en-argentina/>.
3. *Arsenic removal from water by magnetic $Fe_{1-x}Co_xFe_2O_4$ and $Fe_{1-y}Ni_yFe_2O_4$ nanoparticles.* **Hai, Nguyen Hoang y Phu, Nguyen Dang.** 2009, VNU Journal of Science, Mathematics - Physics, Vol. 25, págs. 15-19.
4. *Removal of arsenic from aqueous solution: A study of the effects of pH and interfering ions using iron oxide nanomaterials.* **Luther, Steven, y otros.** Elsevier Ed., 2012, Microchemical Journal, Vol. 101, págs. 30-36.
5. *Properties of magnetite nanoparticles synthesized through a novel chemical route.* **Thapa, Deepa, y otros.** 21, 2004, Materials Letters, Vol. 58, págs. 2692-2694.
6. *Synthesis and characterization of size-controlled cobalt-ferrite-based ionic ferrofluids.* **Morais, P.C., Garg, V.K. y Oliveira, A.C. et al.** Elsevier, 2001, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 225, págs. 37-40.
7. *Fundamental Study of an Ambient Temperature Ferrite Process in the Treatment of Acid Mine Drainage.* **Wang, Weixing, Xu, Zhenghe y Finch, J.** 8, 1996, ENVIRONMENTAL SCIENCE & TECHNOLOGY, Vol. 30, págs. 2604-2608.
8. *Applications of Magnetite Nanoparticles for Water Treatment and for DNA and Cell Separation.* **Hai, Nguyen Hoang, Chau, Nguyen y Luong, Nguyen Hoang.** 3, Septiembre de 2008, Journal of the Korean Physical Society, Vol. 53, págs. 1601-1606.
9. **Becker, Fernando, Rodríguez, Diego y Schwab, Mauro.** Separación de Cobalto mediante filtros magnéticos. *XI Congreso Binacional de Metalurgia.* Rosario, 2011.
10. *Synthesis and Magnetic Properties of Cobalt Ferrite ($CoFe_2O_4$) Nanoparticles Prepared by Wet Chemical Route.* **Maaz, K., y otros.** Pakistan.

Estudio Numérico y Experimental de la Retransformación de Martensitas Monovariantes

Ireth García Aguilar

Orientación: Fabiana Laguna, Pierre Arneodo

Grupo de Física de Metales

Becas de Verano 2012

Instituto Balseiro - Centro Atómico de Bariloche

Resumen

Los materiales que presentan transformaciones martensíticas han sido objeto de muchos estudios, dadas sus propiedades tan particulares y sus potenciales aplicaciones. Recientemente, se desarrolló un modelo teórico basado en un potencial isotrópico de dos cuerpos para un conjunto de partículas clásicas idénticas [2], y pruebas preliminares mostraron la dependencia del ciclo térmico en la velocidad de cambio del parámetro que controla la transformación, que aún no había sido estudiado experimentalmente. Este trabajo se enfocó en la retransformación térmica de martensitas monovariantes de distintos tamaños a la fase austenita variando la velocidad de calentamiento. Se utilizó una red bidimensional de $N \times N$ partículas para el caso numérico, y una aleación de Cu-Zn-Al en el caso experimental. Para ambos casos se describe la metodología para conseguir la martensita monovariante. Se muestran los resultados obtenidos con la retransformación tanto para el caso numérico como para el experimental y se analizan las variaciones en las curvas de transformación.

Índice

1. Introducción	1
1.1. Transformaciones Martensíticas	1
1.2. Descripción general del proyecto	2
2. Metodología empleada	4
2.1. Simulaciones numéricas de sistemas martensíticos bidimensionales.	4
2.1.1 Modelo teórico	4
2.1.2 Red cristalina bidimensional	6
2.2. Método experimental con muestras de Cu-Zn-Al	8
2.2.1 Fabricación del cristal monovariante.	8
2.2.2 Muestras de martensita monovariante	11
2.2.3 Estudio experimental mediante calorimetría	12
3. Estudio de la retransformación de martensitas monovariantes	13
3.1. Resultados numéricos	13
3.2. Resultados experimentales	17
3.2.1 Evaluación de las muestras	17
3.2.2 Ensayos de calorimetría	18
4. Conclusiones	21
5. Referencias	22

1. Introducción

1. 1. Transformaciones Martensíticas

Una transformación martensítica (TM) es una transformación no difusiva entre fases sólidas de un cristal. Cambios en temperatura o tensión mecánica inducen sobre los átomos de la red un pequeño desplazamiento con respecto a sus vecinos, lo que lleva de una configuración estable (austenita) a una fase de menor simetría pero también estable (martensita). Este desplazamiento es de un orden mucho menor que las distancias interatómicas, por lo que si un material experimenta una TM, al retransformarse a su fase austenita, éste recupera la forma que tuvo originalmente en esa fase. A este fenómeno se le conoce como memoria de forma, y es característico de sistemas con TM. Otra propiedad importante de estos sólidos es su superelasticidad, permitiendo deformaciones de hasta 10% [1]. De estas características parte la motivación de estudiar materiales que presentan TM, ya que los hace candidatos útiles en muchas aplicaciones.

A la interfase entre la austenita y la martensita se le conoce como plano de hábito (en redes bidimensionales se le refiere como línea de hábito). En la fig.1.1 se ve la proyección superficial del plano de hábito en una de las muestras.

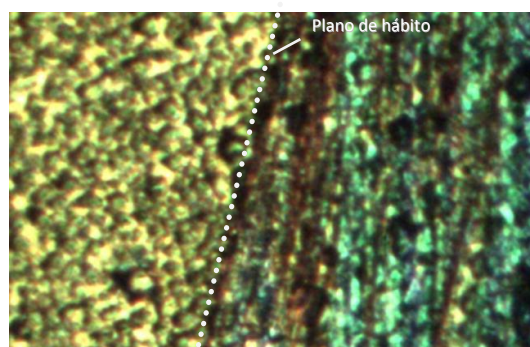


Figura 1.1. Muestra de Cu-Zn-Al bajo una transformación térmica. Se muestra la proyección del plano de hábito; a la izquierda de éste la fase austenita y a la derecha la martensítica. Los diferentes colores muestran las distintas variantes formadas. La imagen fue tomada en un microscopio óptico, usando un polarizador para distinguir entre las diferentes estructuras.

Después de una TM, la configuración inicial de la austenita puede reacomodarse de distintas maneras que lleven a un equilibrio energético. Estas posibilidades son equivalentes entre sí, difiriendo sólo en orientación relativa y se conocen como variantes martensíticas. Como se mencionó anteriormente, las TM pueden ser provocadas mecánica o térmicamente. En el primer caso se aplica una fuerza al sólido en una dirección específica, que favorece que los átomos se reacomoden como reacción a esa fuerza; de esta manera se puede conseguir que el sistema transforme a una única variante martensítica al aplicar tensión. En el caso térmico, por lo general se produce más de una variante dentro de un mismo sólido que viene del acomodo de distintos puntos de nucleación dentro del sólido (polivariante) y no es siempre la misma configuración martensítica.

La TM ocurre al llegar una temperatura crítica M_S , en la cual el sistema comienza a transformar. La temperatura a la cual el sistema transformó completamente a su fase martensita se denomina M_F . En el caso de la retransformación de una martensita a una austenita, a estas referencias se les conoce como A_S y A_F respectivamente, donde M_S es diferente de A_F con lo que hay una histéresis asociada a este tipo de ciclos. En el caso del ciclo mecánico de transformación, también se observa una histéresis asociada a la carga como función de la deformación.

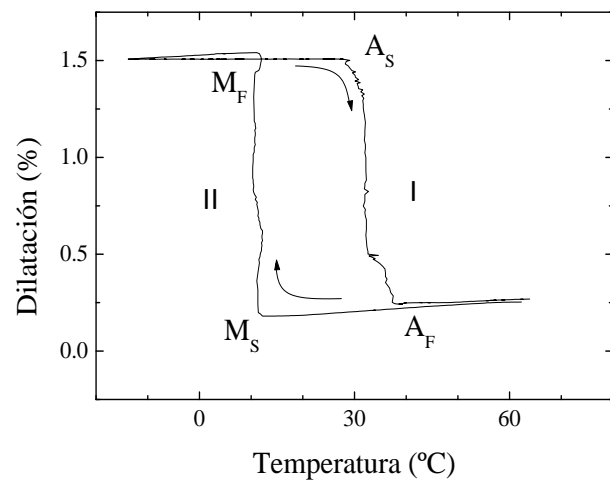


Figura 1.2. Ciclo térmico de histéresis de una transformación martensítica, medida indirectamente con dilatometría [4].

1. 2. Descripción general del proyecto

La motivación inicial de este proyecto se encuentra en resultados numéricos obtenidos utilizando el modelo teórico de interacción para transformaciones martensíticas en dos dimensiones desarrollado en [2], el cual se va a explicar con más detalle en la sección 2.1.1. Resultados numéricos preliminares evidencian que en ciclos de transformación térmica de

las martensitas, variaciones en la velocidad con que cambia la temperatura afecta la manera en que llega a su fase austenita. Se ha observado que aunque la A_s del sistema permanece casi constante a cualquier velocidad, sí existe una dependencia de A_f con ésta, lo que implica que la dinámica misma de la transformación es función del cambio temporal de la temperatura. Aunque ya se tienen resultados cualitativos, se quiere estudiar otras velocidades menores de transformación en las simulaciones para ver si se mantiene el patrón ya visto anteriormente. Se quiere además observar cómo cambia la retransformación con el tamaño de la muestra, para una misma velocidad.

En el caso experimental, no se ha hecho un estudio similar de variaciones en la retransformación de una martensita monovariante con respecto a la velocidad de cambio de la temperatura. El objetivo es tener resultados preliminares en este ámbito que sirvan para complementar el estudio numérico de sistemas martensíticos equivalentes.

En general, se quiere llevar una metodología paralela para el caso numérico y el caso experimental, que permita estudiar la reacción de martensitas monovariantes equivalentes ante velocidades de calentamiento. Se desea observar desde ambos puntos de vista la retransformación a la fase austenita y así tener un estudio cualitativo integral que permita dar una mejor guía para evaluar las características de sistemas martensíticos. Esto serviría además como un elemento extra para evaluar la validez del modelo teórico de interacción.

2. Metodología empleada

El estudio estuvo enfocado en la retransformación térmica de martensitas monovariantes de distintos tamaños a la fase austenita variando la velocidad de cambio de la temperatura. En el ciclo de histéresis de la Fig. 1.2 se observó sólo el lado (I). Tanto para el caso numérico como para el experimental, se partió un monocristal en fase austenita estable. Por tensión (estiramiento), se transformó este sistema a su fase martensita a una temperatura constante, de modo que se obtuvo una martensita monovariante, y se dejó relajar. Esta martensita fue el sistema inicial de donde salieron todas las muestras equivalentes para trabajar el objetivo expuesto anteriormente desde ambos campos.

2. 1. Simulaciones numéricas de sistemas martensíticos bidimensionales.

2.1.1 Modelo teórico

A continuación se exponen los detalles centrales del modelo de las simulaciones numéricas hechas. La descripción total se puede encontrar en [2]. En resumen, se modela la transformación martensítica utilizando un potencial isotrópico de interacción entre dos cuerpos similar al de Lennard-Jones (LJ), con un parte grandemente repulsiva a cortas distancias, una curva más suavizada atractiva a mayores distancias. Si se usara sólo el potencial LJ, se observarían las estructuras compactas estables, que en el caso bidimensional corresponden a redes triangulares, como se observa en la Fig.2.2. Para llegar a otras estructuras estables (fase martensita), se desestabiliza este potencial, incluyendo otros dos términos perturbativos, como se ve más claramente en la Fig. 2.1. El potencial tiene entonces la siguiente forma:

$$V(r) = V_0 + V_1 + V_2 + V_3 \quad (2.1)$$

$$\begin{aligned} \text{Donde } V_0 &= A_0[1/r^{12} - 1/r^6 + 1] && \text{si } r < 1 \\ V_1 &= [(r - 1)^2(r + 1 - 2c)^2/(c - 1)^4] && \text{si } r < c \\ V_2 &= -A_2[(r - d_2 - s_2)^2(r - d_2 + s_2)^2]/s_2^4 && \text{si } d_2 - s_2 < r < d_2 + s_2 \\ V_3 &= A_3[(r - d_3 - s_3)^2(r - d_3 + s_3)^2]/s_3^4 && \text{si } d_3 - s_3 < r < d_3 + s_3 \end{aligned}$$

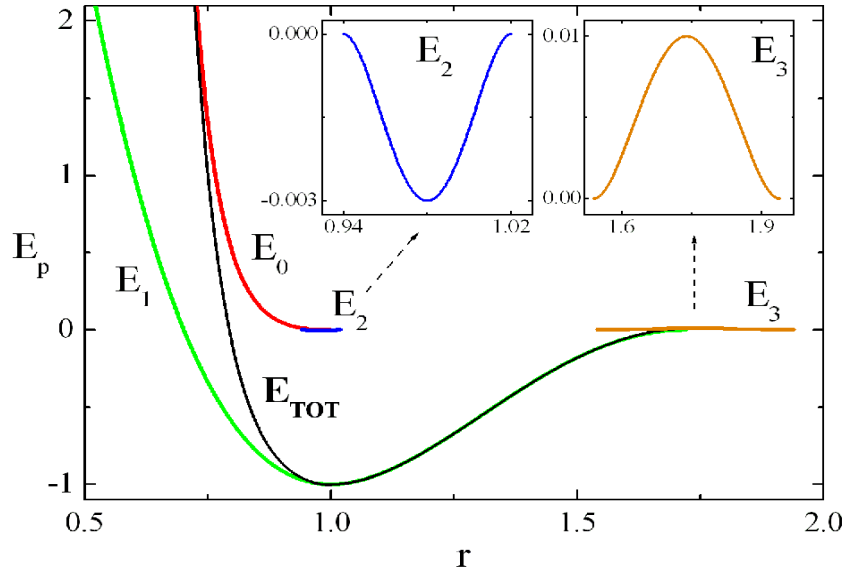


Figura 2.1. Potencial isotrópico de dos cuerpos. En el eje horizontal se tiene la distancia normalizada y en el vertical la energía potencial de interacción. Se observan las contribuciones de cada potencial, incluyendo los términos de perturbación que inducen la TM, con más detalle en los recuadros. Imagen tomada de [2].

V_0 es el potencial de LJ parte del potencial total, donde se mide la contribución a través del parámetro A_0 , este es a su vez el parámetro que controla el momento en que se dispara la transformación en el sistema. Dicho en otras palabras, simulando transformaciones térmicas, A_0 actúa cualitativamente como la temperatura en un sólido real. El término V_1 contribuye a la parte atractiva, y V_2 y V_3 son los potenciales que favorecen la desestabilización y transformación. De acá que el potencial total se describa con el conjunto de ocho parámetros: $P = \{A_0; A_2; A_3; c; d_2; s_2; d_3; s_3\}$, y para fines de este trabajo, donde sólo A_0 varía, de modo que la descripción para una red triangular bidimensional está hecha con: $P = \{A_0; 0,003; 0,01; 1,772; 0,98; 0,04; 1,74; 0,2\}$. En el desarrollo de este modelo se encontró un valor crítico teórico $A_0^c = 0,067$ en donde ocurre la TM [2].

En el caso de la dinámica, se resuelve numéricamente para pasos temporales con el algoritmo de Verlet, utilizando específicamente la aproximación de la dinámica de Langevin a temperatura cero [3], ya que el efecto de la temperatura se debe más a contribuciones de entropía que a efectos estocásticos. Se utilizó con condiciones de frontera abiertas:

$$\mathbf{r}(t) = 2\mathbf{r}(t - dt) - \mathbf{r}(t - 2dt) + dt^2[\mathbf{f}(t - dt) - \mu\mathbf{v}(t - dt)] \quad (2.2)$$

$$\mathbf{v}(t) = [\mathbf{r}(t) - \mathbf{r}(t - dt)]/dt \quad (2.3)$$

donde $\mathbf{r}(t)$ es la posición de cada partícula, $\mathbf{v}(t)$ la velocidad, y $\mathbf{f}(t)$ la fuerza total sobre esta. El último término en la primera expresión es un término local de fricción, pesado por el factor

μ para compensar la energía térmica compensada. En las simulaciones se utiliza $\mu=6$ y $dt=0,01$. Sin embargo, cada paso de cuenta numérica está dado por un ΔA_0 en ese mismo dt , de manera que cambiando ese ΔA_0 , se controla la velocidad con que se cambia la temperatura del sistema numérico.

2.1.2 Red cristalina bidimensional

En las simulaciones, como muestras numéricas se armaron redes formada de $N_p=N \times N$ cantidad de partículas dispuestas es una estructura triangular representante de la fase austenita (equivalente a una estructura compacta fcc o hcp en tres dimensiones), con $N=100, 170, 220$. Primeramente, se dispusieron las partículas exactamente en las posiciones correspondientes a un sólido de este tipo, y se dejó relajar el sistema bajo la dinámica descrita a un A_0 fijo, obteniendo una estructura visualizada en la Fig.2.2b en el caso de $N=170$ con coloración respecto a la estructura que tiene. El efecto de deformación de los bordes es por tener condiciones abiertas y una asimetría respecto a los vecinos con los que pueden interaccionar las partículas allí. Se utilizó como parámetros de red triangular $a=b=0,994$ de la Fig. 2.2a. En las estructuras de las tres variantes martensíticas, las distancias en color tienen una longitud de 1,045 y las negras de 0,932.

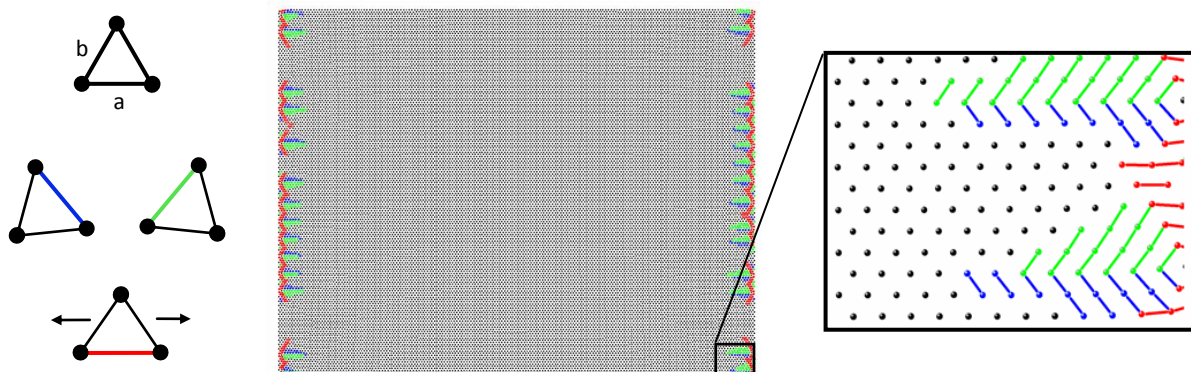


Figura 2.2. Red bidimensional en su fase austenita y en equilibrio a un $A_0=0,06$ para un sistema de $N_p= 170 \times 170$ partículas. En a) se muestra la estructura triangular de la austenita, junto con las variantes martensíticas para un cristal en dos dimensiones. En b) se observa la visualización del sistema obtenido. La región en gris serían las partículas con configuración de austenita y los puntos coloreados en rojo, azul o verde son las diferentes variantes martensíticas. En c) un zoom donde se ve con más detalle la estructura cristalina de la red

A continuación, se estiró la red, tomando una cantidad fija y pequeña de partículas a ambos lados de la red, y moviendo el centro de masa de estas cantidades fijas en el eje horizontal, pero permitiendo movilidad en el eje y en cada paso de cálculo. La red entera

tuvo libertad de acomodarse con el programa de dinámica. En la Fig. 2.3 se muestra la evolución de este sistema, para obtener la condición inicial de una martensita monovariante. En 2.3f) se muestra el histograma de distancias entre partículas para la austenita junto con la martensita final. Se observa una pérdida de simetría al estirar el sistema, ya que pasa de tener un solo parámetro triangular, a diferentes tamaños. En este caso, dirección preferencial es la mostrada en rojo en la Fig. 2.2b), como reacción al estiramiento sobre esa dirección, lo que da como resultado una sola variante martensítica, con una deformación alrededor del 7% para todos los tamaños. Esta martensita monovariante estable a un $A_0 = 0,06$ fue la condición inicial para las simulaciones numéricas.

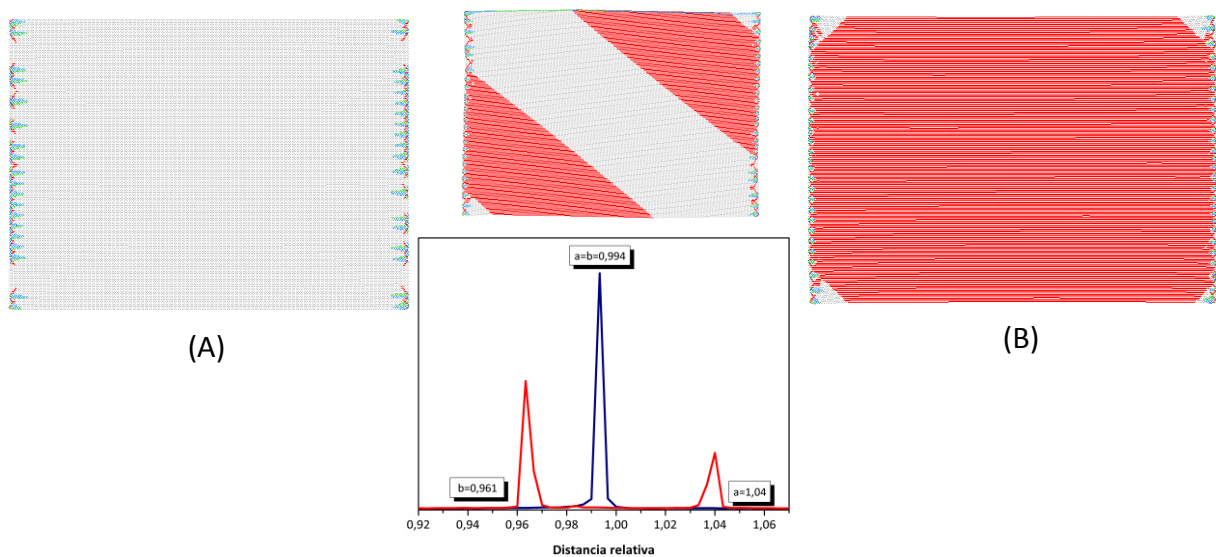


Figura 2.3. Transformación martensítica por tensión del sistema de 220x220 partículas a un $A_0 = 0,06$ constante. Se muestra el estado del sistema junto con el histograma en ese instante. Se ve la evolución de la estructura hacia una sola variante martensítica, favorecida por la fuerza aplicada en dirección horizontal. Inferior: Histograma de distancias intermoleculares de primeros vecinos. Se observa cómo se tiene inicialmente en (A) un solo valor de distancia (red triangular perfecta), y después de la transformación, se pasa a un estado final con menor simetría y dos posibles distancias (B), pasando por un estado intermedio con bordes deformados.

Para calcular la dinámica del sistema, se fue variando el A_0 en intervalos muy pequeños mientras se dejaba mover el sistema, hasta llegar a un valor por notablemente por encima de A_0^C para asegurar una retransformación completa. Se hizo el estudio numérico con cuatro velocidades distintas para cada tamaño: $\Delta A_0 = 0,3 \times 10^{-9}$; $\Delta A_0 = 0,5 \times 10^{-9}$; $\Delta A_0 = 1 \times 10^{-9}$; $\Delta A_0 = 2 \times 10^{-9}$. Para cada una de estas experiencias, se controló la evolución de la red por medio de su energía E y su fracción de austenita $\Phi = N_A / N_P$ donde N_A es la cantidad de partículas con estructura austenita.

2. 2. Método experimental con muestras de Cu-Zn-Al

2.2.1 Fabricación del cristal monovariante.

Para la fabricación de las muestras de Cu-Zn-Al, los cálculos y el procedimiento se basó en lo expuesto en [4], utilizando una concentración electrónica $e/a=1,48$. En la Fig. 2.4 se muestra el diagrama de fases para un sistema Cu-Al-Zn, se muestra el diagrama de fases en función de la tensión para este valor de e/a . La fase martensita que se buscó retener fue la 18R para este tipo de aleación.

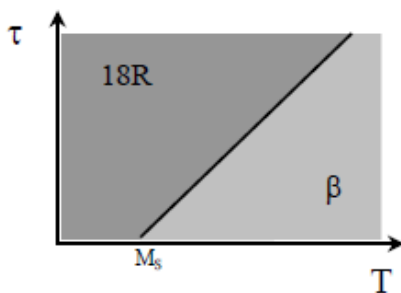


Figura 2.4. Diagrama de fases para un cristal de Cu-Zn-Al con $e/a=1,48$. Se muestra la relación temperatura tensión para la TM. Cuando no hay tensión sobre el sistema, la transformación se da a una temperatura M_s . Tomado de [4]

Dado que el objetivo fue un estudio de una retransformación a la fase austenita, se buscó que las muestras tuvieran un valor de M_s cercano a la temperatura ambiente, para asegurarse de tener una fase estable, y una temperatura A_s por encima de la ambiente. De esta manera, de acuerdo con el ciclo de histéresis, se transformó por tracción un clavo monocristalino por encima de A_F , y se consiguió retener martensita monovariante en parte de ese clavo.

Para un cristal Cu-Zn-Al con $e/a=1,48$, la M_s tiene dependencia en la concentración de cada uno de elementos de la siguiente manera:

$$M_s = 2686 C_{Cu} - 6400 C_{Zn} - 9000 C_{Al} \quad (2.4)$$

donde C_E es la concentración atómica del elemento E. Además, se tienen que cumplir las siguientes ecuaciones:

$$e/a = 1 + C_{Zn} + 2 C_{Al} \quad (2.5)$$

$$C_{Cu} + C_{Zn} + C_{Al} = 1 \quad (2.6)$$

Se buscó una $M_S=15^\circ\text{C}$, con lo que resolviendo el sistema de ecuaciones anterior, se obtuvieron las concentraciones necesarias para una muestra de masa total $m=25\text{g}$:

	C Atómica (%)	Masa (g)
Cu	68,96	19,019
Zn	14,08	3,995
Al	10,96	1,986

Tabla 2.1. Resultados del cálculo de la composición para una aleación Cu-Zn-Al con $M_S = 15^\circ\text{C}$ y $m=25\text{g}$.

La aleación se preparó utilizando metales comerciales, dentro de una cápsula de cuarzo con argón, llevándolo por encima de la temperatura de fusión del Cu, para homogeneizarlo y luego se enfrió. Como resultado, se obtuvo un sólido policristalino, mostrado en la Fig. 2.5.

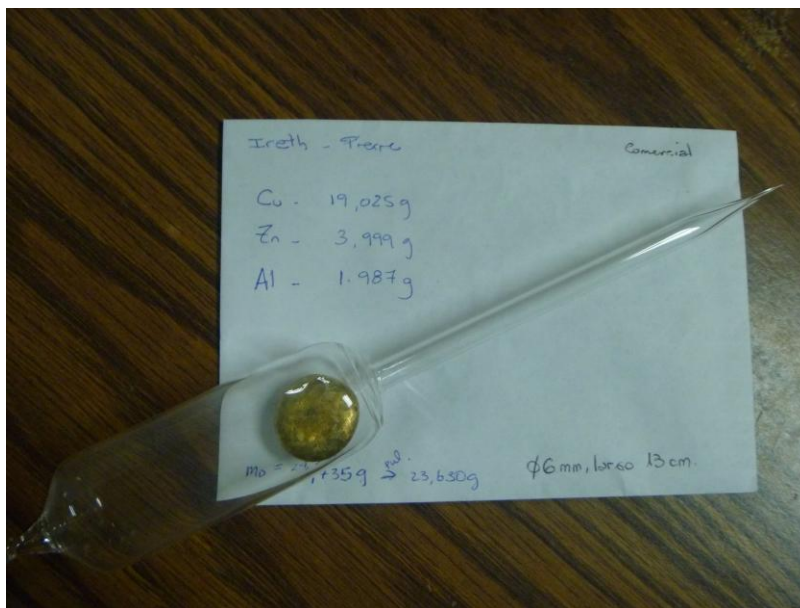


Figura 2.5. Aleación policristalina de Cu-Zn-Al pulida químicamente, con un diámetro de $\sim 2,5\text{cm}$. A la izquierda se muestra encapsulada en punta con gas argón, y su peso en gramos. A la derecha en detalle, donde se observan los bordes de grano.

Una vez pulido y pesado, se volvió a encapsular dentro de un molde de cuarzo en punta con las dimensiones del clavo deseado, como se muestra en la Fig. 2.5. Para conseguir un monocristal se utilizó la técnica de Bridgman, como descrito en [4], fundiendo de nuevo el policristal, y dejándolo enfriar desde la punta hacia arriba. Esto se consigue moviendo el horno de la Fig. 2.6 hacia arriba lentamente, de modo que el cristal que se forme en la punta sirva para nuclear el resto del clavo a medida que se mueve el horno. El clavo obtenido después de un pulido químico y sus características se muestra en la Fig.2.6.



Figura 2.6. Derecha: horno resistivo utilizado para la fundición de los metales de la aleación Cu-Zn-Al. Para solidificar el monocristal desde la punta, la cápsula con el metal fundido se mantiene fija, y el horno, con un gradiente vertical de temperatura, se mueve lentamente hacia arriba. Izquierda: clavo policristalino obtenido. Se observan algunos bordes de grano, pero áreas de monocristal suficientemente amplias. Las dimensiones del clavo están dadas por: diámetro $d=6$ mm, largo $L=13$ cm y masa $m=23,630$ g.

Los bordes se adaptaron de modo que fuera posible colocar el clavo como se observa en la Fig. 2.7a en la máquina de ensayos mecánicos Instron modelo 5567. La cámara se calentó por encima de los 40°C de modo que se tuviera el clavo en la fase β (austenita). Por medio de tracción se le transformó a la fase martensítica 18R a temperatura constante, y después de una deformación del $\epsilon \approx 7\%$ se dejó el sistema relajarse al valor de carga alcanzado en ese punto. La parte del ciclo carga/deformación llevado a cabo para este cristal se muestra en la Fig. 2.7b. Se puede ver que al relajarse, el clavo mantuvo la deformación, consiguiendo retener la estructura martensítica.

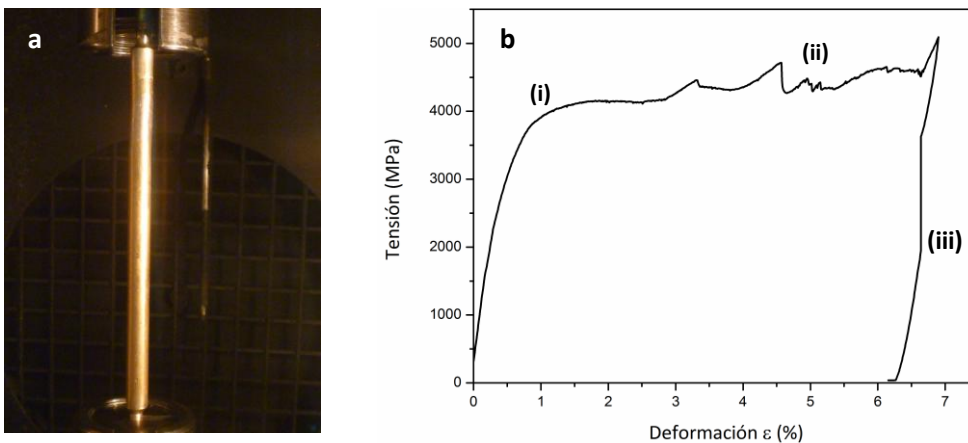


Figura 2.7. a) Clavo dentro de la cámara del Instron. Se mantuvo a una temperatura constante de 40°C mientras se le traccionaba. b) Ciclo de transformación del clavo. Se aprecia el inicio de la transformación en (i), varios picos por la transformación por regiones del clavo (ii), y el proceso de relajación (iii), hasta quedar retenida la deformación.

El clavo transformado se observa en la Fig. 2.8. Se pueden notar bordes de grano, así como interfases austenita-martensita (plano de hábito). Además, se observó un cambio notable en el color del clavo y en el área transversal, que pasó de ser circular a elíptica, debido al acomodamiento atómico al que fue forzado el cristal.



Figura 2.8. Clavo transformado por tensión. Se observa una deformación macroscópica del sólido y un cambio de color del clavo. Cerca de la punta, y en detalle a la derecha se ve una interfase austenita-martensita, distinguida por la diferencia de color entre ambos lados.

2.2.2 Muestras de martensita monovariante

A pesar de la aparición de diferentes secciones cristalinas en el clavo, se observó en la parte superior del clavo, una parte relativamente extensa sin bordes de grano, suficiente para cortar transversalmente discos de diferentes tamaños, con tres valores distintos de espesor h . En total se cortaron 12 muestras de $h=1,1\text{mm}$ para observar la retransformación térmica del sistema con diferentes velocidades de calentamiento. Además, se hizo una muestra con $h=2,2\text{ mm}$ y otra con $h=0,55\text{ mm}$ para estudiar variaciones debido al tamaño de la muestra real. Algunas de las muestras cortadas se presentan en la fig. 2.9. Todas fueron pulidas con lija, ya que con el pulido químico se presenta una reacción exotérmica y el aumento de temperatura podía afectar la martensita.

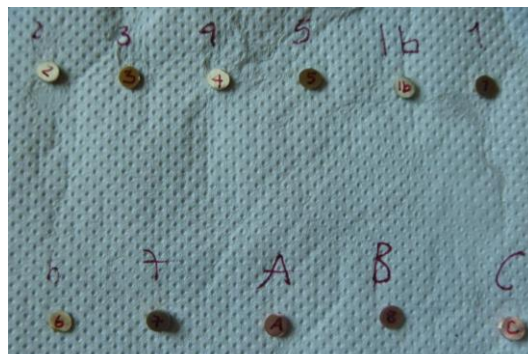


Figura 2.9. Algunas de las muestras utilizadas para el estudio experimental (1b,1-7) y referencias de cobre para cada espesor $h=0,55; 1,1; 2,2\text{ mm}$ (A,B,C).

2.2.3 Estudio experimental mediante calorimetría

Para evaluar el efecto de la velocidad de calentamiento en la retransformación a la fase austenita, se hicieron mediciones de calorimetría que permiten observar, en el rango adecuado, el inicio y el final de la transformación. En la Fig. 2.10 se muestra el equipo de calorimetría utilizado, y la disposición de la muestra de martensita, respecto a la referencia.

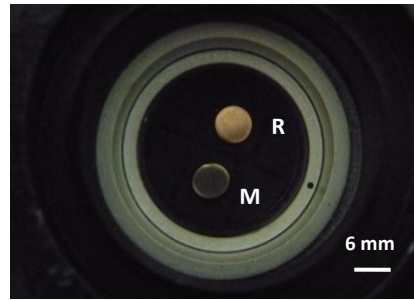
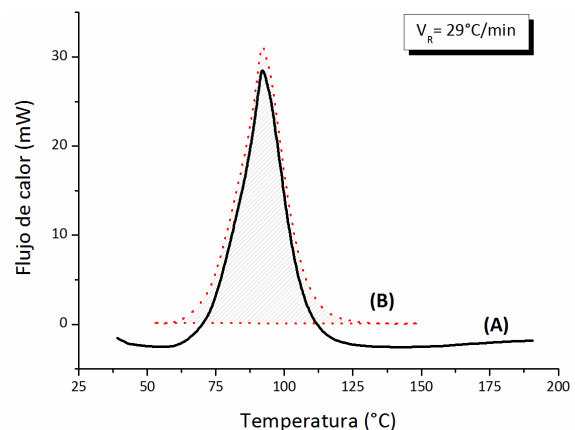


Figura 2.10. Equipo de calorimetría utilizado. A la derecha se ve la muestra (M) y la referencia de cobre (R) del mismo espesor. Es notable la diferencia de forma entre ambas; la martensita monovariante tiene forma elíptica, que refleja macroscópicamente el cambio de fase estructural. Una vez retransformada, recupera su forma circular.

Para una velocidad, se hace una rampa térmica (la temperatura varía linealmente en el tiempo) y se mide el flujo de calor a través de la muestra, respecto a una referencia de cobre. Al ocurrir un cambio de fase en la muestra y no en la referencia, se genera un pico equivalente a la diferencia en la transferencia de calor necesaria para mantener la temperatura constante en ambas, el cual marca la retransformación de la muestra. En la Fig 2.11 se muestran una de las curvas obtenidas y el pico neto, una vez restada la base. Integrando este pico punto a punto y normalizando se obtiene la curva de transformación. Se utilizaron rampas desde $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Para estudiar el efecto por diferencias en espesor se utilizó una rampa de $17^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Todas se iniciaron alrededor de los 30°C .

Figura 2.11. (A) Medición real de calorimetría para una velocidad de calentamiento $V_R = 29^{\circ}\text{C}/\text{min}$. El inicio de la transformación se encuentra muy cerca de la temperatura inicial de la rampa $\sim 35^{\circ}\text{C}$, a diferencia del final que es más apreciable. (B) Pico neto al restarle una base recta a la curva. Ésta se integra para obtener la curva de transformación.



3. Estudio de la retransformación de martensitas monovariantes

3.1. Resultados numéricos

Para cada una de las tres redes obtenidas utilizando el procedimiento de la sección 2.1.2, se partió del $A_0=0,06$ de relajación, y se programó una retransformación hasta valores de A_0 que aseguraran llegar una austenita ya estable. Para las redes de $N=100, 170$ se completaron las simulaciones para cada ΔA_0 hasta al menos $A_0=0,80$ que fue suficiente para una retransformación completa para cualquier velocidad. En el sistema de $N=220$, se obtuvieron resultados sólo para las dos velocidades mayores: $\Delta A_0= 1 \times 10^{-9}$ y $\Delta A_0= 2 \times 10^{-9}$; ya que el tiempo de cálculo excedía el tiempo posible para desarrollar este proyecto en específico.

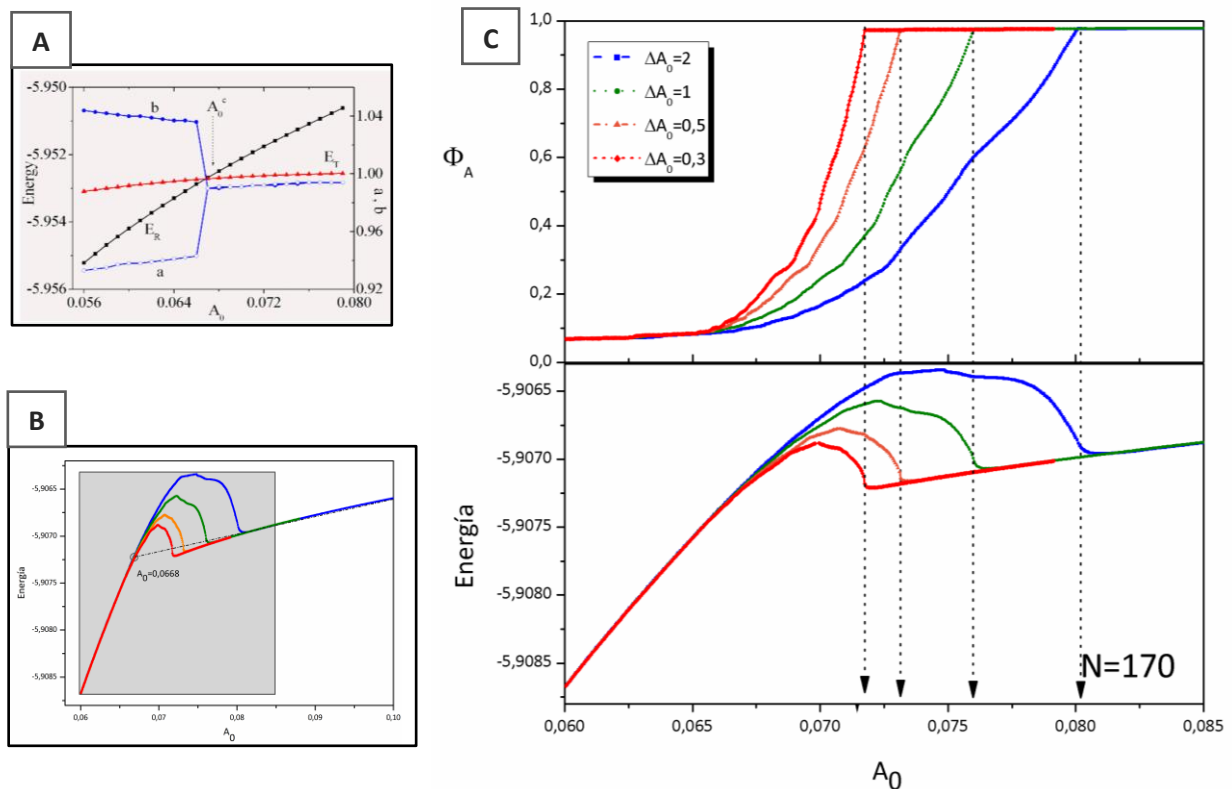


Figura 3.1. A) Energía (rojo y negro) y parámetros de red (azul) obtenidas con el modelo teórico dado por la ec.(2.1). Tomado de [2]. B) Curva de energía para $N=170$. Se ve la proyección de la energía base de la fase austenita y su intersección con la energía de la fase martensita, hallando un A_0 muy cercano al crítico. C) Curvas de transformación y energía (área gris en B) para cada velocidad. Se observa un corrimiento de la transformación en su A_F , corroborado con la curva de energía.

El comportamiento cualitativo de las curvas de transformación y energía a distintas velocidades fue el mismo en cada red, por lo que sólo se presentan las curvas para $N=170$ (Fig. 3.1C). El efecto del tamaño de red y diferencias en la retransformación se discutirán más adelante en esta sección.

En los tres sistemas estudiados, A_S no muestra dependencia con la velocidad, a diferencia de A_F . Para ambas gráficas en la Fig. 3.1C es evidente el final de la transformación A_F por el hecho de trabajar con una red finita. Se puede ver que al ser más rápido el cambio en A_0 , el sistema pierde comodidad en la transformación y su energía aumenta (curva azul); cuanto menor sea ΔA_0 , el sistema tiende a llevar un proceso cuasi-estático, con el mínimo de energía para cada punto, como se vería al seguir del azul al rojo y extrapolar. De ser infinitamente lento, el sistema parece comportarse como lo calculado con el modelo teórico en Fig. 3.1A. Antes del valor crítico de A_0 , el mínimo de energía se encuentra con la estructura martensítica (a y b diferentes) y tiene una pendiente pronunciada. Después de este valor, al transformar, la curva de menor energía de la austenita (triangular) se suaviza. La Fig. 3.1B muestra claramente la transformación, y al proyectar la energía en valores altos de A_0 , en la intersección con la energía de la martensita se halla un valor cercano a A_0^C .

En general, se observó que entre mayor la velocidad de cambio de A_0 , mayor el corrimiento de la curva de transformación hacia la derecha como se ve en gráfico superior de la Fig. 3.1C donde Φ_A es la fracción del sistema en fase austenítica. Este comportamiento fue el observado anteriormente en sistemas con $N=200$, tanto en martensitas monovariantes como polivariantes. En este sistema, se utilizaron valores de $\Delta A_0=1; 5; 10; 25$. Con los resultados obtenidos en este trabajo, se muestra que el comportamiento se mantiene para transformaciones con velocidades menores, siendo aún así bastante claro el corrimiento. De esta manera se corroboran las simulaciones realizadas previamente en martensitas bidimensionales monovariantes, incluso con diferentes tamaños de red.

Como parámetro de comparación entre velocidades, se midió el ancho de la transformación a través de la diferencia entre A_F y A_S . Los resultados en función de la velocidad para cada tamaño se muestran en la Fig. 3.2. En general se puede ver que a mayor tamaño más ancha la transformación, lo cual se discutirá más adelante con la Fig. 3.3. Para los sistemas más pequeños, hay una convergencia aparente de las curvas verde y naranja al tender ΔA_0 a cero, o sea, haciendo la transformación infinitamente lenta (curva punteada II). En este caso, la diferencia de temperaturas no tiende a cero, de modo que aún pasando por cada estado estable del sistema, no hay una transformación abrupta al llegar a cierto A_0 , sino

que las curvas tienen intrínsecamente un ancho asociado. La proyección sobre el eje y de las curvas da el valor asintótico del ancho que tendría el ciclo de histéresis para velocidades infinitamente lentas. Un valor finito de esta intersección comprobaría que los sistemas con TM presentan una histéresis propia de la transformación. En el caso de la curva morada, los datos no fueron suficientes, pero cabe preguntarse si llevaría a un comportamiento similar (curva punteada I), el porqué y las implicaciones de ello; estudio que no se incluye en este trabajo.

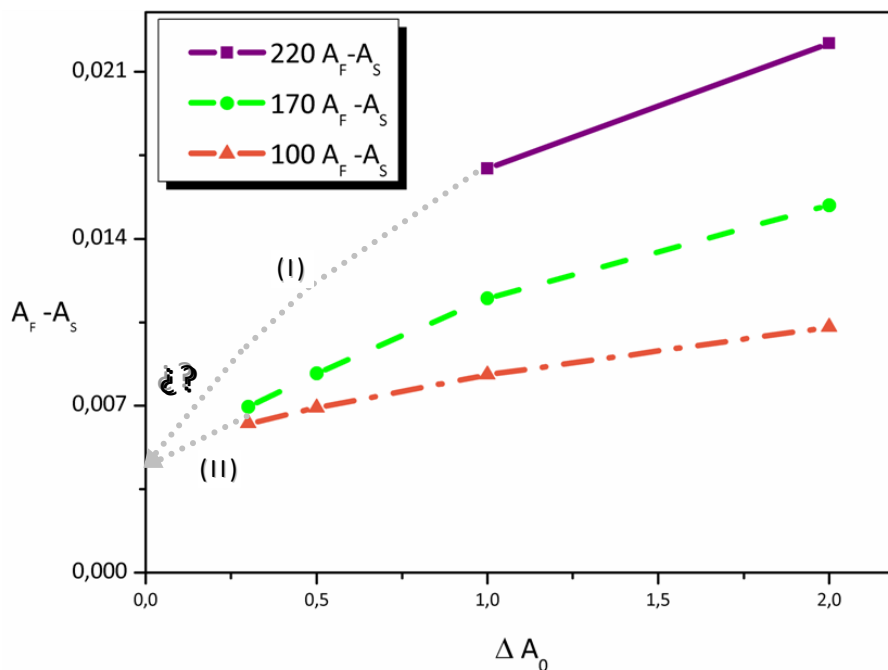


Figura 3.2. Parámetro comparativo $A_F - A_S$ en función de la velocidad de cambio de A_0 para cada tamaño. Para cada red, se tomó un solo A_S en todas las velocidades.

Al comparar la retransformación en las redes para una misma velocidad, se encuentra también que no hay diferencias significativas en cuanto a A_S , pero sí hay un corrimiento notable de la curva de transformación a la derecha al aumentar N , como se observa en la Fig. 3.3 y se corroboró en el párrafo anterior. Las curvas se ajustaron a cero al sistema inicial. La transformación es un fenómeno colectivo, pero en este modelo, está regido por una interacción entre pares de vecinos hasta segunda o tercera distancia. De ahí que aunque tenga puntos de nucleación originándose en la asimetría de los bordes (como se ve en la Fig. 2.3), para sistemas de mayor N_p , la reacción o interacción lleve más tiempo como se observa en la Fig. 3.4. El tiempo de la transformación fue estimado usando: $\text{Tiempo} = ((A_F - A_S) / \Delta A_0) * 0,01$, y ajustando a una escala cómoda para observaciones cualitativas.

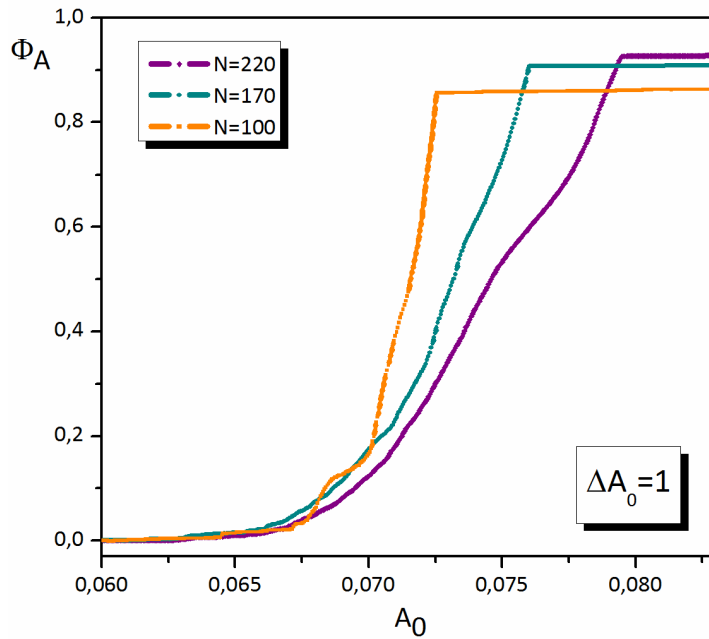
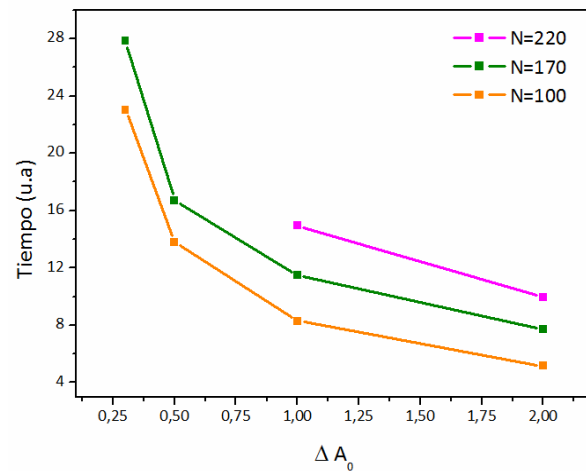


Figura 3.3. Curvas de transformación para cada tamaño con $\Delta A_0=1 \times 10^{-9}$. Las curvas se ajustaron a un valor de cero en su A_S ; la diferencia entre la parte plana y la unidad refleja el efecto del contorno abierto.

Para una misma red, el tiempo que demora la retransformación también varía con la velocidad de calentamiento. Entre menor sea ΔA_0 , más demora el sistema en transformar a su fase austenita, como se aprecia en la Fig. 3.4. Se puede ver que la relación es más suave para transformaciones con velocidades de calentamiento mayor, donde la retransformación dura menos, y que esta relación inversa en velocidades parece mantenerse para los tres diferentes tamaños.

Figura 3.4. Curvas de transformación para cada tamaño con $\Delta A_0=1 \times 10^{-9}$. Las curvas se ajustaron a un valor de cero en su A_S ; la diferencia entre la parte plana y la unidad refleja el efecto del contorno abierto.



Otro detalle es el efecto del contorno abierto en los bordes. Como se explicó anteriormente, la asimetría en estos puntos de la red lleva a la restructuración de los bordes, de modo que se pierde cierta fracción de red austenita y la transformación no llega a la unidad. Entre mayor la red, mayor la contribución del bulk respecto al total. Este efecto se refleja en la Fig. 3.3.

3. 2. Resultados experimentales

3.2.1 Evaluación de las muestras

Para evaluar la estructura de la martensita monovariante se realizó un pulido más fino en una de las muestras y se observó en el microscopio óptico con un polarizador para identificar superficialmente cambios estructurales propios de diferentes placas o variantes de martensita. La foto en la Fig. 3.5 evidencia lo grueso del pulido, sin embargo no son evidentes placas como las que se ven en la Fig. 1.1, o en la Fig. 3.6. que muestran las diferentes orientaciones (variantes) de la fase martensítica. La muestra mantuvo su forma elíptica, lo que confirmó su fase martensítica.

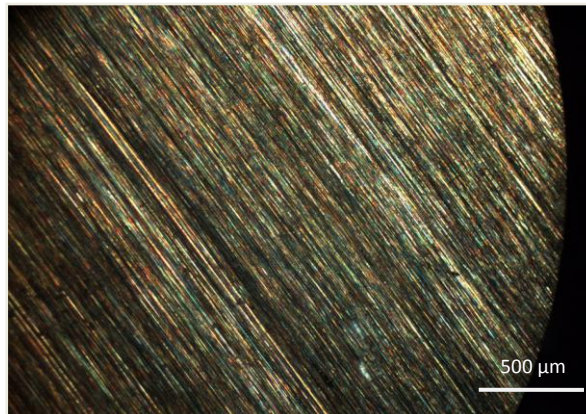


Figura 3.5. Muestra de martensita monovariante con pulido fino de 15 μ m vista en el microscopio óptico con polarizador. Superficialmente no se ve evidencia de más de una variante estructural.

Una vez realizadas las experiencias en el calorímetro, se corroboró con microscopía óptica las transiciones térmicas del cristal en una de las muestras después de pulirla químicamente. Con un polarizador se observaron diferentes estructuras superficiales al colocarla sobre una placa enfriada con nitrógeno líquido, como se aprecia en la primera fotografía a la izquierda en la Fig. 3.6. La secuencia muestra la retransformación térmica de una martensita polivariante al colocarse bajo el microscopio, a temperatura ambiente. Las variantes martensíticas son claramente identificables con respecto a la austenita, por el color y porque desaparecen al calentarse. La diferencia de color viene de la diferencia estructural, por eso las placas de distintas variantes también son distinguibles, ya que por la orientación de la estructura superficial la luz se refleja de diferente manera.

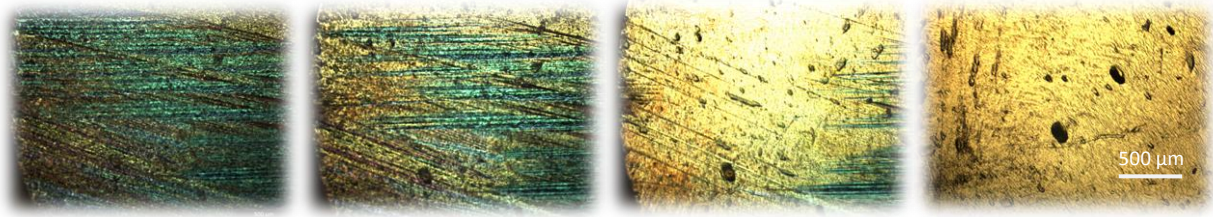


Figura 3.6. Retransformación térmica de una muestra pulida químicamente vista con el microscopio óptico. La secuencia retrata temporalmente la transformación al calentarse la muestra a temperatura ambiente después de ser enfriada. En amarillo se observa la estructura austenita (última a la derecha). Los tonos azules, verdes y morados son las diferentes variantes martensíticas.

3.2.2 Ensayos de calorimetría

Una vez realizados todos los ensayos, se integraron punto a punto los picos netos y se normalizaron, para encontrar la fracción de fase austenita Φ_A . Las curvas de retransformación obtenidas para algunas de las velocidades medidas se muestran en la Fig. 3.7. Se utilizaron las velocidades de las rampas calculadas con los datos obtenidos, ya que para altas velocidades (100 y 200 °C/min) había variación considerable entre lo programado en el calorímetro y la pendiente real. Dos curvas correspondientes a las velocidades menores, 1°C/min y 2°C/min, no fueron consistentes con las otras curvas; no se incluyeron en el gráfico para tener más claridad con el resto de resultados. Para algunas de las curvas, como la roja o naranja, no se observa un inicio claro de la transformación, pues el pico ocurría en valores cercanos al inicio de la rampa, ~30°C, y se pudo cortar parte de la transformación. Para futuros estudios se necesitaría iniciar la rampa en una temperatura menor, para asegurarse observar un pico definido.

En general, se observa un corrimiento de la curva de retransformación al variar la velocidad de calentamiento, que al igual que con las simulaciones, se debe principalmente al aumento de A_F al aumentar la velocidad. El grado de esa variación en el rango de velocidades estudiado, se midió a través de la diferencia de temperatura ΔT a la mitad $\Phi_A=0,5$ y al final de la transformación como se muestra en la Fig. 3.7. Una diferencia de 90°C deja claro que sí se observa un corrimiento real de la curva, aún cuando no sea evidente la causa de este cambio. Como se puede ver no se debe a un desplazamiento total de la curva, el A_S parece mantenerse dentro de cierto rango y el ΔT al medio es menor que al final. El cambio refleja más un ensanchamiento de la curva, que probablemente se traduzca a un aumento de la histéresis ciclo térmico de transformación.

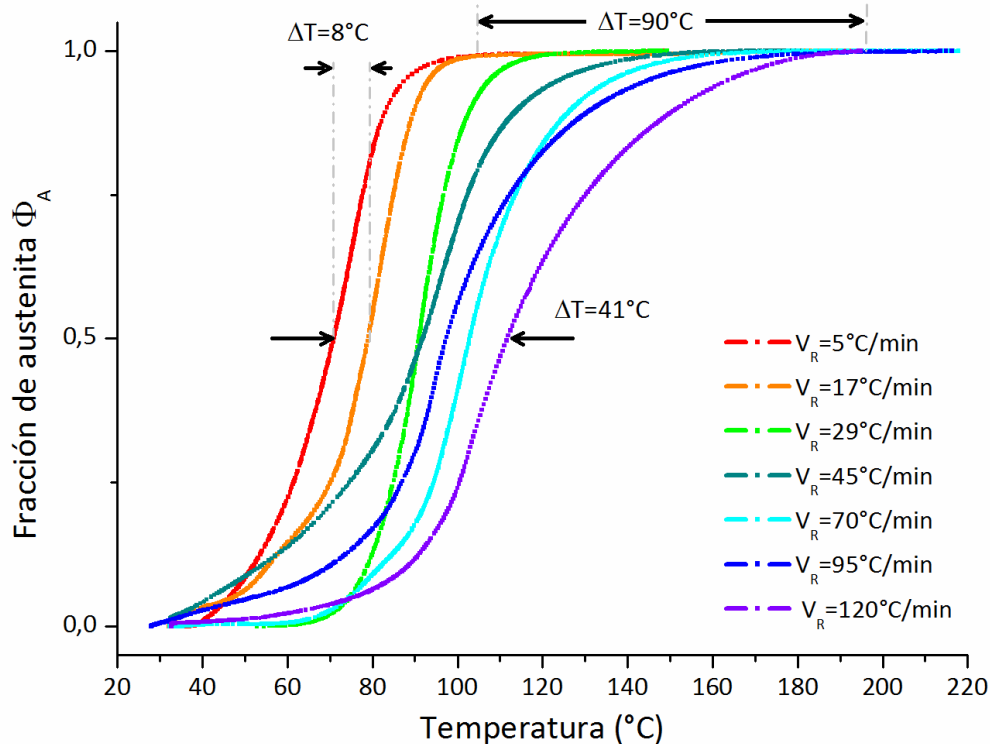


Figura 3.7. Curvas de retransformación experimentales para cada velocidad de calentamiento. El valor de velocidad indicado es la pendiente de la recta de temperatura en el tiempo medida. Se ve un corrimiento de la curva de transformación a la derecha al aumentar la velocidad de calentamiento, a través de A_F (se indica ΔT leído gráficamente). Se muestra también la diferencia a la mitad de transformación $\Phi_A=0,5$ entre las menores velocidades y entre los valores extremos.

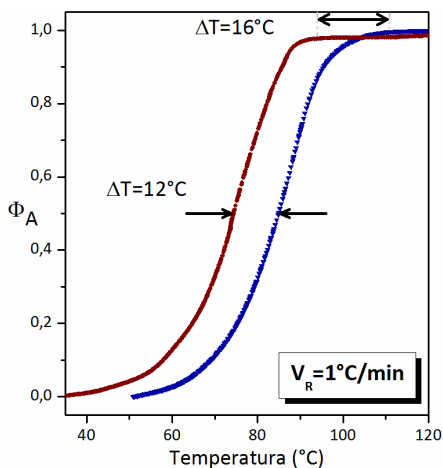


Figura 3.8. Curvas de transformación para las dos muestras medidas a $V_R=1^\circ\text{C}/\text{min}$. Se indican el corrimiento en temperatura a la mitad de la transformación $\Phi_A=0,5$, y al final de la transformación. Se ven diferencias entre las curvas y un ΔT considerable, pero no comparable con el mayor corrimiento en la Fig. 3.7.

En el caso experimental, cada muestra permitía una sola medición, lo que induce una incertidumbre o error asociado a la particularidad de las muestras. Para tener mejor idea de ese error, se repitieron algunas de las velocidades. Sin embargo, por errores en la calorimetría como rampas incompletas (no se observó la retransformación completa), se tienen dos mediciones sólo para $V_R=1^\circ\text{C}$. Aunque no se presentaron estos resultados en la Fig. 3.7., igual da una primera idea de la imprecisión del método experimental para observar la transformación. Las dos curvas se presentan en la Fig. 3.8. La diferencia o incertidumbre se evaluó a través del ΔT entre ellas, a la mitad y al final de la transformación. Parece haber un desplazamiento total de la curva, más que sólo un corrimiento al final, que al comparar con la Fig. 3.7, se ve que es mucho menor que

el corrimiento de A_F para las velocidades extremas, tanto a la mitad como al final de la curva. Los ejes horizontales para ambas gráficas tienen la misma escala, por lo que ya visualmente se ve que, en general, para cualquier velocidad se supera la distancia en la Fig. 3.8, excepto para las primeras dos. Si se basa una primera aproximación de error en la Fig. 3.8, al comparar las diferencias numéricas se encuentra que hay una incertidumbre de 28% en el medio y de 17% en el A_F , lo cual ya es pequeño, pero aún considerable.

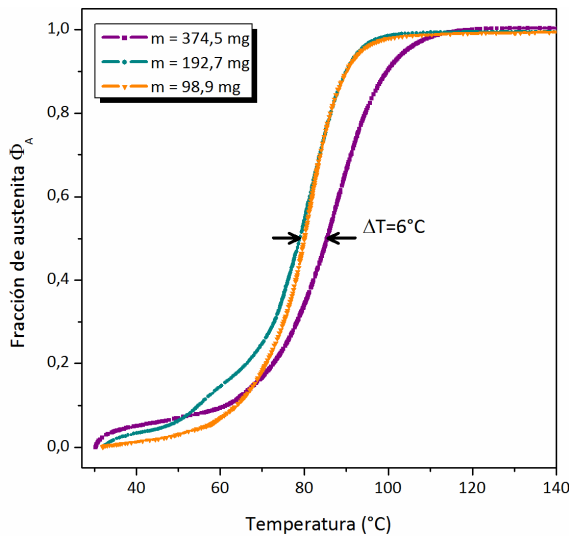


Figura 3.9. Curvas de transformación para las muestras con diferentes espesores, a una misma velocidad $V_R = 17^\circ\text{C}/\text{min}$. Se caracterizan las muestras por su masa, y las variaciones por el cambio de temperatura a la mitad de la transformación. La mayor diferencia está en la muestra más grande que también tiene la mayor diferencia en masa.

Los cambios observados en muestras de distinto espesor se muestran en la Fig. 3.9. Se buscó estudiar muestras cuyo espesor variara en un factor de dos respecto a las muestras usadas en los otros ensayos, sin embargo, las variaciones en masa tuvieron relaciones más acordes con las diferencias en las curvas de transformación. Se observa que para las muestras más delgadas, prácticamente no hay diferencia en la retransformación más que al inicio. Es difícil saber con certeza si se debe al método con que se calculó la curva a partir de los datos de calorimetría, o si hay algún efecto real, pues el cambio es mínimo. Para la muestra más grande, sí hay un corrimiento visible, pero el ΔT sigue siendo muy pequeño, de acuerdo con la discusión anterior. Aunque la velocidad V_R fue relativamente baja, pueden existir diferencias por transferencia de calor, dado el tipo de ensayo experimental, tanto en estas muestras como para todas las demás. A mayores velocidades serían más apreciables.

4. Conclusiones

Tanto en los experimentos como en las tres redes numéricas, se observó un cambio en la curva de retransformación de las martensitas monovariantes, en función de la velocidad de calentamiento. Al igual que lo observado en las simulaciones preliminares, no ocurre un desplazamiento total de la curva (A_S se mantiene en un rango muy pequeño de temperaturas, respecto al rango total de la transformación), sino que se observa un ensanchamiento de la curva. La temperatura en que finaliza la retransformación, A_F , aumenta al incrementar dicha velocidad. Esto deviene en un aumento en la histéresis del ciclo, ya observado anteriormente con las simulaciones y apoyado ahora por los resultados experimentales.

Con el estudio numérico se confirmó el patrón de variación de la curva de retransformación obtenido anteriormente con velocidades de cambio mayores. Con los resultados obtenidos para martensitas monovariantes a bajas velocidades de cambio, se verificó la existencia de una histéresis intrínseca ya antes observada en martensitas polivariantes.

En ambos casos se observan diferencias en la transformación al variar el tamaño del sistema. En el caso numérico las variaciones son más claras, y el efecto de una red finita se hace más evidente. Para los ensayos numéricos no se pudo determinar con certeza una relación entre variaciones de la curva y tamaño de la muestra, aunque se podrían considerar efectos de transferencia de calor, especialmente a mayores velocidades de cambio. En este punto, el estudio numérico y experimental no son necesariamente comparables. En general, el estudio total sirvió para evaluar tanto resultados del modelo teórico, como el estudio experimental. Los ensayos de calorimetría sirvieron como punto de partida para mejorar el método experimental, basados en los resultados numéricos ya aquí corroborados.

Agradecimientos

A Fabiana Laguna y a Pierre Arneodo por la disposición y paciencia que tuvieron para orientarme en este proyecto. Aprendí demasiado con ustedes; más allá del trabajo, fueron punto de motivación en varios aspectos. A Carlos Gómez y Matías Isla por la ayuda en la fabricación de las muestras, y al grupo de Física de Metales por facilitar las instalaciones. A la organización de las Becas de Verano, porque sin ustedes no existirían oportunidades tan excelentes como esta, y porque hicieron de la experiencia algo realmente memorable.

5. Referencias

- [1] Ahlers, M. (1991). *Materiales con memoria de forma*. Ciencia Hoy. Vol. 2, nº 12.
- [2] Laguna, M.F., Jagla, E.A., (2009). *Classical isotropic two body potentials generating martensitic transformations*. J. Stat. Mech. P09002.
- [3] Haile, J.M. (1992). *Molecular Dynamics Simulation: Elementary Methods*. Wiley, New York, USA.
- [4] Arneodo-Larochette, P. (2003). *“Efectos de la difusión en cristales martensíticos de Cu-Zn-Al”*. Tesis Doctoral. Instituto Balseiro, Universidad de Cuyo.



Instituto
Balseiro

Informe final correspondiente al
Programa de Becas de Verano 2012

Becario: Giana, Fabián E.
Estudiante de Ingeniería Química
Universidad Tecnológica Nacional
Facultad Regional Resistencia

Temas: Sonoluminiscencia
Técnica ECIS para el análisis del
comportamiento celular

Índice

1. INTRODUCCIÓN	1
2. DESARROLLO Y CONCLUSIONES	1
2.1. TRABAJOS PRINCIPALES	1
2.1.1. <i>Análisis del comportamiento celular empleando la técnica ECIS</i>	1
2.1.1.1. Introducción.....	1
2.1.1.2. Materiales y métodos.....	3
2.1.1.2.1. Influencia de la presencia de cenizas volcánicas sobre células humanas.....	6
2.1.1.2.2. Respuesta eléctrica de células MDCK empleando la técnica ECIS.....	7
2.1.1.3. Resultados y conclusiones	7
2.1.2. <i>Dinámica de una burbuja sonoluminiscente en H₂SO₄ deuterado</i>	8
2.1.2.1. Introducción.....	8
2.1.2.2. Materiales y métodos.....	8
2.1.2.3. Resultados	14
2.1.2.4. Conclusiones.....	15
2.2. TRABAJOS SECUNDARIOS	16
2.2.1. <i>Ruido en las mediciones</i>	16
2.2.2. <i>Concentración de una solución de H₃PO₄</i>	18
2.2.3. <i>Preparación de una solución de H₂SO₄ en agua pesada</i>	20
Referencias	21

1. Introducción

En el marco correspondiente al programa de Becas de Verano 2012 del Instituto Balseiro, se realizó una práctica de un mes de duración en el Laboratorio de Cavitación y Biotecnología, bajo la supervisión del Dr. Fabián Bonetto y la Dra. Mariela Bellotti.

El equipo de trabajo se compone actualmente de tres doctores y tres becarios que se encuentran realizando su tesis doctoral. Las temáticas más abordadas en el presente son la sonoluminiscencia (en la parte de cavitación) y la técnica ECIS (en la parte de biotecnología).

2. Desarrollo

Si bien el tema escogido para realizar la práctica fue “Sonoluminiscencia”, en el transcurso de la misma se realizaron diferentes trabajos relacionados con las actividades principales que se desarrollan tanto en el laboratorio de Cavitación como en el de Biotecnología. Los temas principales tratados fueron la sonoluminiscencia por cavitación y el empleo de la técnica ECIS para analizar el comportamiento de sistemas celulares.

2.1. Trabajos principales

2.1.1. Análisis del comportamiento celular empleando la técnica ECIS

2.1.1.1. Introducción

La técnica ECIS (“*Electric Cell-substrate Impedance Sensing*”) permite evaluar de modo no invasivo las propiedades morfológicas y funcionales de un sistema celular. La misma fue desarrollada originalmente por Giaever y Keese [1] y está basada en el crecimiento de células adherentes en un sustrato biocompatible colocado sobre microelectrodos de oro, los cuales se emplean para realizar mediciones eléctricas. Mientras las células se adhieren al electrodo y se extienden sobre el mismo, la impedancia del sistema cambia. La forma en que este cambio se produce provee información acerca de las características morfológicas de las células, así como del desarrollo de conexiones entre células adyacentes y la fuerza de adhesión al sustrato.

La técnica es muy versátil, y ha sido aplicada en diversos estudios, entre los que se destacan: el monitoreo de la adhesión y extensión de las células en tiempo real y la afinidad que las mismas presentan ante diferentes medios de cultivo; la evaluación cuantitativa de los efectos dañinos producidos por determinadas sustancias en una gran variedad de células

cultivadas *in vitro*; la valoración de cambios estructurales asociados a diferentes procesos celulares en presencia de sustancias específicas; el monitoreo del proceso metastásico que ocurre cuando diferentes células metastásicas invaden un cultivo de células endoteliales; la destrucción celular causada por impulsos eléctricos y el posterior estudio del fenómeno de migración y cicatrización asociado, etc.

El procedimiento consiste en romper primeramente los enlaces intercelulares por medio de la enzima tripsina, para luego cultivar las células y dejar que se regeneren esos enlaces. Una vez rotos los enlaces, las células que se introducen en el medio de cultivo poseen una forma determinada (esférica en el caso de las células IOBA NHC). Al ser cultivadas, tienden a regenerar sus enlaces, formando una monocapa celular plana que se extiende sobre la superficie del electrodo (confluencia). La formación de esta monocapa reduce significativamente el área disponible para la conducción eléctrica, por lo que el valor resistivo de la impedancia del sistema aumenta. Si en un cultivo celular de este tipo se observa un aumento en la conductividad eléctrica, puede interpretarse este efecto como un cambio a nivel celular que induce la disminución de la adherencia entre células. Al ser la técnica no invasiva (se emplean corrientes y voltajes muy bajos), estos cambios deben ser debidos a factores externos al sistema de medición. Es ahí donde radica la potencial utilidad de la técnica ECIS para detectar anomalías a nivel celular.

Sin embargo, el análisis de los datos obtenidos requiere la formulación de un modelo que relacione la respuesta eléctrica del sistema con las propiedades de las células. El modelo empleado en este trabajo es el propuesto por Urdapilleta, Bellotti y Bonetto [2], conocido como “modelo del campo medio”, que explica el comportamiento macroscópico del sistema a partir del comportamiento individual de las células y de sus interacciones en la monocapa que cubre al electrodo. Según este modelo, la monocapa presenta propiedades eléctricas medias definidas (debido a la distribución particular de las células), que se determinan a partir de la medición de su impedancia específica.

La corriente que circula a través del electrodo sigue dos caminos diferentes: uno radial (hacia la periferia del electrodo) y otro axial (a través de la capa celular). Finalmente, toda la corriente cruza la capa celular (Figura 1).

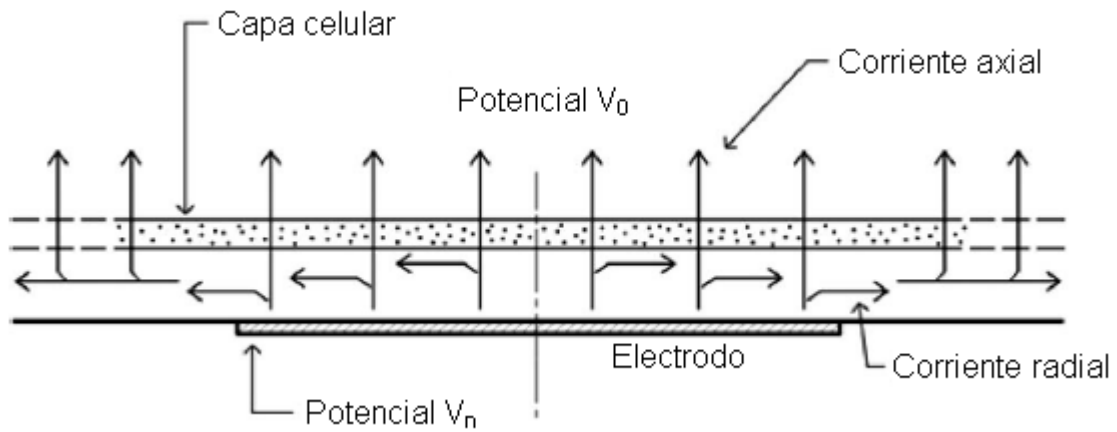


Figura 1. Distribución de la corriente eléctrica en el sistema

Este modelo establece que el sistema se comporta como un circuito RC serie. De esta forma, la impedancia del mismo se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{Z_{cells}} = \frac{1}{R_{cells}} + i2\pi f \cdot C_{cells}$$

2.1.1.2. Materiales y métodos

Para las mediciones de impedancia se utilizaron los mismos equipos que en [2]. En la figura 2 se esquematiza el dispositivo empleado:

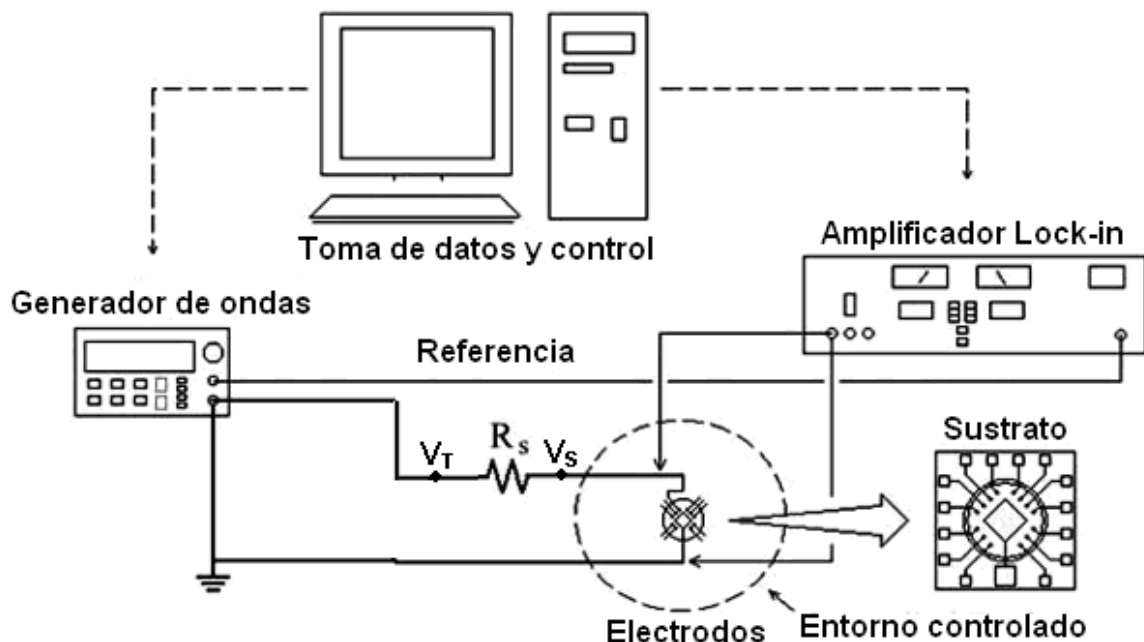


Figura 2. Sistema de medición empleado. El circuito fue alimentado con un voltaje de 100 mV, y la resistencia R_1 tenía un valor de 1 M Ω .

La corriente que circulaba por el circuito es:

$$I = \frac{V_T - V_S}{R_s} = 0.1 \mu A$$

El sustrato (sistema de electrodos) empleado fue diseñado y construido por personal del laboratorio, y se muestra en la Figura 3.

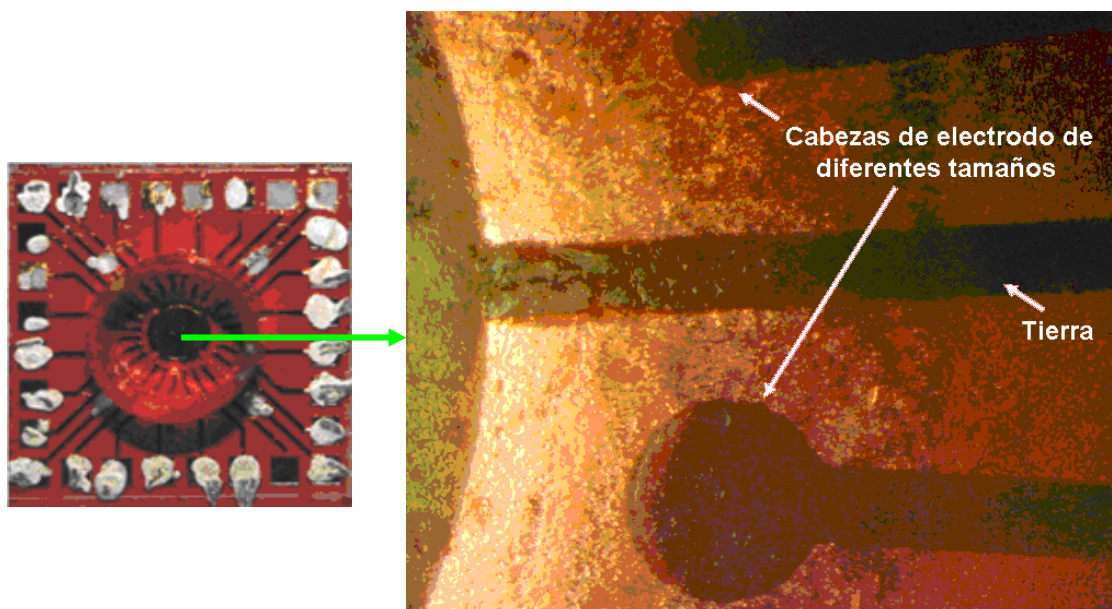


Figura 3. Sustrato utilizado en la medición de impedancia. La fotografía de la derecha es una ampliación de la zona central del sustrato, que se encuentra rodeada por una pequeña placa de Petri donde se colocan las muestras. Se observan los terminales de los electrodos mayor (500 μm) y menor (30 μm), así como una de las líneas de descarga a tierra.

El procedimiento para obtener este sustrato se detalla a continuación [3]:

- 1) Fabricación de sustratos cuadrados de vidrio de 25 mm de lado.
- 2) Limpieza de los sustratos con un limpiador ultrasónico, primero en acetona, luego con alcohol isopropílico y finalmente con agua deionizada, en todos los casos durante 1 minuto.
- 3) Secado de los sustratos con una pistola de aire filtrado.
- 4) Limpieza final de los mismos empleando un plasma de oxígeno a potencia nominal durante 2 minutos. Se deja entonces enfriar el material.
- 5) Deposición de material fotoresistente ("fotoresist") sobre el vidrio, hasta alcanzar un espesor de unos 5 μm .
- 6) Confección de una máscara de los patrones deseados empleando un software (Corel Draw). Dicha máscara se coloca sobre la superficie de los sustratos y luego se irradia con UV. Las zonas expuestas a la radiación son disueltas y desaparecen.

- 7) Deposición de una capa de oro de 50 nm sobre el electrodo, empleando la técnica de *sputtering*.
- 8) Remoción del oro que está depositado sobre el fotoresist, empleando acetona. El oro que se encuentra sobre el vidrio permanece intacto, formando parte del electrodo definitivo.
- 9) Limpieza de los electrodos aplicando plasma de oxígeno durante 2 minutos, con el objeto de mejorar su hidrofilia y eliminar los contaminantes orgánicos residuales.

Se utilizaron 23 electrodos de tamaños diferentes (entre 30 y 500 μm). Los mismos fueron conectados mediante un cable IDE a una bornera, para poder luego ser conectados al generador de ondas. El control y la toma de datos del experimento se llevaron a cabo con un software programado en Quick Basic por personal del laboratorio.

El procedimiento se detalla a continuación para el caso del sustrato con el medio de cultivo (“electrodo desnudo”):

- 1) Recubrimiento manual de los diferentes pads externos de los microelectrodos con pintura de plata (para asegurar la conducción eléctrica entre ellos y el sistema de medición externo).
- 2) Colocación del medio de cultivo en la placa de Petri.
- 3) Reposo del medio de cultivo en una incubadora de ambiente húmedo con control automático de temperatura, mantenida a 37° C durante 12 hs.
- 4) Conexión del generador de ondas a la bornera, en el slot correspondiente al electrodo deseado.
- 5) Generación de un archivo con el software.
- 6) Realización del barrido de frecuencias y registro de datos (amplitud y fase) en la PC, utilizando el Lock-in.

Todas las mediciones se realizaron utilizando 17 frecuencias diferentes (entre 10 y 50000 Hz). Una vez finalizado el barrido en frecuencias, el archivo se guarda automáticamente y puede comenzarse una nueva medición. Para ello, se repiten los pasos del 3 al 6, cambiando el slot de la bornera según el microelectrodo que se desee utilizar. Si bien el orden relativo de los electrodos en las mediciones no es relevante, es útil mantener un orden creciente de tamaños, de forma tal de poder detectar errores observando el valor de la amplitud registrado por el Lock-in para la primera frecuencia del barrido. En efecto, los electrodos de mayor diámetro poseen mayor área

superficial y, por lo tanto, menor resistencia. Esto implica que la amplitud (caída de potencial) registrada para una frecuencia determinada debe disminuir a medida que aumenta el diámetro del electrodo.

Una vez registrados los datos correspondientes a todos los electrodos y al sistema sin electrodos ("medición total"), se procedió al análisis de los mismos utilizando un script programado con el software MatLab. El mismo compara cada una de las mediciones con los valores correspondientes a la medición total, de forma tal de subsanar los errores que implican tanto la variabilidad propia de los instrumentos utilizados, como la suposición de que la corriente circulante es igual para todas las mediciones.

La técnica ECIS fue aplicada en dos experimentos diferentes. El primero de ellos consistió en el análisis de la influencia de cenizas volcánicas sobre células de conjuntiva humana (IOBA NHC) y el segundo en el estudio de la respuesta eléctrica de células de riñón canino (MDCK). La metodología empleada en cada caso fue similar, aunque los objetivos fueron muy diferentes. A continuación se describen los detalles de cada experimento de forma separada.

2.1.1.2.1. Influencia de la presencia de cenizas volcánicas sobre células humanas

Se analizó la variación con la frecuencia, de la resistencia y capacidad equivalentes de un sistema formado por células humanas suspendidas en un medio de cultivo que contenía una concentración determinada de cenizas volcánicas, con respecto al mismo sistema pero en ausencia de cenizas. Luego se realizó el mismo experimento pero variando la concentración de cenizas. El objetivo de este experimento fue determinar si las cenizas volcánicas producen modificaciones en el comportamiento celular.

Se emplearon para este análisis células de córnea humana IOBA NHC, de procedencia española. Estas células fueron cultivadas en incubadora a 37° C, en una atmósfera con 5% de CO₂ y a presión atmosférica. El medio de cultivo empleado fue el DMEM F-12 suplementado con un 10% de suero fetal bovino, 1% de una solución antibiótica – antimicótica (penicilina, streptomycin, anfotericina, fungizona), 2ng/ml EGF (Gibco, Rockville, MD) y 5 µg/ml de hidrocortisona (Richet, Buenos Aires, Argentina). El medio de cultivo fue cambiado aproximadamente tres veces a la semana, y la suspensión celular fue preparada usando los protocolos habituales de tripsinación (0,05% p/v tripsina en 0,53 mM EDTA líquido).

Se utilizaron cenizas provenientes de las emisiones del volcán Puyehue (perteneciente al cordón Caulle), cuyo tamaño medio era 63 μm . Se tomaron en primer lugar mediciones con el electrodo desnudo (sólo el medio de cultivo presente). Luego se analizó el electrodo con diferentes concentraciones de cenizas (1, 4 y 8 mg/l). Finalmente, se realizaron mediciones para los sistemas medio/células y medio/células/cenizas.

2.1.1.2.2. *Respuesta eléctrica de células MDCK empleando la técnica ECIS*

Las células MDCK (Madin Darby Canine Kidney) fueron obtenidas del Banco Argentino de Células y cultivadas a 37° C en una incubadora con atmósfera húmeda y conteniendo 5% de CO₂. Se utilizó un medio de cultivo DMEM F-12 suplementado con un 10% de suero fetal bovino, 1% de una solución antibiótica – antimicótica (penicilina, streptomina, anfotericina, fungizona) y 1% de HEPES. La frecuencia de renovación del medio y el protocolo de triplicación fueron análogos a los empleados en 2.1.1.2.1.

Al igual que en el experimento anterior, se analizó la variación de la resistencia y la capacidad equivalentes del sistema células/medio para el caso de células sanas, y luego se midió la variación temporal de estas variables tras provocar la destrucción parcial del sistema celular empleando una corriente eléctrica*.

El objetivo de este experimento fue determinar con la técnica ECIS la velocidad de regeneración de células normales luego de ser dañadas con una corriente eléctrica, para luego poder compararlas con células cancerosas y, de esta forma, determinar si responden de manera diferente al método de medición, para poder emplearlo en el diagnóstico del cáncer.

2.1.1.3. Resultados y conclusiones

Debido a la variedad de tareas emprendidas durante la práctica y a que se dispuso de relativamente poco tiempo para concretarlas, no fue posible realizar un análisis exhaustivo de los resultados obtenidos por los experimentos llevados a cabo aplicando la técnica ECIS. Sin embargo, se pueden consultar los mismos en la referencia [4].

* Por insuficiencia de tiempo, no se pudieron realizar las mediciones correspondientes a las células dañadas con corriente eléctrica.

2.1.2. Dinámica de una burbuja sonoluminiscente en H₂SO₄ deuterado

2.1.2.1. Introducción

Cuando una burbuja que se encuentra inmersa en un fluido se somete a la acción de un campo acústico, su radio cambia en función de la variación de presión generada por la onda estacionaria de sonido. Si el líquido se coloca dentro de un resonador excitado con una amplitud suficientemente grande, la magnitud de la variación del radio de la burbuja puede aumentar lo suficiente como para que se produzca un colapso violento durante el ciclo de compresión. Si esto ocurre, el gas contenido en la misma es comprimido en dos etapas, la primera de ellas isotérmica y la segunda adiabática. Durante la compresión adiabática su temperatura puede aumentar hasta por encima de los 50000 K, lo cual provoca su ionización completa y la consecuente formación de un plasma [5]. Este plasma puede emitir destellos de luz de muy corta duración (del orden de los picosegundos), cuyo espectro de emisión abarca todo el campo visible y ultravioleta cercano. Este fenómeno es conocido como *sonoluminiscencia*.

Las particulares propiedades de este fenómeno están siendo investigadas con el objeto de lograr su aplicación en diferentes áreas. Los pulsos de luz extremadamente cortos podrían ser empleados para calibrar sensores ultrarrápidos. Asimismo, la energía concentrada en el momento del colapso podría utilizarse para llevar a cabo reacciones químicas controladas a muy altas temperaturas y, en caso de poder concentrar aún más esta energía, para lograr la fusión nuclear. Otra ventaja radica en el relativamente bajo costo de los equipos necesarios para producir sonoluminiscencia, lo cual motiva aún más su investigación.

2.1.2.2. Materiales y métodos

Para la realización de este experimento se empleó una cámara acústica esférica (resonador), colocada sobre un soporte fijo en una mesa óptica, como se muestra en la Figura 4.

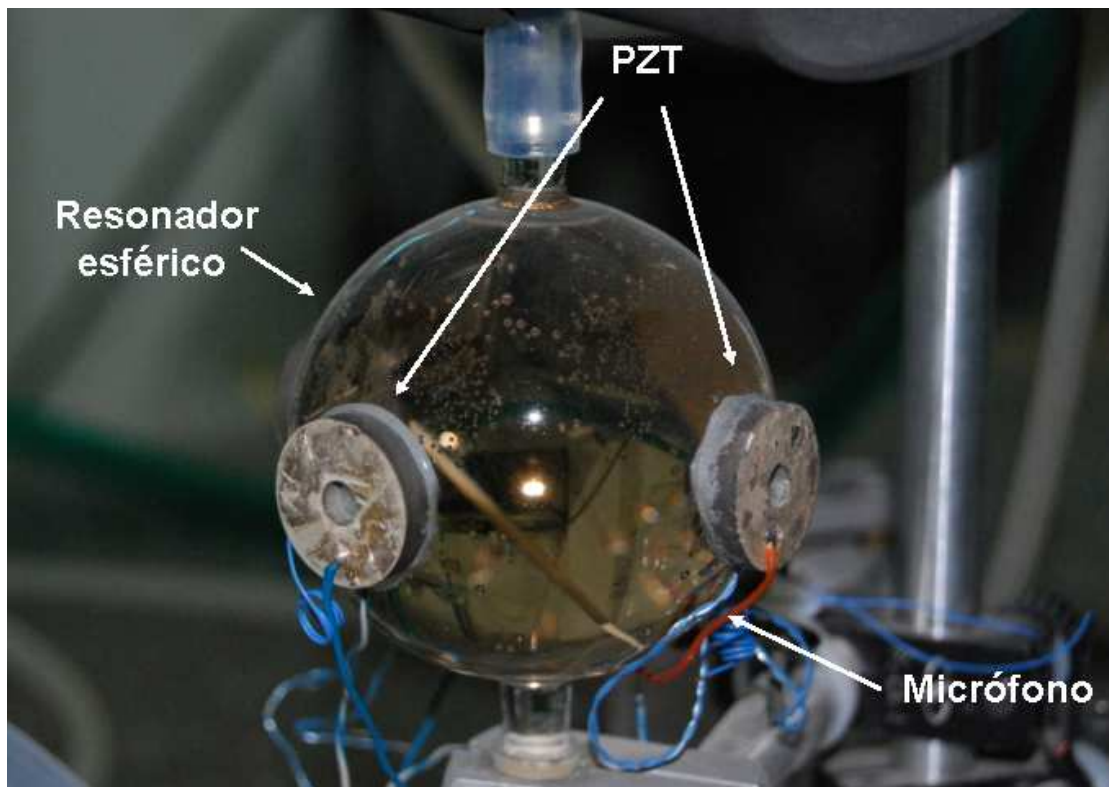


Figura 4. Cámara acústica esférica. Los PZT son excitados con una señal eléctrica sinusoidal, y de esta forma generan un campo acústico que induce un gradiente de presiones dentro del resonador.

Este resonador se fabricó en cuarzo (en el taller de vidrios del Instituto Balseiro) y medía aproximadamente 59 mm de diámetro. En su superficie se colocaron cuatro transductores piezoeléctricos (PZT) de geometría toroidal recta (adheridos sobre el ecuador) que sirven de excitadores, y un disco piezoeléctrico más pequeño que actúa como micrófono.

Un par de ductos permiten ingresar o quitar los fluidos (líquido y gas) del casquete esférico. El líquido dentro del resonador, además de servir de medio de propagación de la señal acústica, debe poseer propiedades específicas que permitan lograr un colapso suficientemente violento de la burbuja, de forma tal que se produzca el efecto sonoluminiscente. Se utilizó a estos fines una solución de ácido sulfúrico al 85% p/p en agua pesada, que fue preparada en el laboratorio (ver 2.2.3).

Una variable muy importante en la formación de burbujas estables es la concentración de gas disuelto. Si ésta es muy baja, la burbuja formada es inestable y difícil de posicionar dentro del resonador. Si en cambio el contenido gaseoso del sistema es muy elevado, se produce cavitación en múltiples puntos del seno del líquido, lo que da lugar a la formación de una gran cantidad de burbujas que se unen y colapsan en diferentes regiones dentro del resonador; esto es indeseado, puesto que se quiere analizar el comportamiento de una única burbuja sonoluminiscente ("single bubble

sonoluminiscence” o SBSL). Para controlar la cantidad de gas disuelta en el líquido, se empleó el dispositivo que se muestra en la Figura 5.

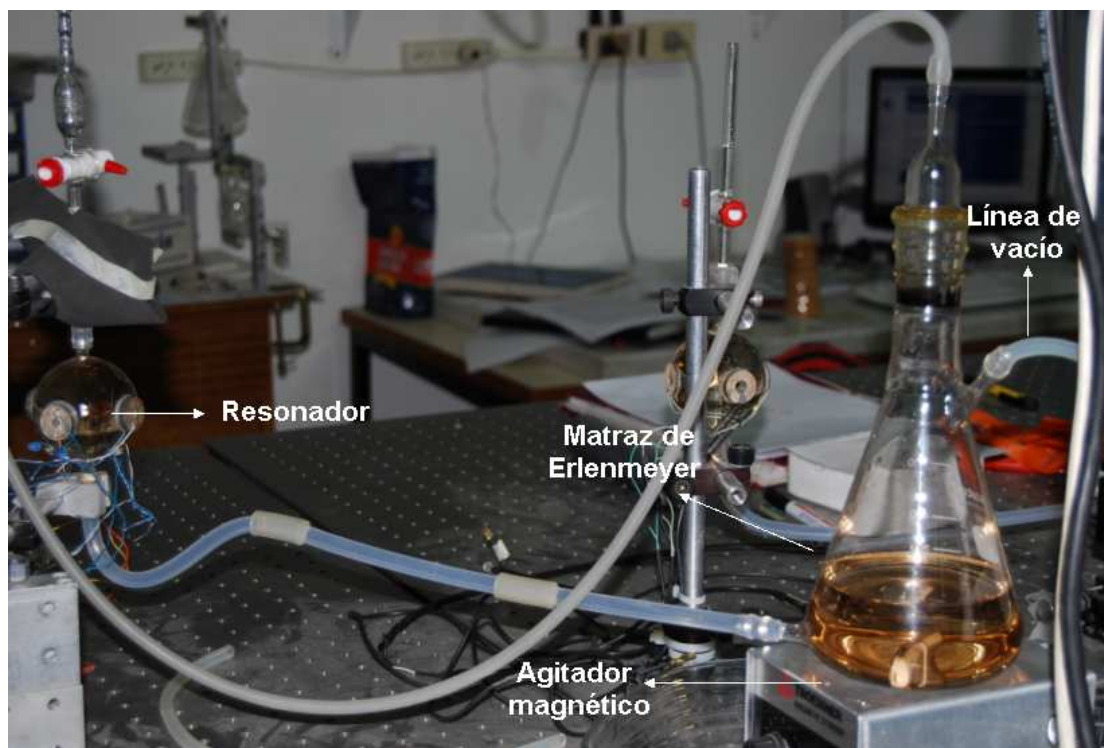


Figura 5. Para aumentar la concentración de gas, simplemente se enciende el agitador magnético; el gas contenido en el matraz se disuelve de esta forma muy rápidamente. Si en cambio se desea extraer gas del sistema, se abre la válvula que conecta el matraz a la bomba de vacío, y se enciende el agitador magnético para aumentar la velocidad de desorción.

En general, el proceso de desgasado resultó ser mucho más lento y controlado que el de absorción. Para lograr eliminar la mayor parte del gas disuelto, en ocasiones se necesitaron más de 18 horas de operación continua de la bomba de vacío, mientras que para disolver una cantidad adecuada se necesitaron menos de 60 minutos.

Para generar la burbuja, se empleó una técnica que se basa en el hecho de que el campo acústico generado por los PZT induce una disminución de la presión en el centro del resonador, llegando a estar por debajo de la presión de vapor del líquido. Esto genera el efecto de cavitación y la consecuente formación de burbujas.

La señal eléctrica que excita a los PZT se envía desde un generador de ondas programado en una placa FPGA (Figura 6), la cual a su vez es controlada con un software que fue diseñado por uno de ingenieros del laboratorio. La señal proveniente del generador de ondas es amplificada en primera instancia por un amplificador de carga capacitiva y luego por un amplificador de audio (Figura 7), para pasar finalmente por un circuito RLC

resonante serie (Figura 8), donde es amplificada hasta valores cercanos a los 1000 V.

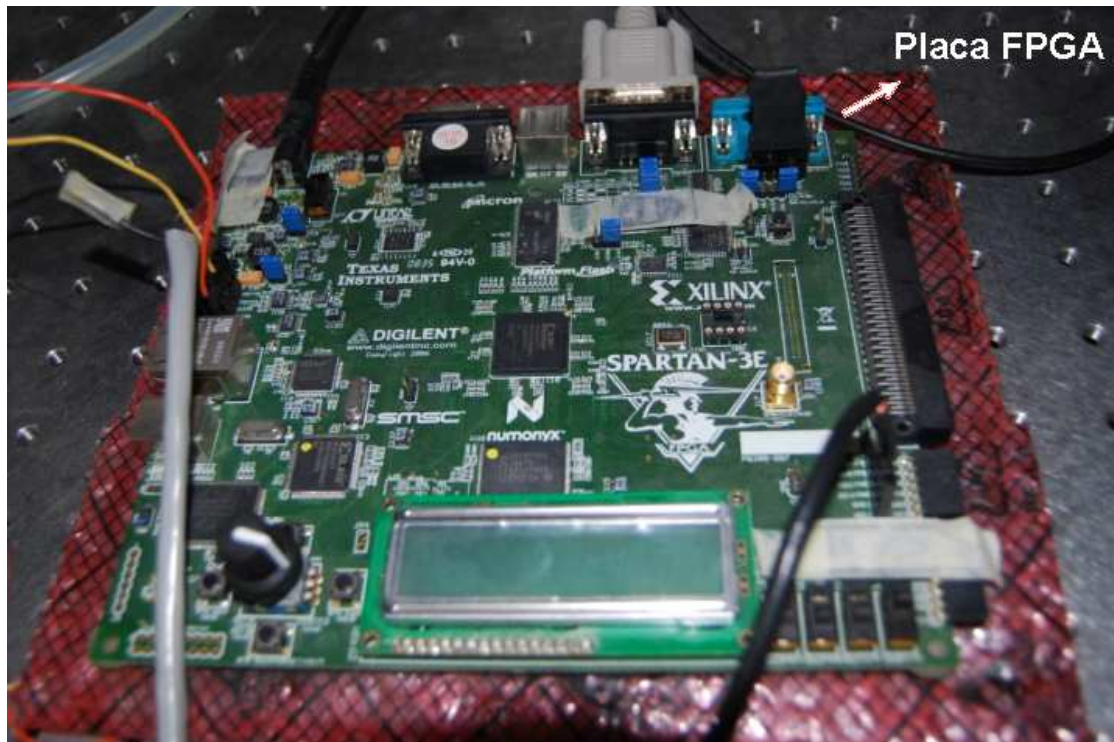


Figura 6. Placa FPGA. El circuito integrado de esta placa permite el control simultáneo de todas las señales generadas (fundamental y armónicos).



Figura 7. Amplificador de carga capacitiva y amplificador de audio, correspondientes a la primera y segunda etapa de amplificación de la señal de excitación de los PZT, respectivamente.

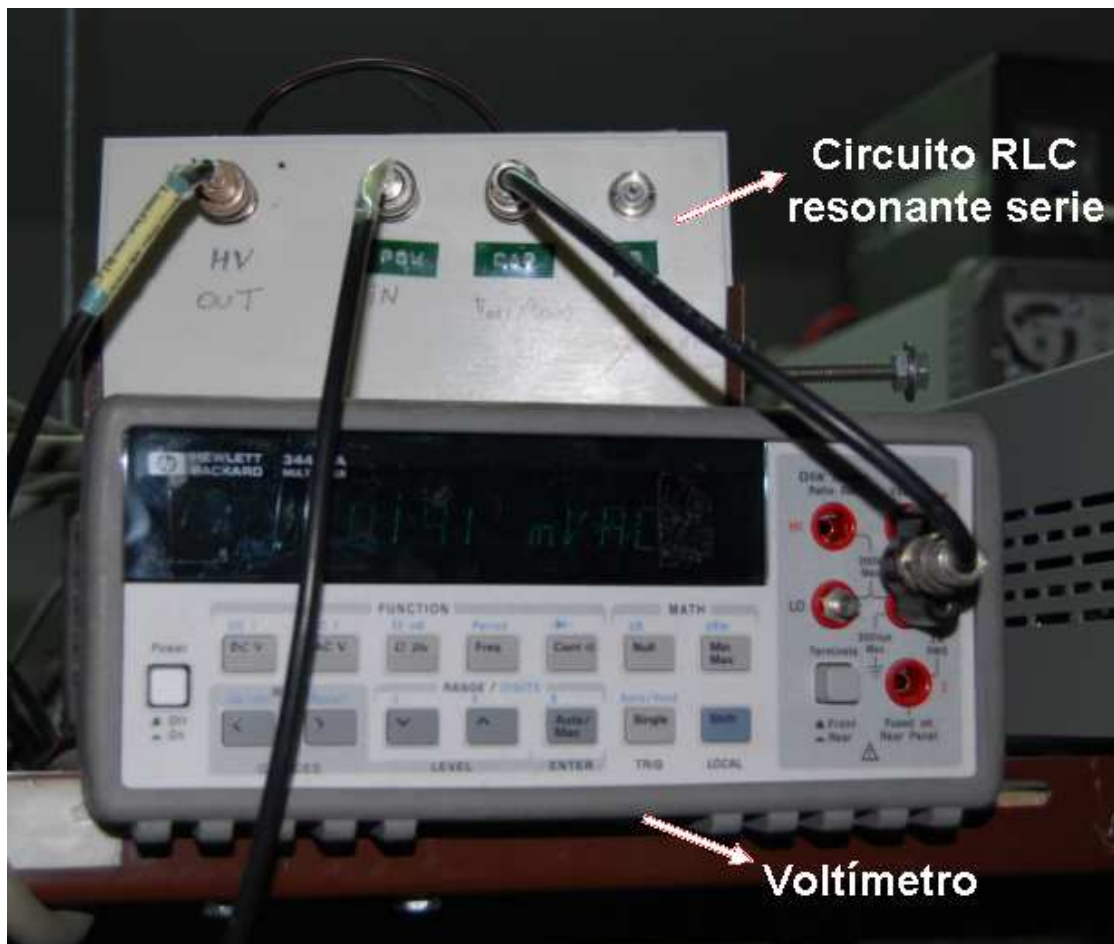


Figura 8. El circuito RLC resonante serie se empleó como última etapa de amplificación. El voltímetro registró la amplitud de la señal con que fue excitado el resonador.

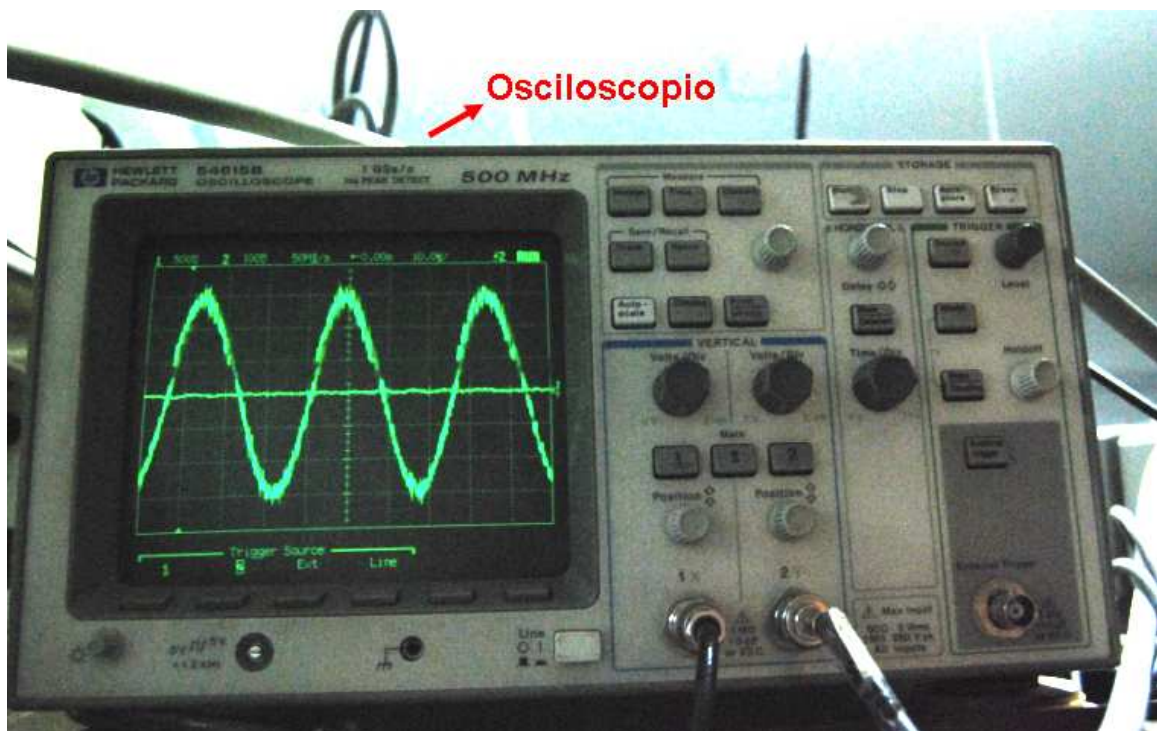


Figura 9. Osciloscopio empleado para observar las señales provenientes del micrófono.

La frecuencia óptima de trabajo es aquella que permite obtener una oscilación de máxima amplitud en el resonador. Estudios experimentales previos del casquete esférico utilizado demuestran que existe una máxima amplitud cuando se trabaja con la frecuencia fundamental y con el séptimo armónico de la misma [6]. Sin embargo, estos valores varían, entre otras cosas, según las propiedades del fluido que contenga el resonador, lo cual hace necesaria su determinación antes de cada experimento. Para ello, se ajusta la frecuencia a un valor de referencia (el valor determinado experimentalmente en [6]) y a partir de allí se analiza, en un entorno de la misma, la variación de la amplitud de la señal captada con el micrófono y observada en un osciloscopio (Figura 9). De esta forma puede determinarse el máximo de amplitud y trabajar entonces a la frecuencia respectiva. En este experimento se trabajó a 28,2 kHz, correspondientes al valor de la frecuencia fundamental, y a 197,4 kHz, correspondientes al séptimo armónico.

Una vez obtenida una única burbuja sonoluminiscente y posicionada en el centro del resonador, es posible determinar la variación de su radio en función del tiempo. Para ello, se emplea la técnica de Mie Scattering, que se basa en la detección de la luz dispersada por la burbuja cuando es iluminada por una onda plana de luz polarizada. El dispositivo empleado a tal fin se esquematiza en la Figura 10.

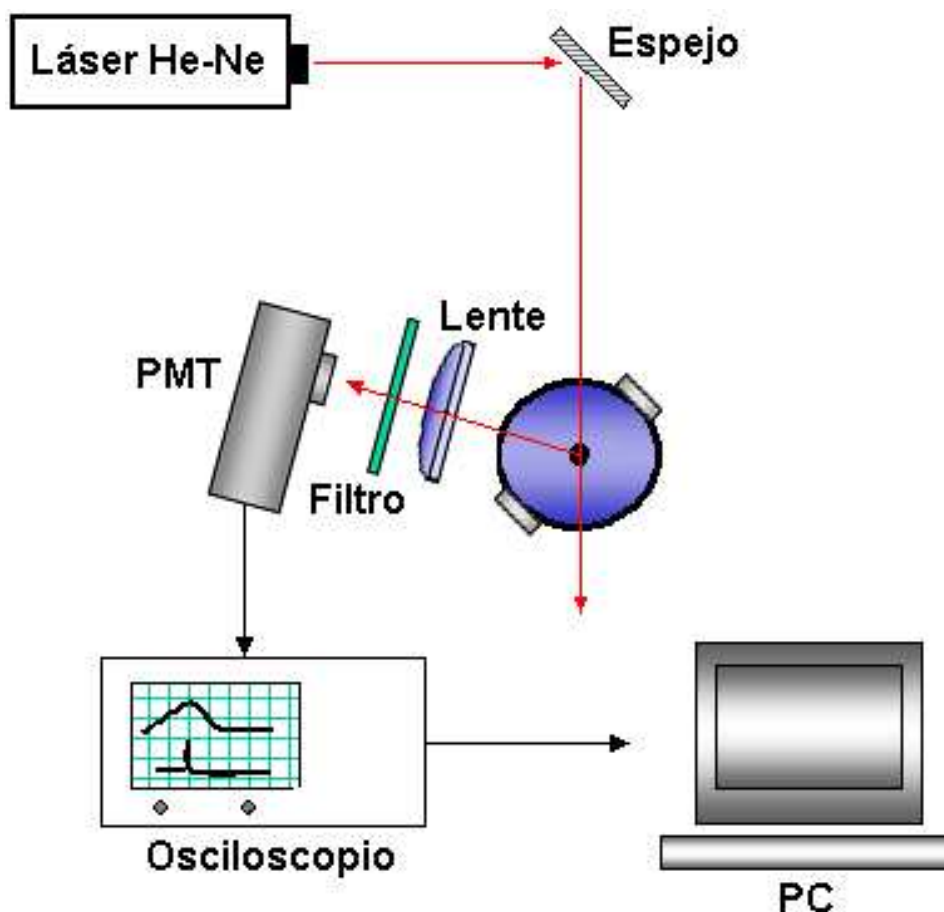


Figura 10. Dispositivo empleado para la medición de la variación temporal del radio de la burbuja.

La burbuja de argón fue atrapada en el centro del resonador e iluminada con un láser de He-Ne de 30 mW y 632,8 nm. La dispersión de la luz debida a la burbuja fue registrada por un tubo fotomultiplicador (PMT) ubicado en un ángulo de entre 75 y 80° con respecto al haz láser incidente. Este ángulo es importante porque, a medida que el PMT se aleja de la dirección de incidencia, la intensidad de la luz registrada es muy pequeña; sin embargo, cuando el PMT se coloca en un ángulo demasiado pequeño, se produce un efecto denominado “oscilación de Mie”, que dificulta la repetitibilidad del experimento [7].

Los datos registrados se almacenaron en una computadora, empleando para ello un software programado en Quick Basic por personal del laboratorio. Los mismos fueron procesados posteriormente con el software MatLab y las gráficas se realizaron con el software Origin.

2.1.2.3. Resultados

La siguiente fotografía muestra la presencia de una burbuja sonoluminiscente dentro del resonador, generada utilizando gas argón:

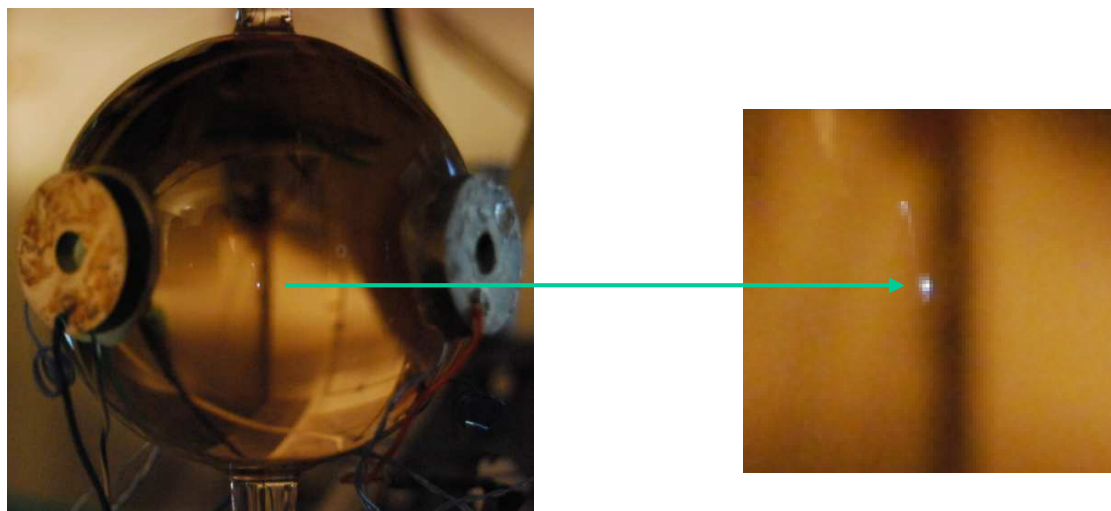


Figura 11. Burbuja sonoluminiscente de argón ubicada cerca del centro del resonador. Para medir el $R(t)$ se ajustó su posición lo más centradamente posible, y se emplearon los diferentes armónicos para estabilizarla.

Las mediciones del radio de esta burbuja sonoluminiscente en función del tiempo, para tres ciclos de expansión/compresión, se resumen en la Figura 12, que también incluye el voltaje registrado por el micrófono[†]:

[†] En la gráfica se observa que el radio máximo de la burbuja se corresponde con un máximo en la intensidad de la señal registrada por el micrófono. Esto es incorrecto, puesto que el máximo radio debe corresponder a la mínima presión acústica, esto es, al mínimo voltaje recibido del micrófono. Este error se debió a que, en el momento de la medición, la polaridad del micrófono se hallaba invertida. Sin embargo, no se realizó una nueva medición por la dificultad que esto implicaba.

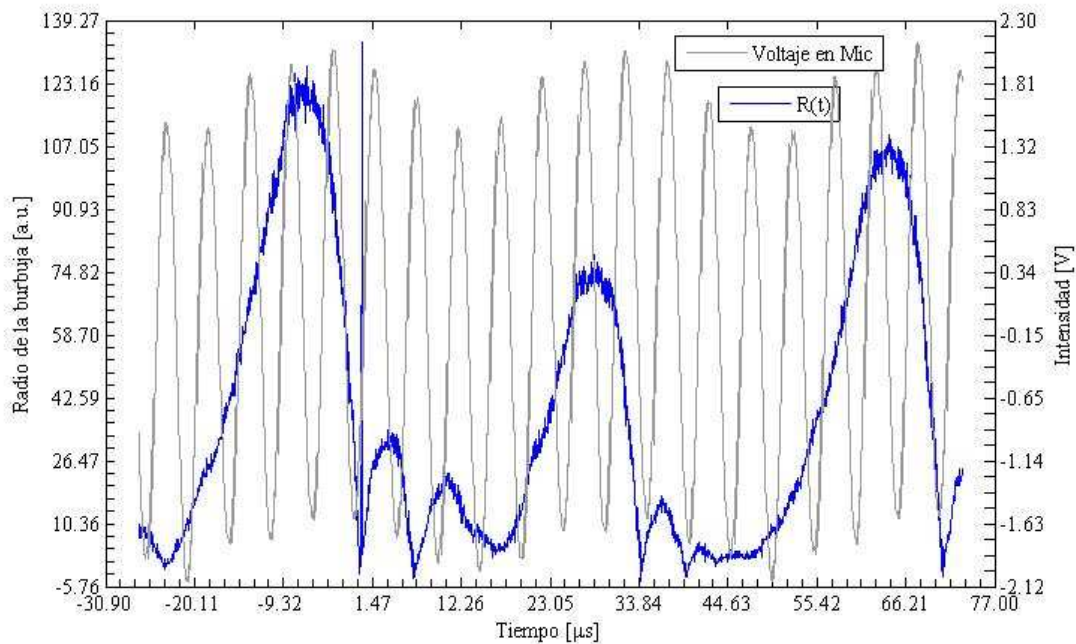


Figura 12. Radio de la burbuja en función del tiempo. El pulso de sonoluminiscencia se representa en $t = 0$. El tiempo que transcurre desde que la burbuja alcanza su radio máximo hasta este punto se encuentra en el orden de los 6 μs .

Luego del pulso de sonoluminiscencia se observan sucesivos “rebotes” correspondientes a ciclos de expansión/compresión más pequeños, que decaen en amplitud por los efectos de disipación viscosa. Estos rebotes son característicos del colapso de tipo inercial que sufre la burbuja.

2.1.2.4. Conclusiones

Se logró observar el fenómeno de sonoluminiscencia en una solución de ácido sulfúrico en agua pesada y medir la variación temporal del radio de una burbuja. La estabilidad (e intensidad luminosa) relativa de las burbujas observadas fue máxima empleando xenón, media con argón y mínima con aire.

Se evidenció un comportamiento general más inestable que en los experimentos realizados con ácido sulfúrico a la misma concentración pero con agua normal [7]. Durante las pruebas se observó una coloración oscura inusual del ácido, así como la presencia de pequeñas partículas suspendidas. Sin embargo, no se pudo demostrar que el comportamiento inestable de las burbujas en este sistema se deba a los factores mencionados o a las propiedades inherentes al líquido.

La técnica empleada en este trabajo para la medición del radio de la burbuja en función del tiempo resulta satisfactoria para analizar el comportamiento de diferentes sistemas utilizados en la investigación de la sonoluminiscencia. De esta forma, se pueden cambiar las características del

líquido, del gas, del resonador, etc., y analizar los cambios que se produzcan en el comportamiento de las burbujas como consecuencia de esas variaciones, con el objeto de alcanzar una mejor comprensión del fenómeno.

2.2. Trabajos secundarios

2.2.1. Ruido en las mediciones

Se realizó un experimento en el cual se deseaba analizar las variaciones temporales de presión en un sistema, empleando un manómetro convencional y una computadora para la toma de datos. Sin embargo, al analizar los datos registrados, uno de los becarios del laboratorio descubrió que éstos se encontraban muy afectados por una señal conocida como “ruido de línea”, que consiste en emisiones electromagnéticas de 50 Hz de frecuencia, provenientes de tubos fluorescentes, motores de potencia, equipos de instrumentación sin blindaje adecuado, etc. Esta señal indeseada hacía difícil el análisis de los datos sensados, por lo cual se planteó el problema de eliminar el ruido de línea con el objeto de mejorar la exactitud de los mismos. El desarrollo de este trabajo se realizó conjuntamente con Augusto de Nevrezé, también participante del programa de becas de verano 2012 en el Instituto Balseiro.

La solución propuesta consistió en un filtro de ruido de tipo suprimibanda. Para el diseño del mismo se recurrió a una bibliografía especializada [8], de la cual se extrajo un modelo de filtro notch que se ajustaba a las condiciones del problema. Dicho modelo indicaba la configuración relativa de los diferentes componentes electrónicos a utilizar y las relaciones matemáticas que describen al sistema. A continuación se muestra un esquema del circuito electrónico que representa el filtro diseñado (Figura 13), con los correspondientes valores de resistencias y capacidades utilizadas, y una fotografía del filtro construido (Figura 14):

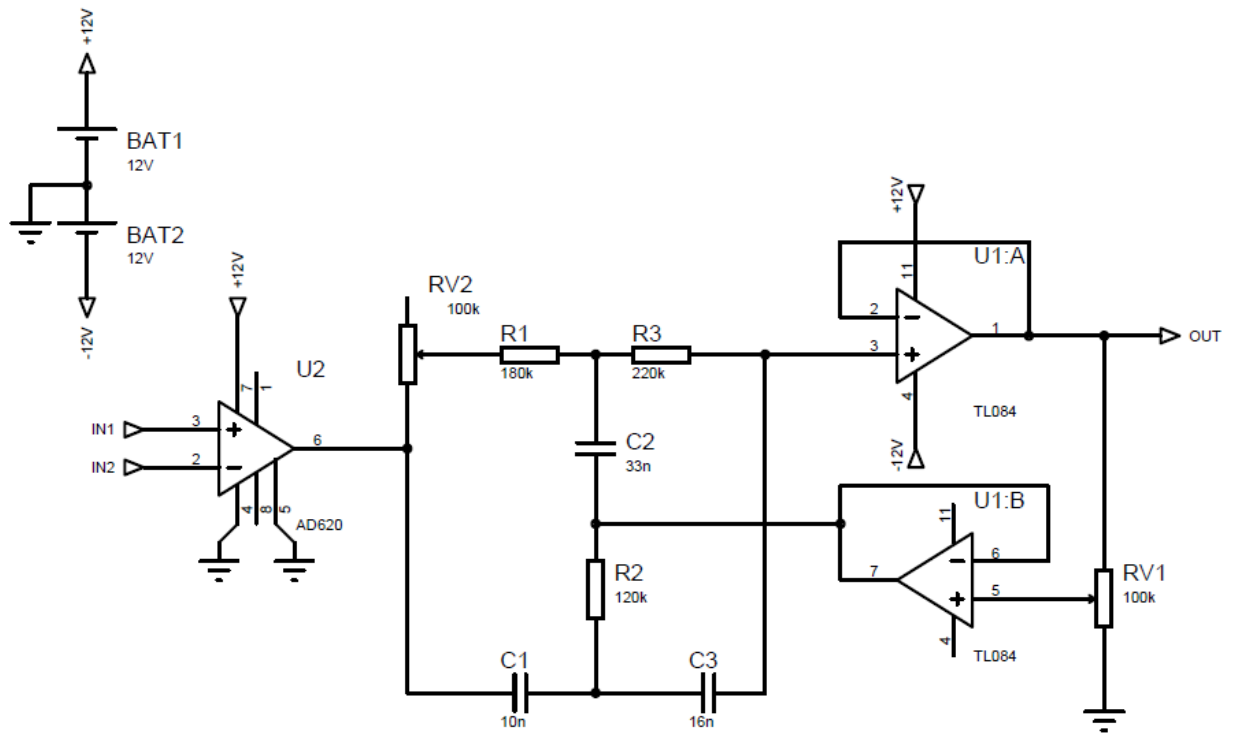


Figura 13. Circuito esquemático del filtro notch construido. Los operacionales necesarios se obtuvieron de los chips AD620 y TL084.

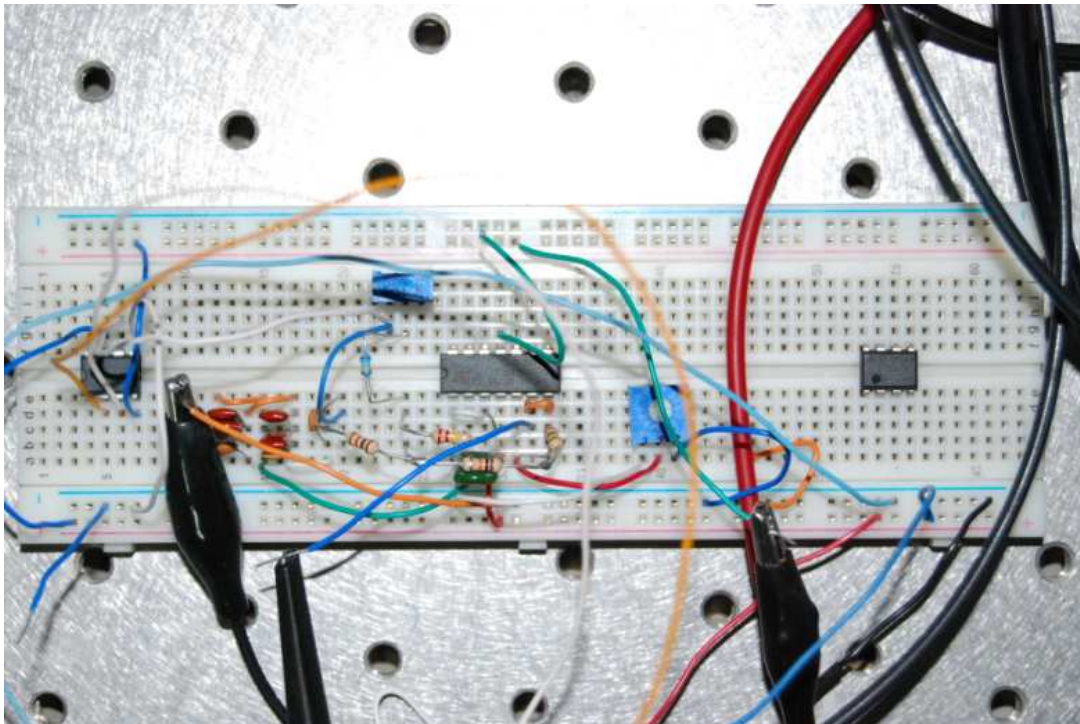


Figura 14. Filtro suprimiebanda construido sobre una proto board, conectado al sistema de medición para el cual fue diseñado.

Luego de la construcción del filtro, se procedió a su caracterización. Para ello se realizó un análisis de barrido de frecuencias empleando un generador de ondas, y se registró en un osciloscopio la amplitud de la señal

que dejaba pasar el filtro. Con los datos obtenidos, se realizó un diagrama de Bode y se determinó el factor de calidad Q asociado (Figura 15).

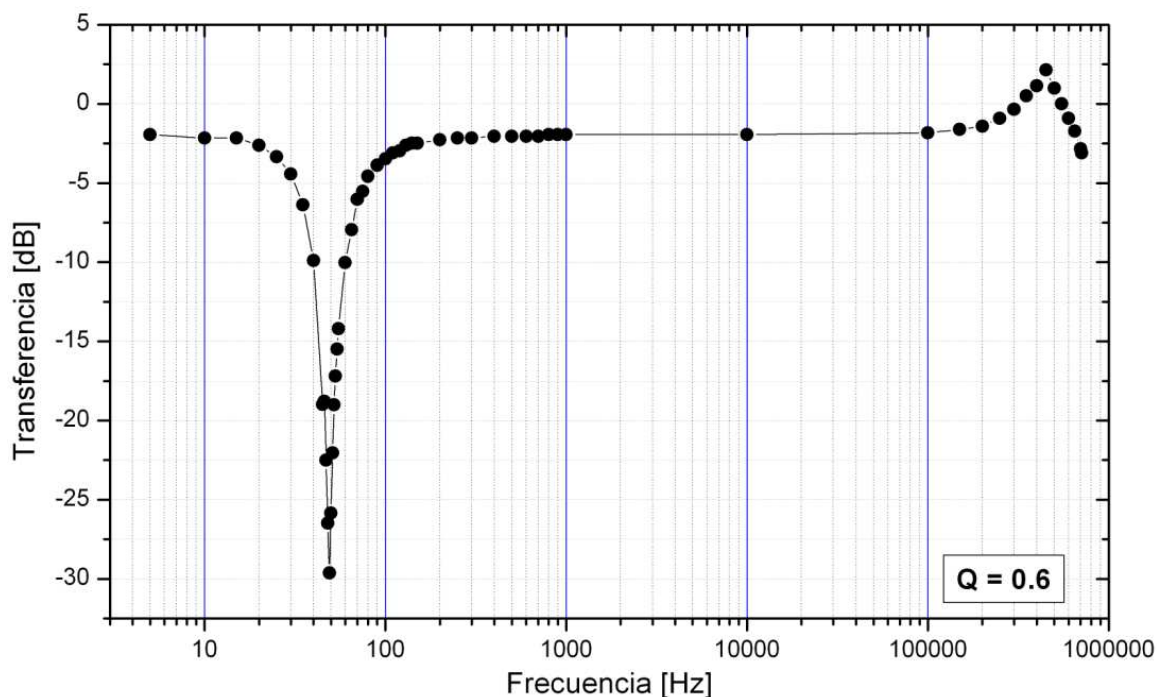


Figura 15. Diagrama de Bode del filtro construido. El factor de calidad fue determinado directamente de la gráfica realizada con el software Origin.

Si bien el factor de calidad obtenido es relativamente bajo, el filtro cumplió satisfactoriamente con la función para la que fue diseñado.

2.2.2. Concentración de una solución de H_3PO_4

Para realizar un experimento de sonoluminiscencia con láser, se decidió emplear una solución de ácido fosfórico disuelto en agua pesada, con una concentración aproximada de 98% p/p de P_2O_5 equivalente.

Para obtener esta solución, se partió de una solución comercial de H_3PO_4 al 85% p/p[‡], la cual se concentró por evaporación hasta un valor superior 100% p/p de P_2O_5 equivalente, para ser luego diluida con agua pesada hasta alcanzar la concentración deseada[§].

La concentración del ácido fosfórico comercial se llevó a cabo en el dispositivo que se muestra en la Figura 16.

[‡] La concentración de ácido ortofosfórico comercial viene expresada como masa de H_3PO_4 por cada 100 g de solución. Sin embargo, las soluciones más concentradas de este ácido suelen expresarse como % p/p de P_2O_5 equivalente, pudiendo entonces exceder el 100% p/p.

[§] Debido a insuficiencia de tiempo, no se pudo realizar la dilución con agua pesada del ácido obtenido por evaporación.

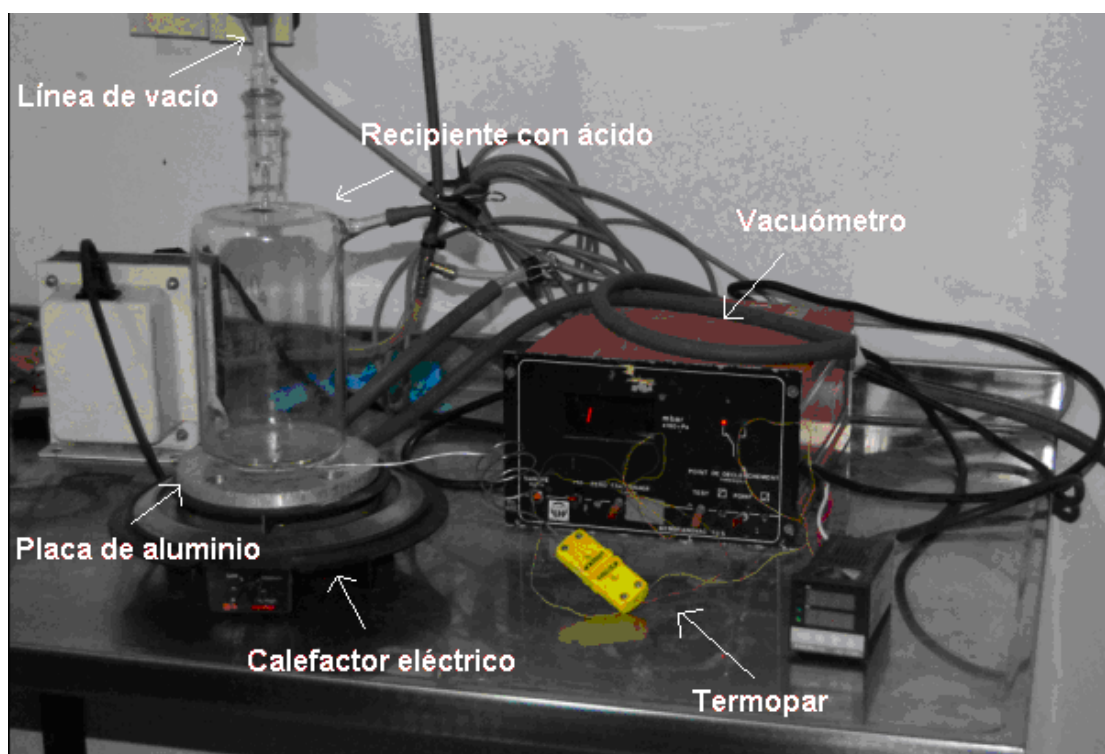
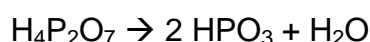


Figura 16. Dispositivo empleado para la concentración de la solución de H_3PO_4 . La placa de aluminio se empleó para distribuir lo más uniformemente posible el calor proveniente del calefactor eléctrico.

Una propiedad importante de las soluciones de H_3PO_4 es que, al calentarse lentamente, se deshidratan en lugar de entrar en ebullición. Esto tiene como consecuencia la formación de ácido pirofosfórico en primer lugar, y luego ácido metafosfórico, según las siguientes ecuaciones:



Según la bibliografía consultada [9], a presión atmosférica la primera reacción ocurre a partir de los 150°C , mientras que la segunda se lleva a cabo a temperaturas cercanas a los 600°C . Sin embargo, en esta experiencia se trabajó a una presión cercana a los 5 mbar, empleando una bomba de vacío. Bajo estas condiciones, la primera reacción comenzó a observarse a una temperatura aproximada de 70°C , mientras que la segunda se inició a una temperatura de 155°C^{**} .

Luego de aproximadamente 4 horas de calefacción, aumentando la temperatura lenta y progresivamente, se obtuvo una solución extremadamente viscosa. Si bien no se realizó una caracterización de la

^{**} El momento en que se inició cada una de estas reacciones fue determinado por medio de la observación visual, debido a la generación de burbujas en intervalos muy definidos y acotados de temperatura. Cabe aclarar que no se determinó por ningún método estricto la ocurrencia de las reacciones mencionadas.

misma, se conjetura que está formada principalmente por HPO_3 , y que su concentración es superior a 100% p/p de P_2O_4 equivalente.

2.2.3. Preparación de una solución de H_2SO_4 en agua pesada

Para el experimento de sonoluminiscencia por cavitación, se empleó una solución al 85% p/p de ácido sulfúrico en agua pesada. Este fluido tiene propiedades que lo hacen muy eficaz en sonoluminiscencia, tales como alta viscosidad, presión de vapor baja y mayor densidad que el agua, con lo cual se evita la ruptura de la burbuja debido a inestabilidades de forma, disminuyen las pérdidas por cambios de fase y se incrementa la violencia del colapso. El objetivo de utilizar como solvente el D_2O fue proveer al sistema con iones D^+ que pudieran, en caso de darse las condiciones necesarias, dar lugar a una reacción de fusión nuclear.

Para la preparación de esta solución, se partió de una solución comercial de H_2SO_4 al 98% p/p, y se procedió a diluirla con agua pesada pura. Debido a la fuertemente exotérmica reacción de disociación ácida del H_2SO_4 en medio acuoso, se tomó la precaución de realizar la dilución colocando el recipiente en una pileta con agua a temperatura ambiente, y dejando gotear muy lentamente el ácido sobre el agua pesada. Se preparó un volumen aproximado de 400 ml, de los cuales se tomó una pequeña porción para determinar su densidad.

La determinación de la densidad de la solución preparada se realizó empleando una balanza de precisión. Se cargó un volumen determinado del fluido en una pipeta graduada y se la vació en una placa de Petri previamente tarada, a la vez que se anotaba la masa registrada por la balanza. La densidad de la solución se calculó entonces dividiendo esa masa por el volumen total vertido. Este procedimiento se realizó repetidas veces, con el objeto de obtener diferentes puntos ρ (V), y de esta forma tomar un valor medio que compense en cierto grado el error cometido por el operario y los instrumentos de medición. La densidad medida fue de $1,795 \text{ g/cm}^3$.

Referencias

- 1 I. Giaever, C.R. Keese
Use of electric fields to monitor the dynamical aspect of cell behavior in tissue culture
IEEE Proc. Biomed. Engin., 33 (1986), pp. 242 – 247
- 2 E. Urdapilleta, M. Bellotti, F. J. Bonetto
Impedance analysis of cultured cells: A mean-field electrical response model for electric cell-substrate impedance sensing technique
Phys. Review E 74, 041908 (2006), pp. 1-11
- 3 M. Belloti
Evaluación biológica y fisicoquímica de dispositivos ECIS postulados para el diagnóstico de patologías oculares
Tesis doctoral en Medicina, Universidad de Buenos Aires (2010), pp. 37 – 38
- 4 A. de Nevrezé
Medición del efecto de la ceniza volcánica sobre células de conjuntiva humana
Informe del programa de Becas de Verano, Instituto Balseiro (2012)
- 5 D. Delavalle
Algoritmos para el procesamiento concurrente de señales y su aplicación en sonoluminiscencia
Tesis doctoral en Ciencias de la Ingeniería, Instituto Balseiro (2012)
- 6 J. M. Rosselló, D. Delavalle, F.J. Bonetto
Caracterización de una cámara acústica esférica con aplicación al estudio de la dinámica de una burbuja sonoluminiscente (SBSL)
Libro de actas de la 2ª reunión conjunta AFA-SUF (2011)
- 7 R. Urteaga
Concentración de energía en sonoluminiscencia
Tesis doctoral en Ciencias Físicas, Instituto Balseiro (2008), pp. 15 - 16
- 8 D. Stout, M. Kaufman
Handbook of operational amplifier circuit design
McGraw-Hill Book Company (1976), pp. 13-1 / 13-5
- 9 H.P. Latscha, H.A. Klein, K. Gulbins
Chemie für Laboranten und Chemotechniker
Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1992), pp. 232 – 233

PASANTÍAS DE VERANO DEL CENTRO
ATÓMICO BARILOCHE – INSTITUTO
BALSEIRO

"VISUALIZACIÓN DE ESTRUCTURAS
COHERENTES EN FLUJOS
TURBULENTOS"



BECARIO: NICOLÁS FEDERICO GUILLÉN

RESPONSABLES: MARIANO CANTERO, DANIELA ARNICA,
PABLO ARGANARAS, ENZO DARI

LUGAR DE TRABAJO: DIVISIÓN DE MECÁNICA
COMPUTACIONAL – CENTRO ATÓMICO BARILOCHE



- AÑO 2012 -

INDICE

DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO	3
RESUMEN	4
INTRODUCCIÓN.....	5
Vórtice	5
Vorticidad	5
Estructuras coherentes	5
Algunas definiciones.....	6
Algunas de las estructuras coherentes que vamos a observar.....	7
Criterios de identificación de estructuras coherentes o vórtices	7
✓ Q	7
✓ λ_2	8
✓ Δ	8
✓ λ_{ci}	8
✓ λ_{ci} <i>mejorado</i>	9
Flujos turbulentos analizados	10
Modelo matemático y numérico empleado	10
Visualización de los campos escalares	12
RESULTADOS OBTENIDOS	14
Caso 1: Flujo en canal abierto	14
Caso 2: Corriente de Densidad en geometría plana	15
Resultados y Observaciones.....	16
Caso 3: Corriente Cilíndrica de Densidad (Cylindrical Density Current)	23
Resultados y Observaciones.....	24
CONOCIMIENTOS ADQUIRIDOS.....	31
CONCLUSIÓN.....	32
INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA	34
AGRADECIMIENTOS.....	35
REFERENCIAS.....	36

DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

- TITULO: "Visualización de estructuras coherentes en flujos turbulentos"

- RESPONSABLES: Mariano Cantero, Daniela Arnica, Pablo Argañarás, Enzo Dari

- LUGAR DE TRABAJO: División de Mecánica Computacional, Centro Atómico Bariloche, Comisión Nacional de Energía Atómica, San Carlos de Bariloche, Argentina.

- DESCRIPCION: Implementar una técnica de identificación de estructuras coherentes en flujos turbulentos. Visualizar estructuras coherentes en simulaciones directas de turbulencia.

RESUMEN

Este informe resume los trabajos realizados en la División de Mecánica Computacional del Centro Atómico Bariloche durante el mes de febrero de 2012 en los cuales tomé parte.

Se presenta una breve introducción al tema, una explicación del método de cálculo y las técnicas empleadas, resultados y conclusiones del trabajo.

Finalmente, se hace una evaluación no solamente del proyecto sino también de toda la pasantía en su conjunto y lo vivido en la estadía en la ciudad de San Carlos de Bariloche durante el periodo de la pasantía.

INTRODUCCIÓN

En este trabajo se analiza la dinámica de vórtices en diferentes tipos de flujos turbulentos y se realiza la visualización de los mismos. El estudio de las estructuras coherentes es fundamental no sólo para la comprensión de los fenómenos de turbulencia (tales como la disipación escalar, el calor y la transferencia de masa, el arrastre y las mezclas, las reacciones químicas y de combustión, la fricción y la generación de ruido aerodinámico), sino también para el modelado de estos sucesos.

Los campos de velocidades utilizados en este trabajo son provenientes de simulaciones directas de turbulencia (DNS por sus siglas en Inglés). Este tipo de simulaciones a escala brindan herramientas para estudiar flujos tridimensionales que frecuentemente son inmensurables en campo debido a su alto nivel destructivo. La identificación, visualización y seguimiento de estructuras coherentes en este tipo de modelos ayuda a entender la dinámica y estructuras de flujos turbulentos.

Vórtice

Se llama VÓRTICE a la región de un fluido que tiene un movimiento de rotación alrededor de un centro común.

Un vórtice es una región de un flujo turbulento en rotación espiral con trayectorias de corriente cerradas.

Vorticidad

La VORTICIDAD es un concepto usado en dinámica de fluidos que puede relacionarse con la cantidad de circulación o rotación de un fluido.

La vorticidad se define como el rotor del campo de velocidades del fluido:

$$\omega = \nabla \times \mathbf{v}, \text{ con } \nabla \text{ operador rotor y } \mathbf{v} \text{ velocidad del fluido en un punto.}$$

Estructuras coherentes

Las ESTRUCTURAS COHERENTES pueden definirse en forma sencilla como concentraciones de vorticidad en regiones localizadas del espacio. El

concepto de estructura coherente está asociado al de conjunto de vórtices. Las estructuras coherentes dotan al campo de velocidades de un fluido de una apreciable heterogeneidad y, por lo tanto, de una topología característica.

El concepto de estructura coherente ha sido fundamental en la investigación de la turbulencia en la mecánica de fluidos. Se trata de estructuras presentes en un escurrimiento turbulento que poseen un movimiento cuasideterminístico, al contrario de las estructuras incoherentes, que tienen un carácter puramente aleatorio.

A partir de los años 80, el desarrollo tanto de la capacidad computacional como de las técnicas de medición de velocidades en fluidos ha contribuido a la posibilidad de identificación y a la comprensión de los mecanismos de formación e interacción mutua de las estructuras coherentes.

A pesar de la discrepancia en las definiciones de una estructura coherente, existe el interés común y la aceptación de que a partir del estudio de las mismas pueden deducirse numerosas propiedades físicas de un escurrimiento tales como el arrastre y la sustentación en cuerpos, el transporte de calor, las vibraciones, la generación de ruido, y el mezclado turbulento. También se acuerda en que la comprensión de su dinámica, su morfología y la forma en la que interactúan unas estructuras con otras es clave en la optimización o el control de problemas de fluidos.

Algunas definiciones

- Según *Hussain* (1), una estructura coherente es un dominio donde la vorticidad instantánea presenta un alto nivel de correlación espacial.
- Para *Lumley* (2), una estructura coherente corresponde a un objeto espacio temporal cuya proyección sobre el campo de velocidades del escurrimiento es máxima en el sentido de mínimos cuadrados.
- Para *Lesieur* (3), un dominio que contiene una concentración de vorticidad local será considerado como coherente si conserva una forma reconocible durante un tiempo suficientemente largo (del orden de 5 veces) comparado con su periodo de recurrencia.

- *Weiss* (4) propuso como definición, regiones elípticas en un flujo donde la rotación domina la deformación. Este concepto supone que el tensor de velocidad de deformación varía lentamente, en espacio y tiempo, comparado con gradientes de vorticidad.

Algunas de las estructuras coherentes que vamos a observar

Los **vórtices de Kelvin-Helmholtz** pueden ocurrir cuando hay una diferencia de velocidad suficiente a través de la interfase entre dos fluidos. Un ejemplo en la conjunción de dos ríos con diferente carga de sedimento (conjunción Bermejo-Paraná). Se puede predecir la aparición de esta estructura y la transición a un flujo turbulento en los fluidos de diferentes densidades que se desplazan a diferentes velocidades. Helmholtz estudió la dinámica de dos fluidos de diferentes densidades cuando una pequeña perturbación tal como una onda se introduce en el límite que conecta los fluidos.

Un **vórtice herradura** (hairpin vortex) se caracteriza por ser una estructura tridimensional que consiste en una cabeza, dos cuellos y dos patas. La característica esencial es que la estructura es lo suficientemente fuerte como para inducir un evento de eyección local bajo ella. Estas estructuras son fundamentales en la turbulencia de pared.

Criterios de identificación de estructuras coherentes o vórtices

La mayoría de los criterios se basan en funciones escalares derivadas del campo de velocidades. Una estructura coherente será una región del fluido para la cual todos sus puntos satisfagan un cierto criterio. Los criterios más utilizados son:

- ✓ **Q**: identifica un vórtice cuando en una región del flujo el segundo invariante del gradiente de velocidad es positivo. La presión en la región del vórtice debe ser menor que la presión del ambiente. En un flujo incompresible:

$$\nabla \cdot \mathbf{v} = 0 \Rightarrow Q = \frac{\|\boldsymbol{\Omega}\|^2 - \|\mathbf{S}\|^2}{2}$$

$$\begin{aligned} \|\Omega\| &= \text{tr} \sqrt{\Omega \Omega^T} \\ \|\mathbf{S}\| &= \text{tr} \sqrt{\mathbf{S} \mathbf{S}^T} \end{aligned} \Rightarrow \quad \Omega = \frac{\nabla \mathbf{v} - (\nabla \mathbf{v})^T}{2} \quad \text{y} \quad \mathbf{S} = \frac{\nabla \mathbf{v} + (\nabla \mathbf{v})^T}{2}$$

Q es una medida local del exceso de la velocidad de rotación en relación a la tasa de deformación.

- ✓ λ_{2i} : se define el centro de un vórtice como una región del fluido donde el gradiente de velocidad tiene dos autovalores positivos. Este criterio analiza en forma similar al criterio Q, sólo que analiza el exceso de velocidad de rotación en un plano determinado.

- ✓ Δ : se define el centro de un vórtice como la región donde el gradiente de velocidad tiene autovalores complejos. Las líneas de corriente son cerradas o espiraladas si dos de los autovalores forman un par conjugado de números complejos (tanto en flujo compresible como incompresible).

Ecuación característica:

$\lambda^3 - I_1 \lambda^2 + I_2 \lambda - I_3 = 0$, y los λ que satisfacen esa ecuación son los autovalores. Se define:

$$\Delta = \left(\frac{-I_3}{2} \right)^2 + \left(\frac{I_2}{3} \right)^3$$

Si Δ es mayor a cero, quiere decir que existen autovalores complejos.

- ✓ λ_{ci} : se basa en el criterio anterior. Usa la parte imaginaria del autovalor complejo del gradiente de velocidad para identificar un vórtice. Los autovalores del gradiente de velocidad son:

- λ_r : autovalor real (es una medida de la fuerza de estiramiento o compresión).
- $\lambda_{cr} \pm \lambda_{ci} i$: autovalores conjugados complejos.

Se define $2\pi/\lambda_{ci}$ como el *período de tiempo para completar 1 revolución por parte de una línea de corriente*. Es decir:

- si λ_{ci} es pequeño, la región es de vórtice débil, ya que para que

complete una revolución, una línea de corriente necesita de mucho tiempo;

- caso contrario, si λ_{ci} es grande, la región es de vórtice fuerte, ya que para que complete una revolución, una línea de corriente necesita de poco tiempo.

En conclusión, a medida que aumenta λ_{ci} , la velocidad de rotación en ese punto aumenta debido a que la revolución de la línea de corriente en ese punto ocurre en menor intervalo de tiempo.

Con este criterio, se identifica:

- la región del vórtice,
- la fuerza del mismo, y
- el plano donde ocurre.

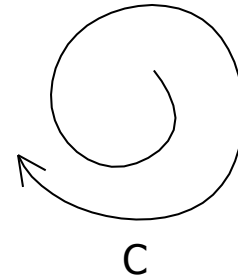
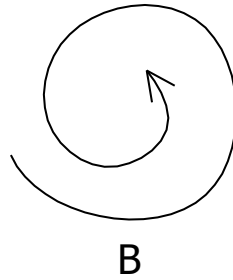
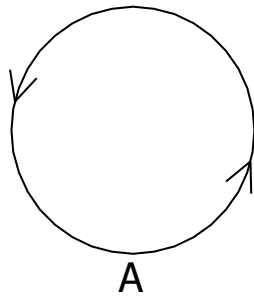
Usando este método los vórtices se ven como isosuperficies de $(\lambda_{ci})^2$ iguales a un valor preestablecido.

- ✓ λ_{ci} mejorado: se basa en el criterio anterior. En el plano del vórtice, dos puntos que inicialmente estaban separados una distancia r_0 , luego de n revoluciones en torno a ellos se encuentran separados una distancia r_f .

$$\frac{r_f}{r_0} = e^{2\pi n \frac{\lambda_{cr}}{\lambda_{ci}}}$$

Pueden ocurrir los siguientes casos:

- que $\lambda_{cr}/\lambda_{ci}$ sea igual a cero: línea de corriente cerrada (Caso A).
- que $\lambda_{cr}/\lambda_{ci}$ sea menor que cero: la línea de corriente se va cerrando sobre sí misma (Caso B).
- que $\lambda_{cr}/\lambda_{ci}$ sea mayor que cero: la línea de corriente se va abriendo sobre sí misma (Caso C).



En conclusión, el parámetro $\lambda_{ci}/\lambda_{ci}$ se refiere a la *forma del vórtice analizado*.

DE LOS CRITERIOS ANTERIORMENTE VISTOS, EL QUE SE VA A EMPLEAR ES EL CRITERIO λ_{ci} .

Flujos turbulentos analizados

En este trabajo se identificarán y visualizarán estructuras coherentes en dos tipos de flujos: 1) flujos en canales, y 2) corrientes de densidad.

Los flujos en canales son característicos de muchos problemas de ingeniería por ejemplo la circulación de refrigerante en reactores nucleares, y ambientales como por ejemplo los ríos.

Las corrientes de densidad ocurren cuando dos fluidos de diferente densidad interactúan en presencia de una pared o superficie libre. Ejemplos de corrientes de densidad son el movimiento de hidrogeno en los edificios de contención de reactores nucleares, los frentes de tormenta, las avalanchas de nieve, y el transporte de sedimentos en el océano.

Modelo matemático y numérico empleado

Las ecuaciones que gobiernan el movimiento de fluidos incompresibles son:

$$\begin{aligned}\frac{\partial \tilde{u}_i}{\partial \tilde{t}} + \tilde{u}_k \frac{\partial \tilde{u}_i}{\partial \tilde{x}_k} &= \tilde{\rho} e_i - \frac{\partial \tilde{p}}{\partial \tilde{x}_i} + \frac{1}{Re} \frac{\partial^2 \tilde{u}_i}{\partial \tilde{x}_k \partial \tilde{x}_k} \\ \frac{\partial \tilde{u}_k}{\partial \tilde{x}_k} &= 0 \\ \frac{\partial \tilde{\rho}}{\partial \tilde{t}} + \frac{\partial}{\partial \tilde{x}_k} (\tilde{\rho} \tilde{u}_k) &= \frac{1}{Sc Re} \frac{\partial^2 \tilde{\rho}}{\partial \tilde{x}_k \partial \tilde{x}_k}, \\ \frac{\partial \tilde{u}_i}{\partial \tilde{t}} + \tilde{u}_k \frac{\partial \tilde{u}_i}{\partial \tilde{x}_k} &= \tilde{\rho} e_i - \frac{\partial \tilde{p}}{\partial \tilde{x}_i} + \frac{1}{Re} \frac{\partial^2 \tilde{u}_i}{\partial \tilde{x}_k \partial \tilde{x}_k} \\ \frac{\partial \tilde{u}_k}{\partial \tilde{x}_k} &= 0 \\ \frac{\partial \tilde{\rho}}{\partial \tilde{t}} + \frac{\partial}{\partial \tilde{x}_k} (\tilde{\rho} \tilde{u}_k) &= \frac{1}{Sc Re} \frac{\partial^2 \tilde{\rho}}{\partial \tilde{x}_k \partial \tilde{x}_k},\end{aligned}$$

Donde \mathbf{u} es la velocidad, p es la presión, ρ es la densidad y la \mathbf{e} es un vector unitario en la dirección de la gravedad (\mathbf{g}).

La altura de la capa de fluido, H , se adopta como la escala de longitud y $U = \sqrt{Hg(\rho_1 - \rho_0)/\rho_0}$ como la escala de velocidad, donde g es la magnitud de la aceleración de la gravedad, y ρ_1 y ρ_0 son las densidades de fluido más denso y del fluido del ambiente (el menos denso) respectivamente.

La escala de tiempo es H/U , y la densidad y la presión adimensionales son $\tilde{\rho} = (\rho - \rho_0)/(\rho_1 - \rho_0)$ y $\tilde{p} = p/(\rho_0 U^2)$, respectivamente.

El número de Reynolds y Schmidt se definen, respectivamente, como $Re = UH/\nu = \sqrt{g'H^3}/\nu$ y $Sc = \nu/\kappa$, donde ν es la viscosidad cinemática y κ es la difusividad de ρ .

Las ecuaciones se resuelven usando un código de pseudoespectral. Expansiones de Fourier se emplean en las direcciones horizontales. En la dirección vertical no homogénea una expansión de Chebyshev se utiliza con los puntos de cuadratura Gauss-Lobatto. El dominio computacional en el cual se resuelven las ecuaciones es una caja rectangular de tamaño $L_x \times L_y \times L_z$. Más detalles sobre la aplicación de este modelo numérico se puede encontrar en Cantero et al. (2006).

IMPLEMENTACIÓN DE UN CÓDIGO DE CÁLCULO PARA OBTENER λ_{ci}

El punto de partida en nuestro análisis es un campo de velocidades y concentración para una secuencia de instantes de tiempo. A partir del campo de velocidades, lo primero que se realiza es derivar ese campo y así obtener en cada punto la matriz gradiente de velocidad. A ese tensor se le calculan los autovalores y así se obtiene el valor λ_{ci} de cada punto.

El lenguaje de programación usado para la realización del código de cálculo fue Fortran 90. Se usaron algoritmos que calculaban los parámetros necesarios para la posterior visualización de las estructuras coherentes y las diferentes densidades en cada punto del dominio. La figura 1 muestra esquemáticamente este proceso. Se desarrollaron y modificaron 2 códigos principales:

- 1) Un código que a partir del campo de velocidades en un instante de tiempo nos da como resultado un campo escalar de λ_{ci} para ese instante.
- 2) Un código que a partir del campo escalar de λ_{ci} o de concentración (según el caso) genera el archivo de datos de entrada del visualizador empleado (Paraview).

Los datos de entrada necesarios (input) para poder realizar el cálculo eran: campo de velocidades y campo de concentraciones en cada instante de tiempo.

Visualización de los campos escalares

En Paraview se usan las distintas herramientas que este software nos brinda y se visualizan tanto la distribución de concentraciones como las estructuras coherentes dentro del campo de flujo analizado.

Procedimiento

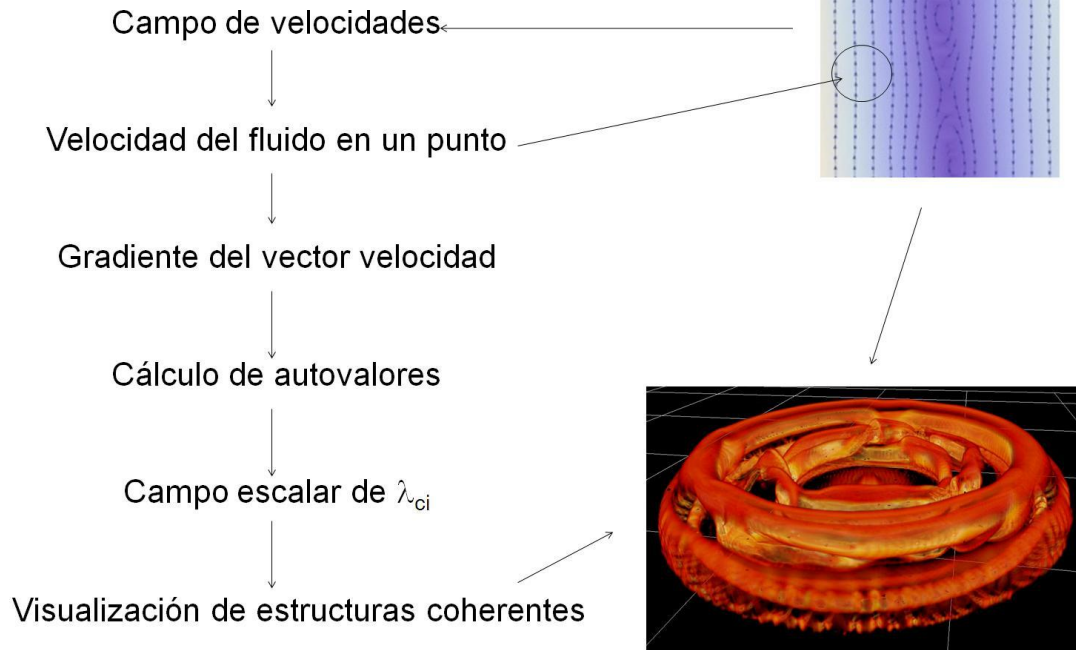


Figura 1: Esquema del procedimiento para lograr la visualización del campo del campo de flujo y las estructuras coherentes

RESULTADOS OBTENIDOS

Caso 1: Flujo en canal abierto

Un canal abierto es un conducto en el cual el agua, fluye con una superficie libre.

De acuerdo con su origen un canal puede ser natural o artificial.

El flujo en canal abierto debe tener una superficie libre que en el cálculo DNS ha sido modelada como una superficie rígida sin fricción.

El estado o comportamiento del flujo en canales abiertos está gobernado básicamente por los efectos de viscosidad y gravedad con relación con las fuerzas inerciales del flujo.

En la figura 2 se observan las estructuras coherentes utilizando una técnica de isosuperficies de λ_{ci} .

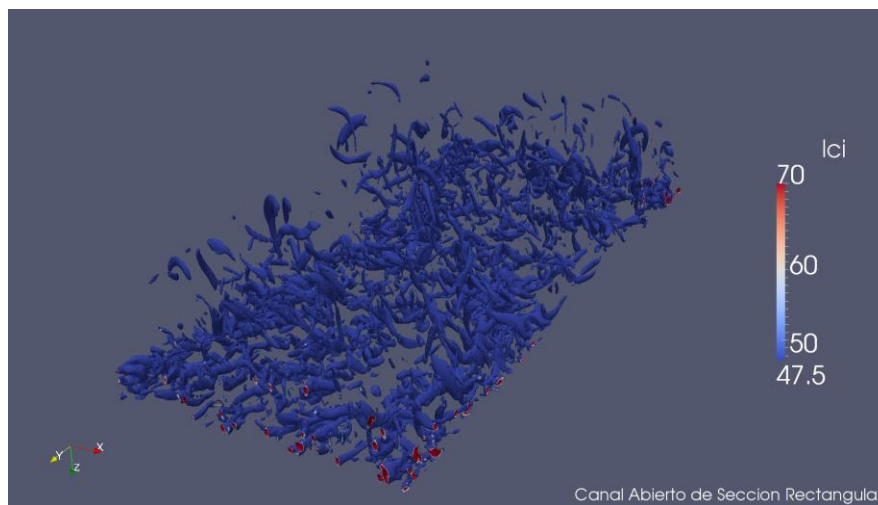


Figura 2: Visualización en Paraview con el filtro "Contour"

También se visualizaron los vórtices usando otra técnica llamada "threshold" (Figura 3), que nos muestra los valores de λ_{ci} indicados en la escala de colores de la derecha de la imagen.

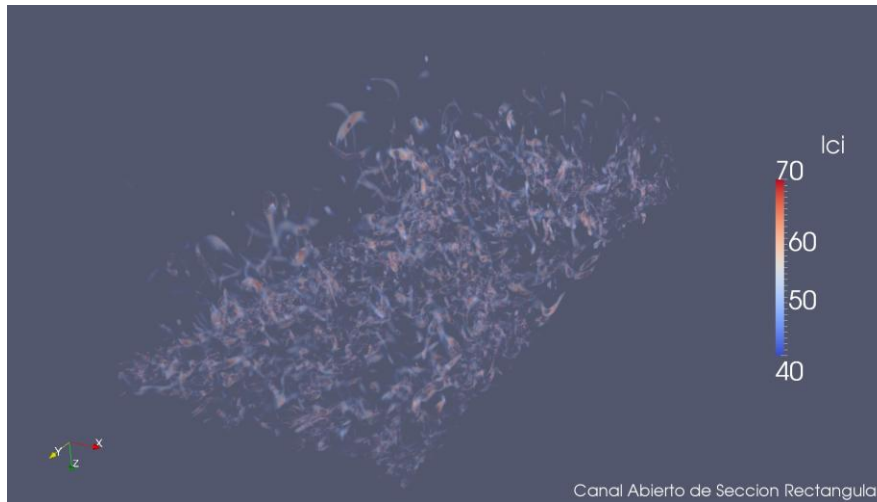


Figura 3: Visualización en Paraview con el filtro "Threshold"

Posteriormente se aislaron algunos vórtices. El de la figura 4b es un vórtice del tipo herradura ("hairpin vortex").

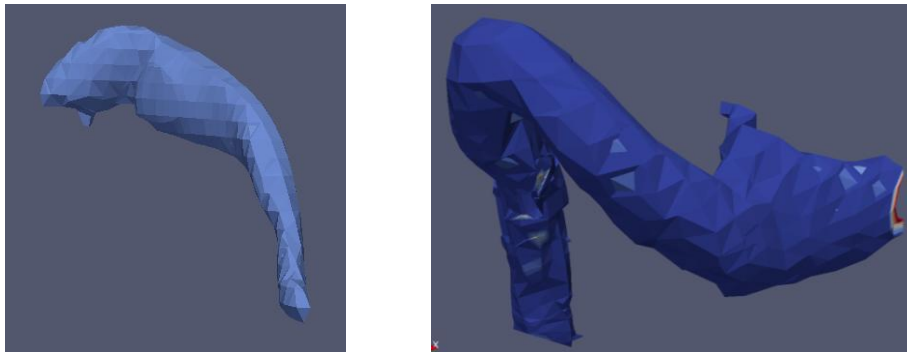


Figura 4 a y b: Algunos de los vórtices aislados para posteriormente ser visualizados

Caso 2: Corriente de Densidad en geometría plana

Una corriente de densidad es el flujo principalmente horizontal de un fluido dentro de otro impulsado por la fuerza gravitacional que actúa sobre la diferencia de densidad entre los fluidos.

Las corrientes de densidad se encuentran en aplicaciones ingenieriles y ambientales y se caracterizan por fuertes interfaces de densidad que desarrollan vórtices de Kelvin-Helmholtz.

En la mayoría de los casos, la diferencia de densidad es sólo un pequeño porcentaje. Cuando la diferencia de densidad es debido a un campo escalar tal como especies químicas, temperatura o salinidad estamos en presencia de una densidad de corriente escalar.

Como se muestra en la figura 5, una corriente de gravedad típica consta de una cabeza (head), un cuerpo (body) y una estructura de la cola (tail).

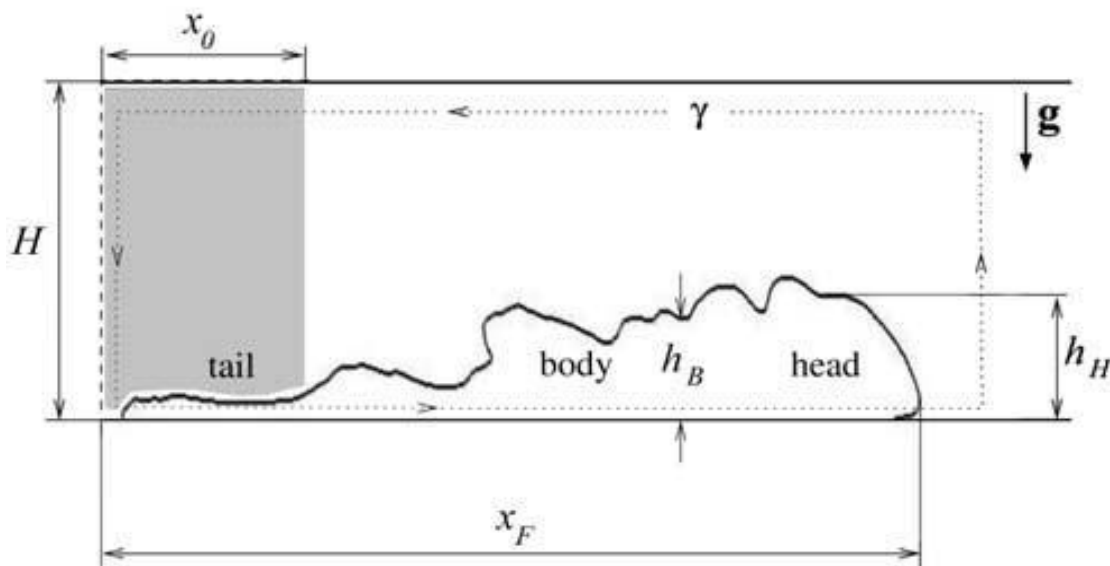


Figura 5: Esquema de una corriente de gravedad

La parte frontal de la corriente es una región compleja y dinámica donde se produce la mayor parte de la mezcla. Esta mezcla, impulsado por la inestabilidad de Kelvin-Helmholtz y de vórtices, juega un papel importante en la regulación del flujo.

Detrás de la parte frontal se forman el cuerpo y la estructura de cola.

Resultados y Observaciones

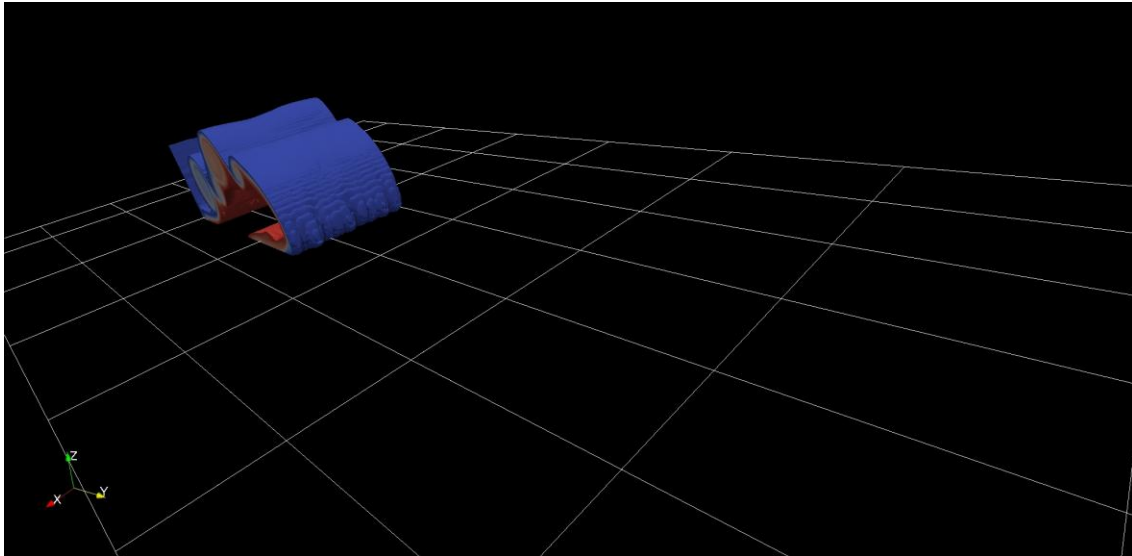
La corriente de densidad analizada fluye de izquierda a derecha.

El número de Reynolds utilizado en nuestra simulación fue 4000.

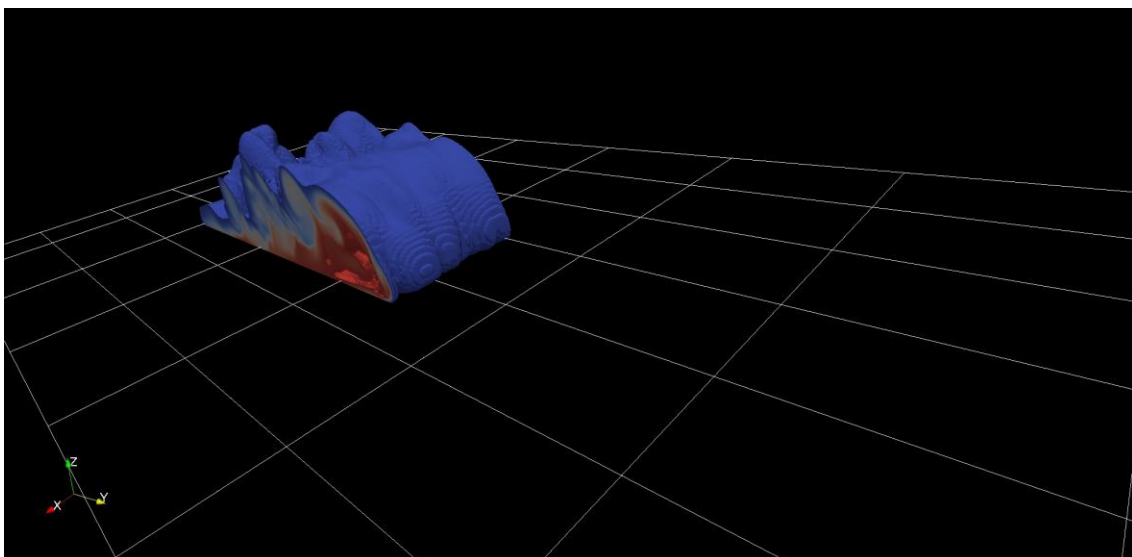
El frente de avance se puede ver en las figuras siguientes (figuras 6 a d), que muestran distintos instantes de tiempo. En estas imágenes se visualizan las diferentes densidades en cada punto del dominio estudiado.

El efecto de las estructuras de vórtices sobre el campo de concentración (densidad) también se ve en las figuras 6.

En las Figuras 6 a, b, c y d puede observarse claramente como avanza la corriente analizada en el tiempo. Se visualiza el fenómeno desde el mismo punto de vista para distintos instantes de tiempo.



*Figura 6 a: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 5$.
Visualización de la concentración*



*Figura 6 b: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 10$.
Visualización de la concentración*

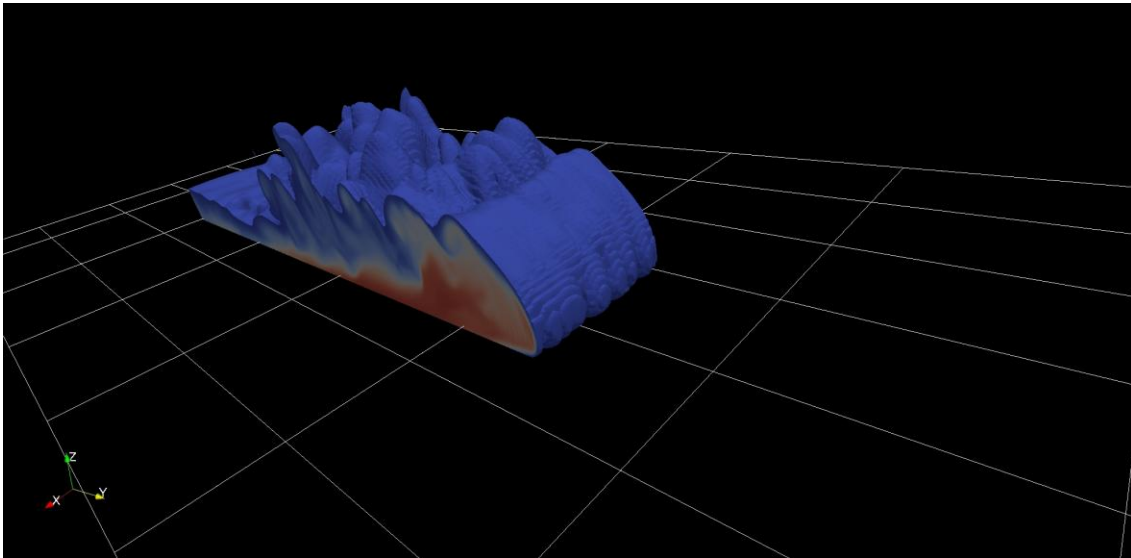


Figura 6 c: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 15$.

Visualización de la concentración

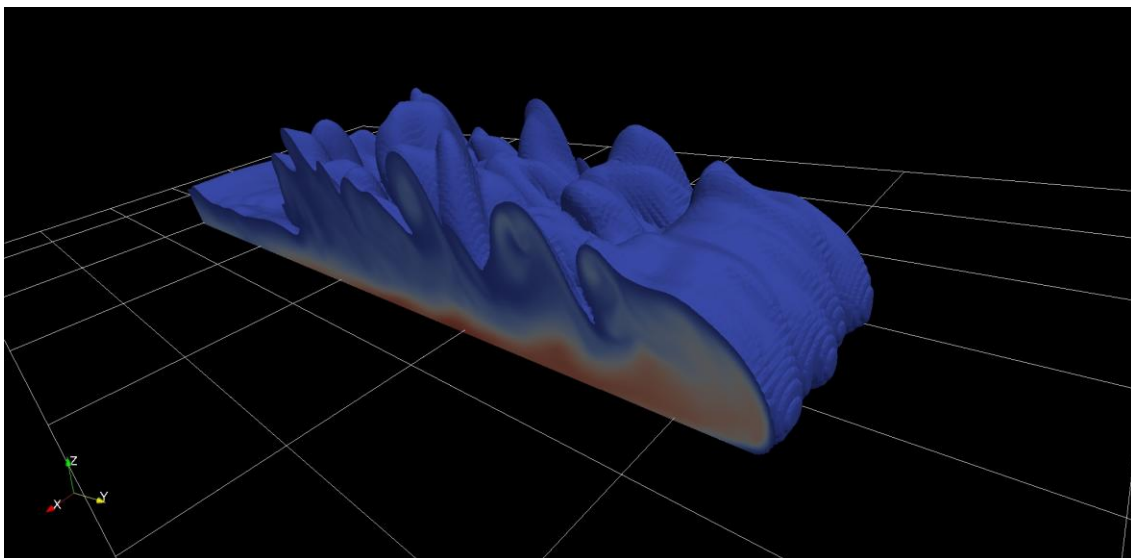


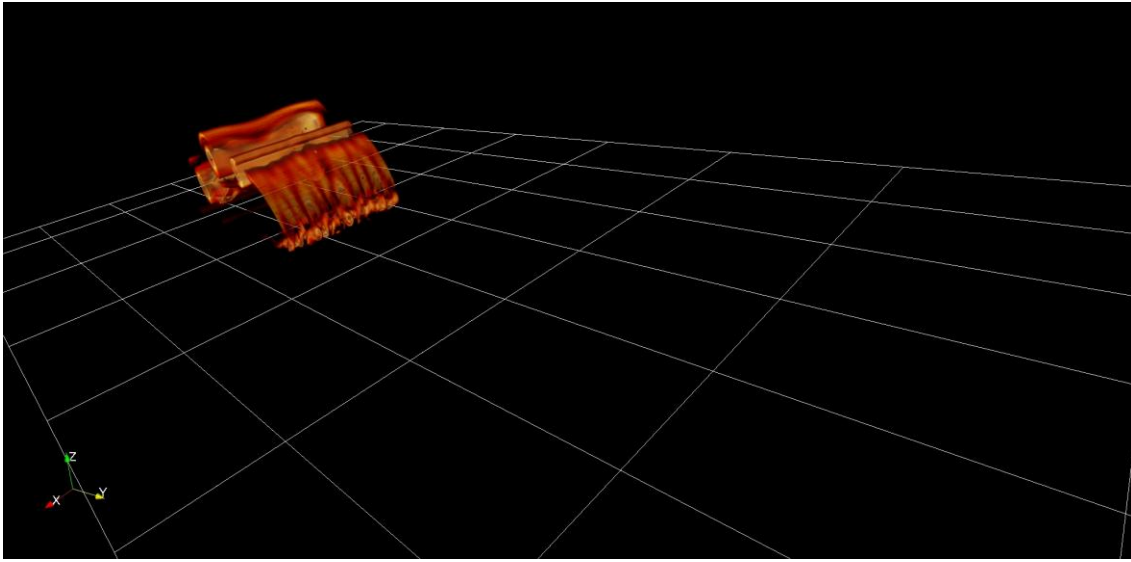
Figura 6 d: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 20$.

Visualización de la concentración

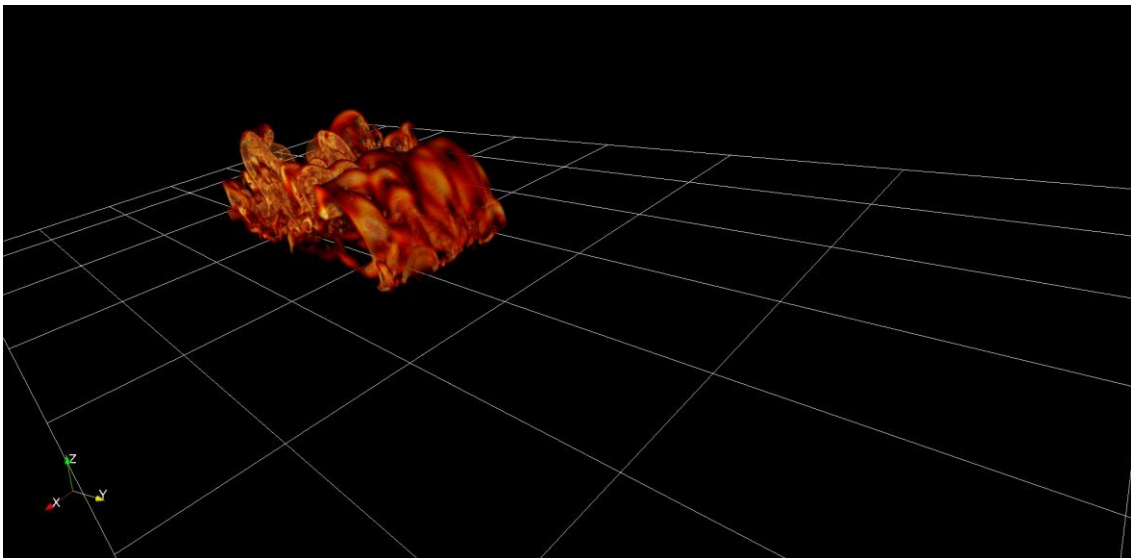
La compleja estructura de vórtices 3D no se identifica claramente en las figuras antes descriptas.

Por ello es que en las figuras inferior se visualizan las isosuperficies de λ_{ci} , parámetro que proporciona una medida de las estructuras compactas vorticales del flujo.

A continuación (Figuras 7 a, b, c, d) se observa el frente de avance de nuestra corriente vista desde el mismo punto de vista que las figuras anteriores (las N° 6). Pero, a diferencia de las imágenes anteriores, aquí no se observa el parámetro densidad, sino que observamos las estructuras coherentes (se visualiza λ_{ci}).



*Figura 7 a: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 5$.
Visualización de las estructuras coherentes.*



*Figura 7 b: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 10$.
Visualización de las estructuras coherentes.*

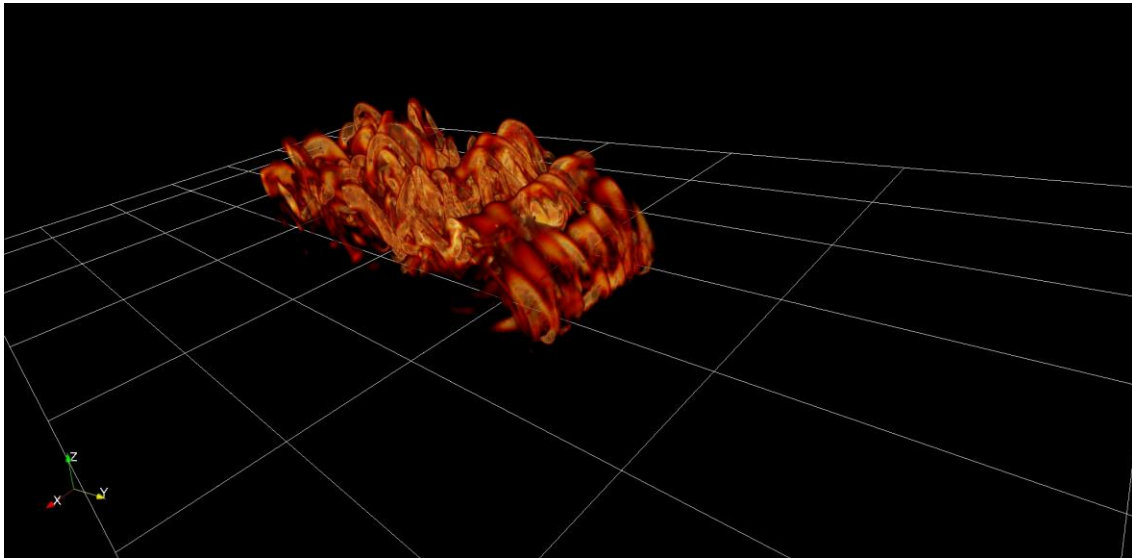


Figura 7 c: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 15$.
Visualización de las estructuras coherentes.

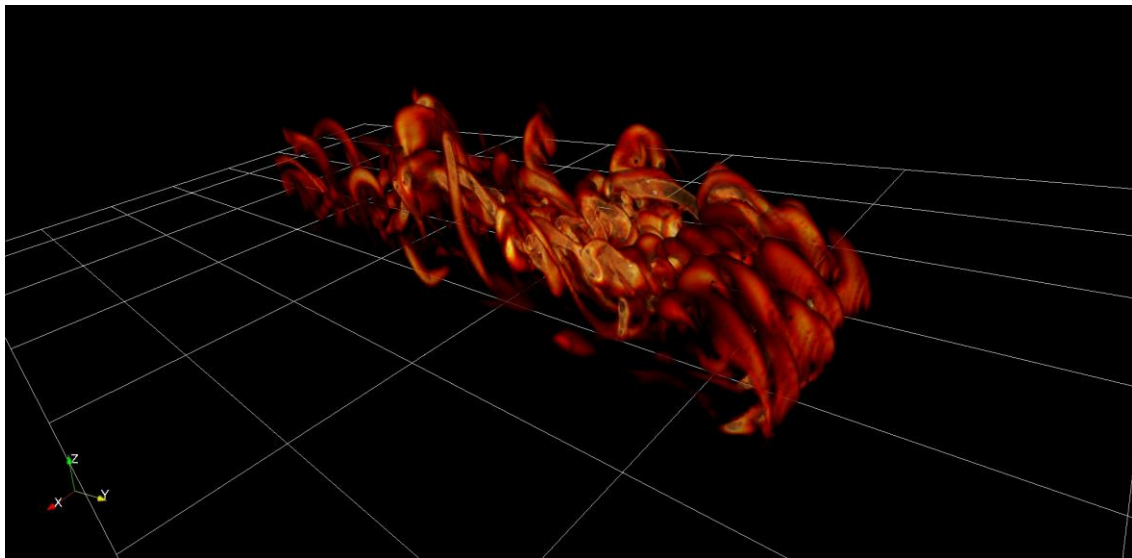


Figura 7 d: Estructura de la corriente plana de densidad en $t = 20$.
Visualización de las estructuras coherentes.

En las figuras siguientes (las número 8) se muestran en forma más detallada las estructuras coherentes presentes en los primeros instantes de tiempo.

Luego de este período, la fuerte interacción no lineal de las estructuras coherentes produce la ruptura de la mayoría de ellas en otras más pequeñas.

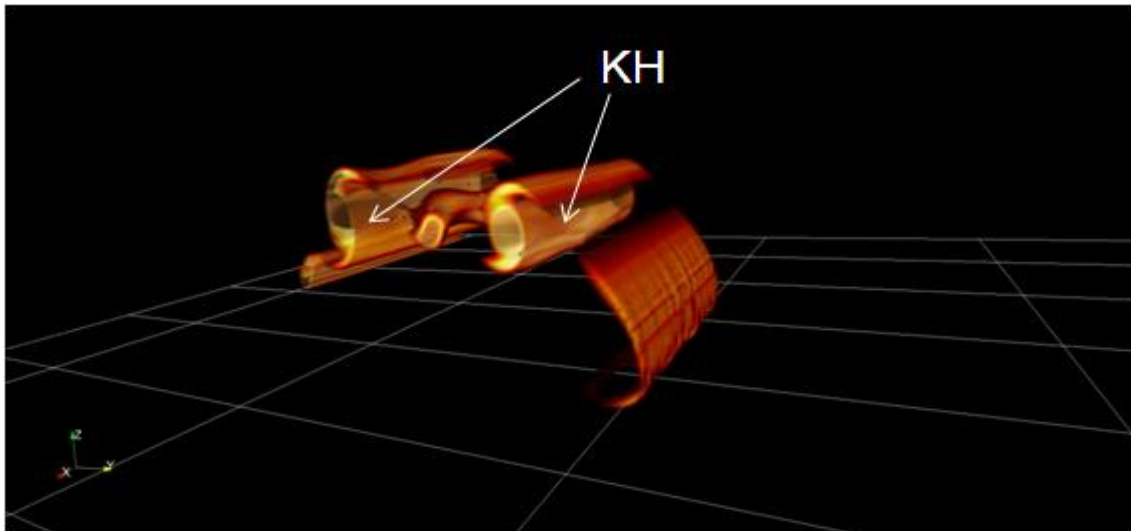


Figura 8 a: Visualización de estructuras coherentes para $t=3$

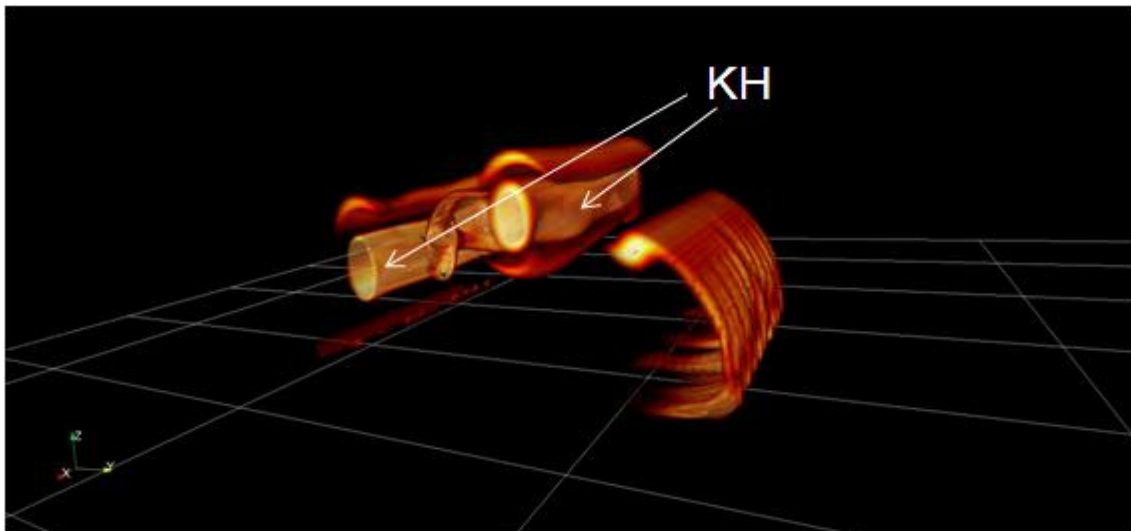


Figura 8 b: Visualización de estructuras coherentes para $t=4$

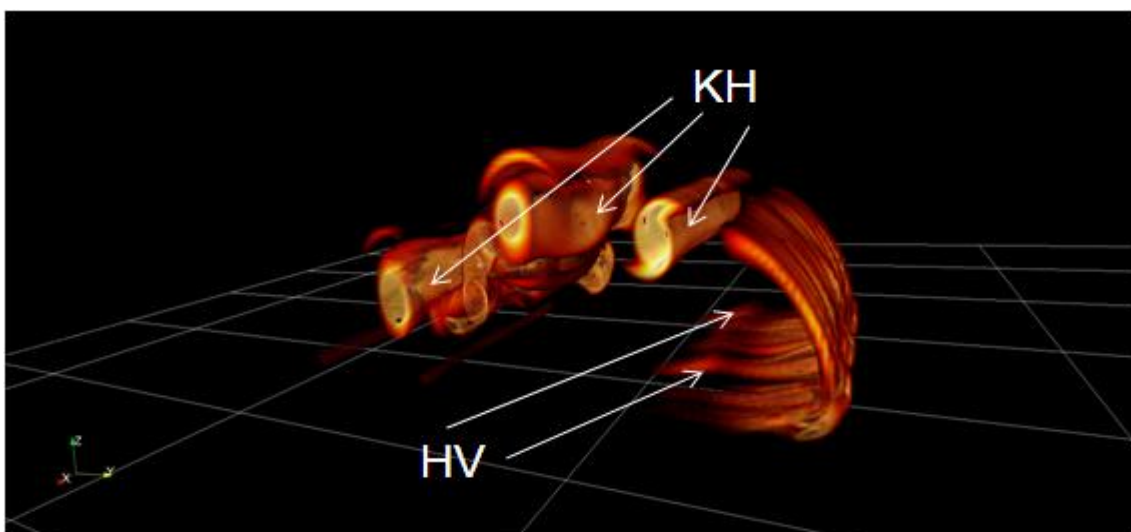


Figura 8 c: Visualización de estructuras coherentes para $t=5$

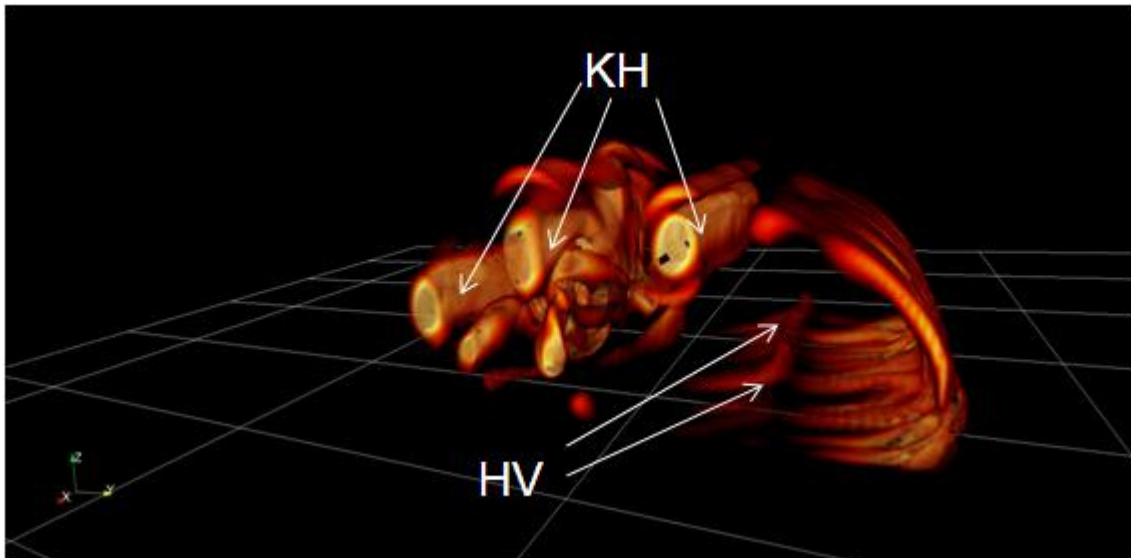


Figura 8 d: Visualización de estructuras coherentes para $t=6$

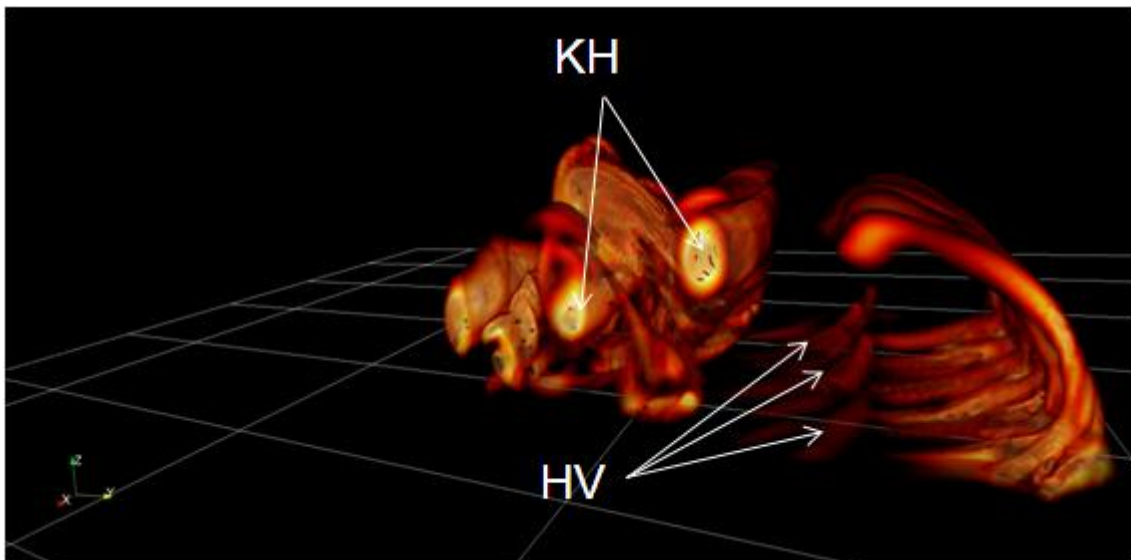


Figura 8 e: Visualización de estructuras coherentes para $t=7$

Figuras 8 a,b,c,d,e: Estructuras turbulentas visualizadas mediante la técnica de "volumen rendering" de λ_{ci} .

En estas figuras se observa la evolución en el tiempo de algunas estructuras coherentes.

Como puede verse en la figuras mostradas anteriormente, el flujo está dominado en la región de pared por estructuras coherentes inclinadas y varios vórtices "herradura" (hairpin vortex). Estas estructuras son similares a las observadas en un flujo turbulento de pared, donde las estructuras coherentes son arrastradas en la dirección del flujo y en las imágenes se indican con las letras **HV**.

En la interfaz entre los fluidos liviano y pesado se forman estructuras de Kelvin-Helmholtz que con el tiempo van decayendo en escalas de turbulencia menores. Estos tipos de estructuras se indican en las figuras anteriores (8 a e) con las letras **KH**. Estas regiones de alta turbulencia, dependen de la configuración geométrica.

En el caso del flujo analizado todo el cuerpo de la corriente está poblado por estructuras coherentes inclinadas y vórtices muy cerrados.

OBSERVACIÓN:

Además de las imágenes aquí mostradas, se generaron videos de los parámetros mencionados; lográndose no solo videos bidimensionales, sino también algunos que pueden ser vistos en forma estereoscópica (video 3D).

Caso 3: Corriente Cilíndrica de Densidad (Cylindrical Density Current)

En este caso, el objetivo del estudio es examinar la estructura y la dinámica de las corrientes de densidad cilíndricas (ver figura 9).

Al igual que en el caso anterior, se realizaron simulaciones numéricas tridimensionales directas y para el cálculo se usa la aproximación de Boussinesq debido a la pequeña diferencia de densidad.

El número de Reynolds utilizado en esta simulación fue 7000.

En contraste con las corrientes planas, estas corrientes al extenderse forman un frente altamente turbulento y un cuerpo superficial relativamente calmo.

Varios experimentos se han realizado para estudiar la dinámica y la estructura de las corrientes de densidad planas. Sin embargo, la investigación experimental de las corrientes cilíndricas ha sido relativamente limitada.

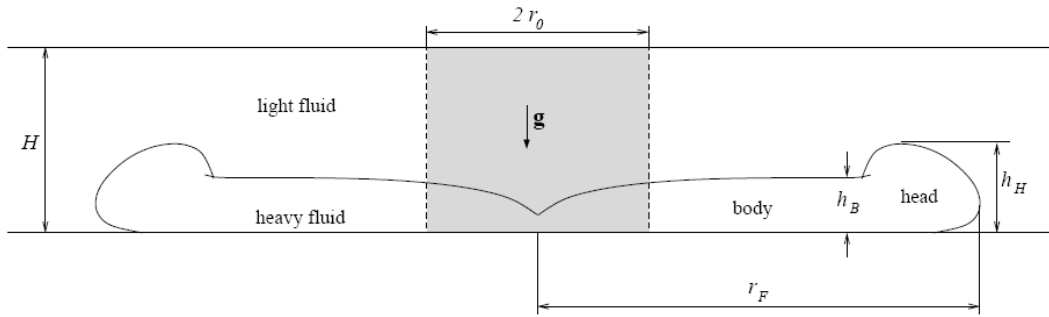


Figura 9: Esquema de una corriente de densidad cilíndrica que muestra las características principales del flujo.

Resultados y Observaciones

En el caso analizado, nos centramos en la liberación de un volumen fijo cilíndrico de fluido homogéneo en un ambiente ligeramente menos denso y la evolución temporal de la corriente cilíndrica resultante. El flujo se dirige radialmente hacia fuera. Esto puede ser claramente observado en las figuras 10, donde se visualiza como el flujo se va desplazando en el tiempo.

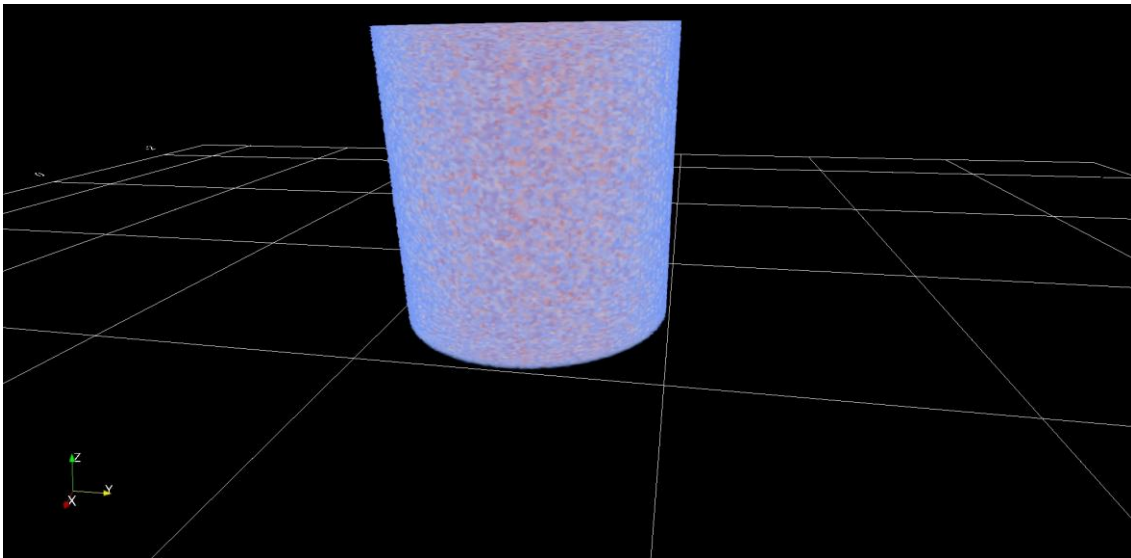


Figura 10 a: Visualización de la concentración para $t=0$

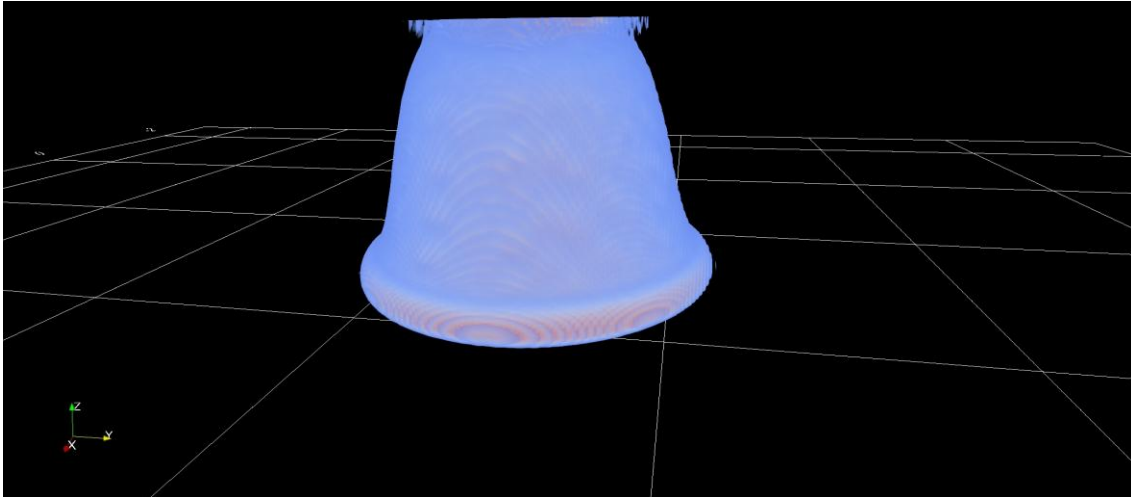


Figura 10 b: Visualización de la concentración para $t=1$

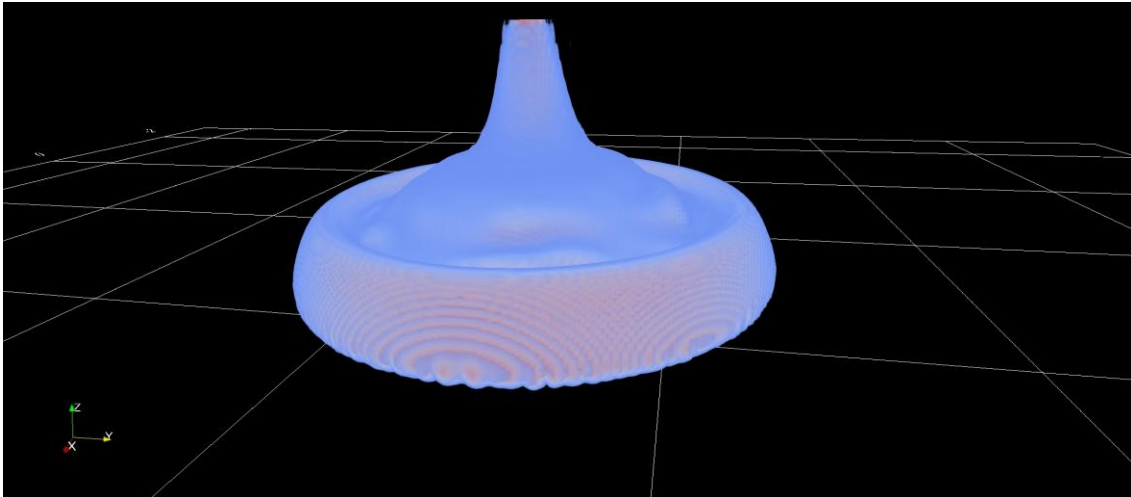


Figura 10 c: Visualización de la concentración para $t=2$

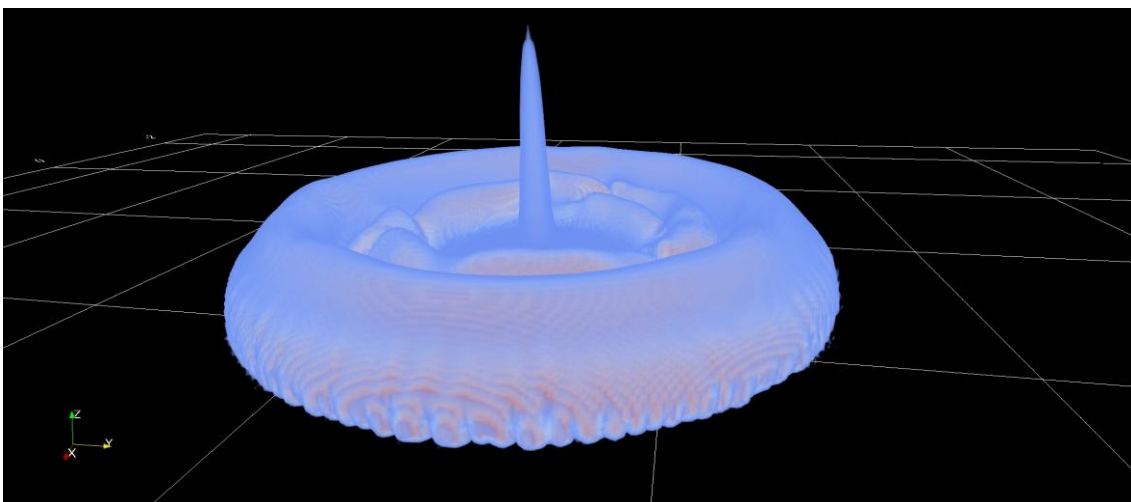


Figura 10 d: Visualización de la concentración para $t=3$

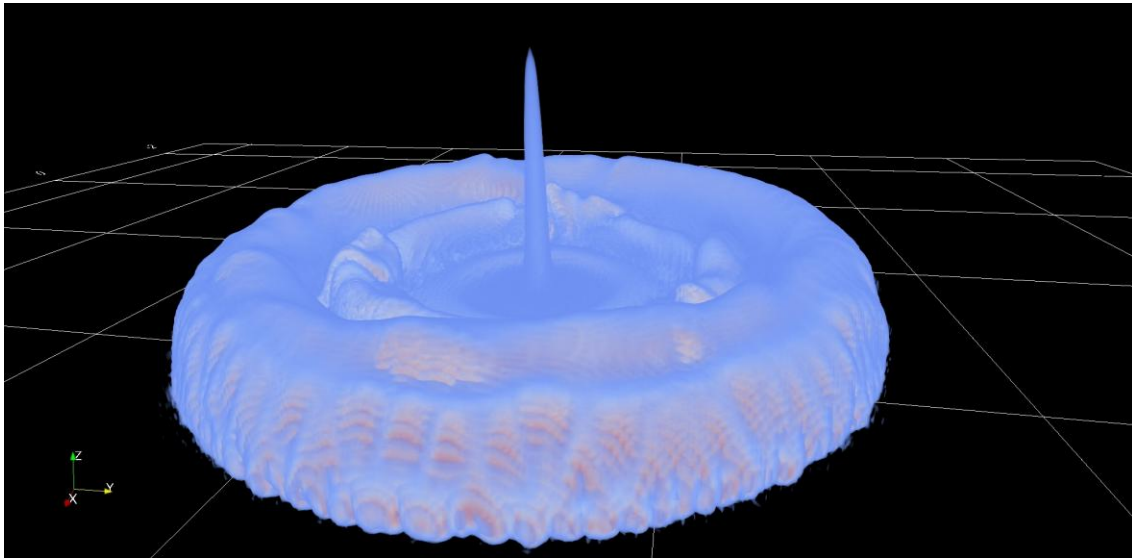


Figura 10 e: Visualización de la concentración para $t=3.75$

Figuras 10 a, b, c, d, e: Estructura de la corriente cilíndrica de densidad en $t = 0, 1, 2, 3$ y 3.75
Visualización de la concentración.

La compleja estructura 3D de vórtices en la corriente se extrajo utilizando el criterio λ_{ci} y pudo visualizarse correctamente con el método utilizado. Como se ve en las figuras 11 y 12, con la técnica empleada se pueden observar claramente las estructuras coherentes. En las siguientes imágenes (figuras 11 a, b, c, d) se observa el desarrollo de la corriente cilíndrica y como las estructuras coherentes se van formando y desarrollando a lo largo del tiempo.

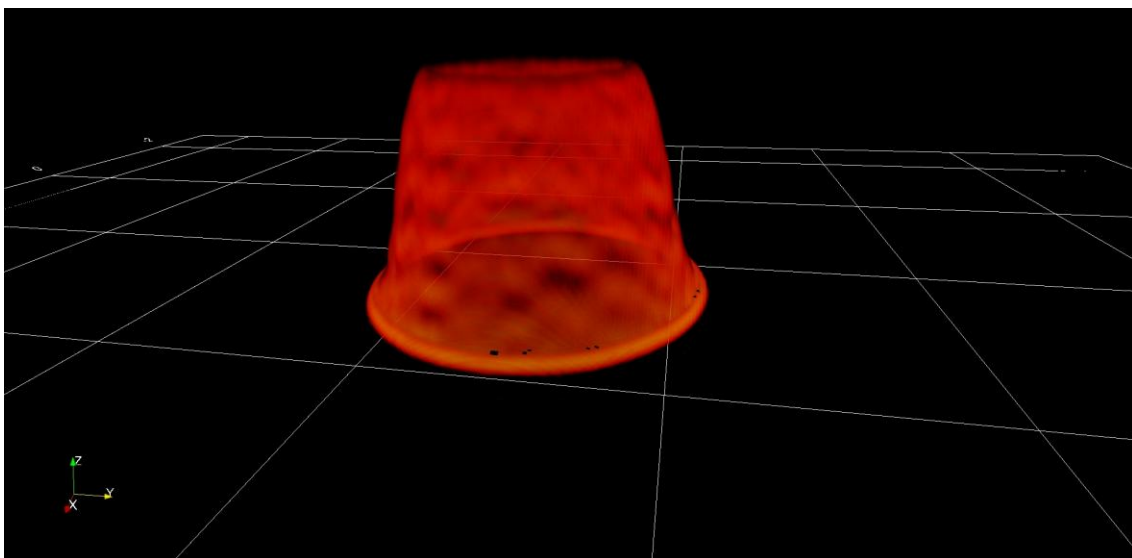


Figura 11 a: Visualización de las estructuras coherentes en $t=1$

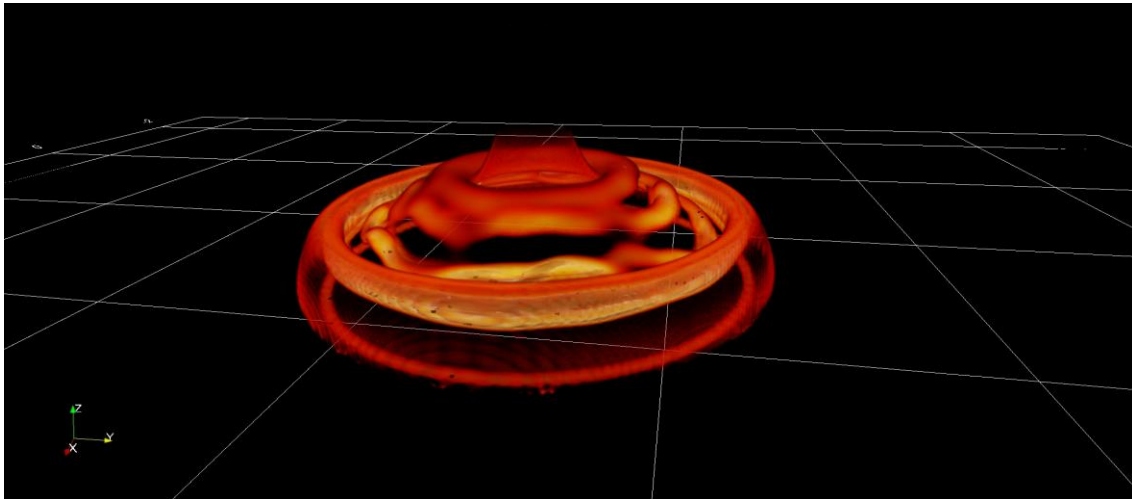


Figura 11 b: Visualización de las estructuras coherentes en $t=2$

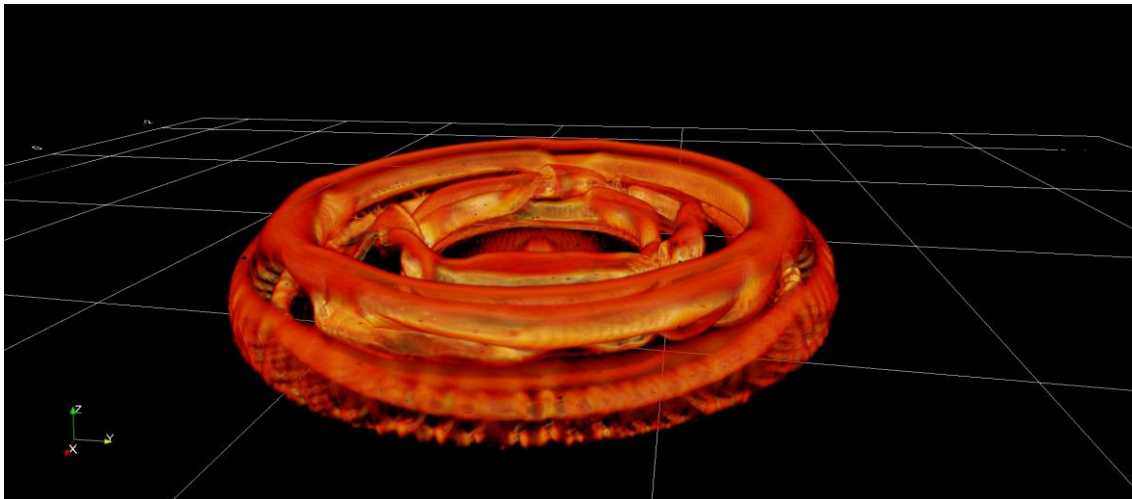


Figura 11 c: Visualización de las estructuras coherentes en $t=3$

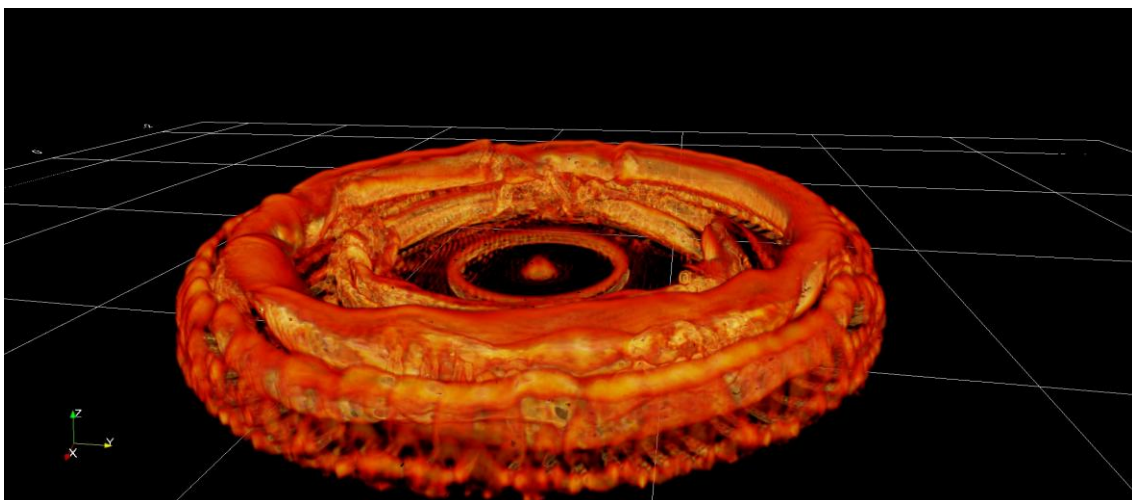


Figura 11 d: Visualización de las estructuras coherentes en $t=3.75$

Como se ve en las figuras 12, aparte de anillos de vórtices, lóbulos y hendiduras, también se visualizan claramente estructuras coherentes inclinadas y vórtices herradura (“hairpin vortex”), los que se encuentran inclinados hacia el eje. En las imágenes, estas estructuras se han denominado **HV**.

A medida que la interfaz entre los fluidos se desarrolla, se van formando vórtices de Kelvin-Helmholtz, que se asocian a regiones de alta turbulencia en el flujo. Estas regiones fueron demarcadas en las figuras con las letras **KH**.

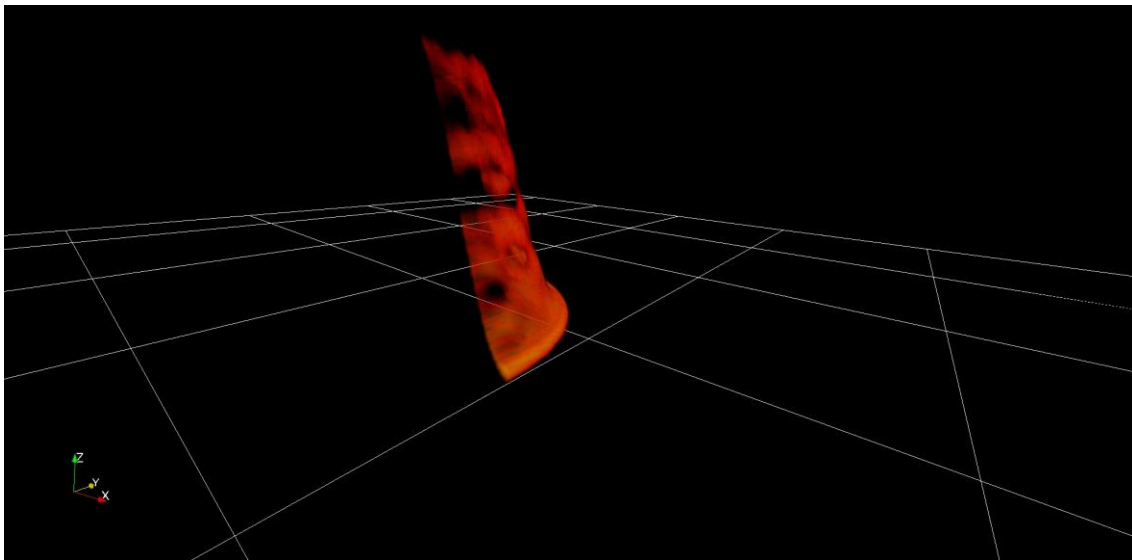


Figura 12 a: Visualización de las estructuras coherentes en $t=1$

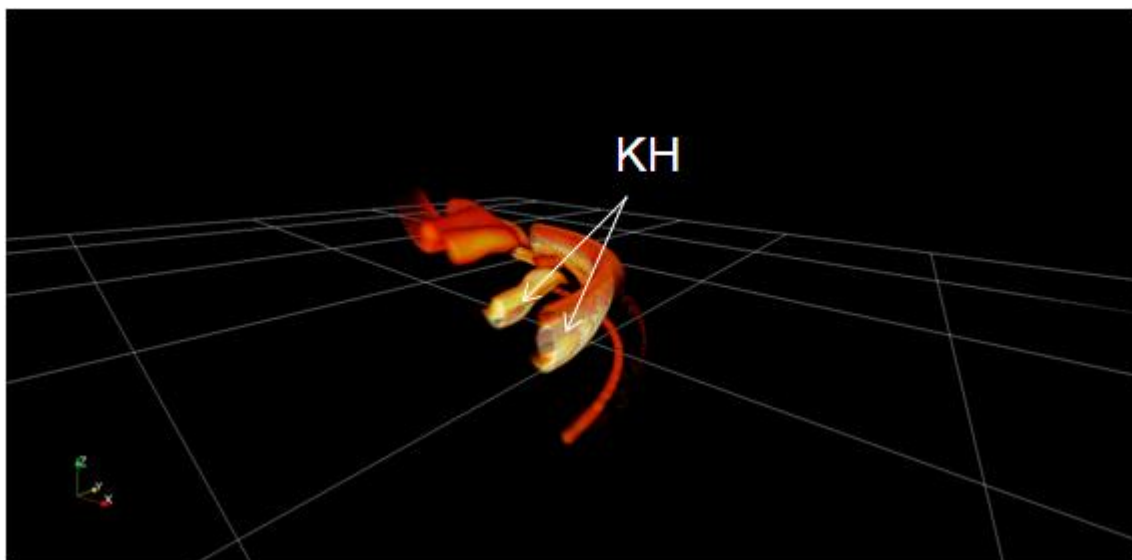


Figura 12 b: Visualización de las estructuras coherentes en $t=2$

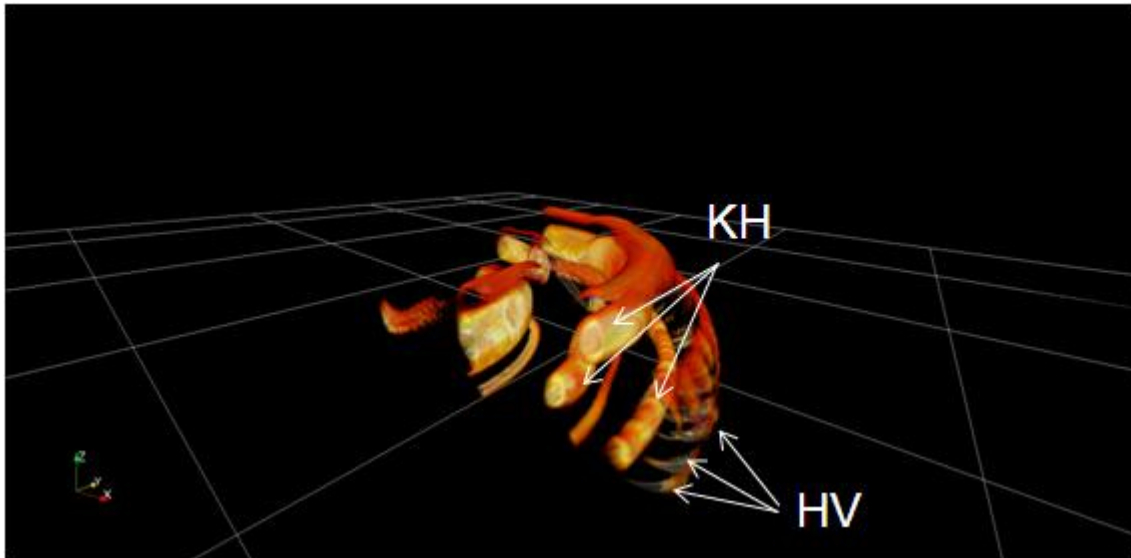


Figura 12 c: Visualización de las estructuras coherentes en $t=3$

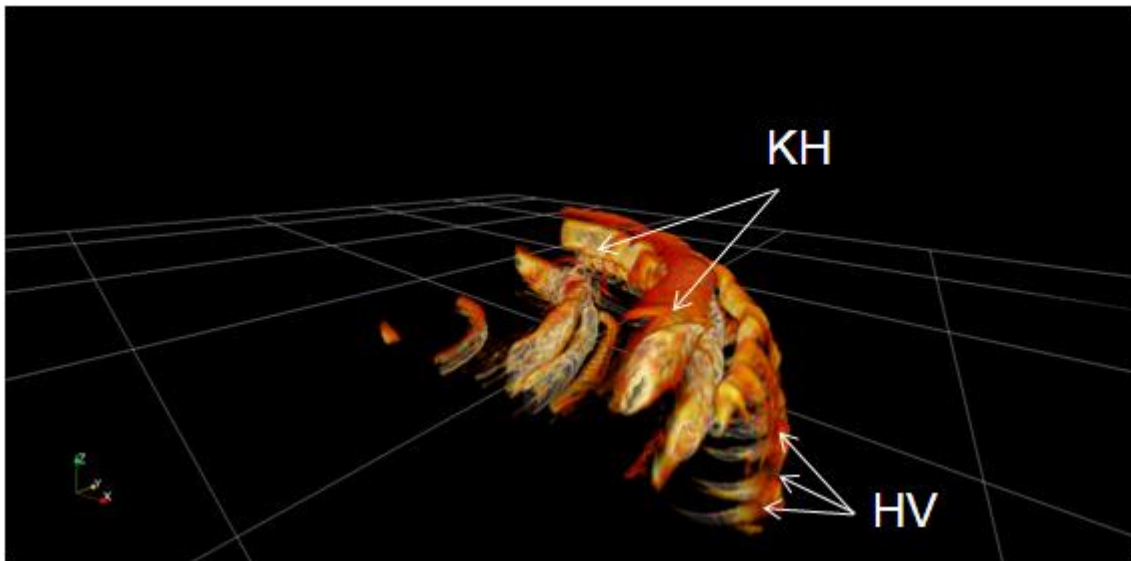


Figura 12 d: Visualización de las estructuras coherentes en $t=3.75$

Figuras 12 a, b, c, d: Estructuras turbulentas visualizadas mediante la técnica de "volumen rendering" de λ_{ci} . En estas figuras se observa la evolución en el tiempo de algunas estructuras coherentes. Los tiempos que se observan son $t = 1, 2, 3$ y 3.75

OBSERVACIÓN:

Además de las imágenes aquí mostradas, se generaron videos de los parámetros mencionados; lográndose no solo videos bidimensionales, sino también algunos que pueden ser vistos en forma estereoscópica (video 3D).

ACLARACIÓN IMPORTANTE:

A ESTE INFORME SE ADJUNTA UN CD CON TODO LO LOGRADO A LO LARGO DE LA PASANTÍA. EN EL MISMO SE ENCUENTRAN NO SOLO VIDEOS INTERACTIVOS DE LOS CASOS ANALIZADOS, SINO TAMBIEN ALGUNAS IMÁGENES. VALE ACLARAR QUE EN EL CD, NO SOLO HAY VIDEOS BIDIMENSIONALES, SINO TAMBIEN ESTEREOSCOPICOS (3D).

CONOCIMIENTOS ADQUIRIDOS

Durante mi estadía como pasante en la División de Mecánica Computacional adquirí conocimientos muy variados sobre el trabajo con diferentes sistemas operativos, editores y softwares que desconocía anteriormente, entre los cuales puedo nombrar:

- Uso del sistema operativo *Linux*.
- *Programación con lenguaje Fortran90*. Este es un lenguaje de programación de alto nivel de propósito general, procedimental e imperativo, que está especialmente adaptado al cálculo numérico y a la computación científica. Ha estado en uso continuo por más de medio siglo en áreas de cómputo intensivo tales como la predicción numérica del tiempo, análisis de elementos finitos, dinámica de fluidos computacional (CFD), física computacional, y química computacional. Es uno de los lenguajes más populares en el área de la computación de alto rendimiento.
- *Utilización del código de visualización ParaView*. Este es un código abierto, multi-plataforma de análisis de datos y aplicación de visualización. Permite crear rápidamente visualizaciones para el análisis de datos mediante técnicas cualitativas y cuantitativas. Fue desarrollado para analizar conjuntos de datos extremadamente grandes recursos de computación distribuidos que utilizan la memoria.

CONCLUSIÓN

En este período aprendí el uso de una técnica de captura de vórtices en flujos turbulentos para un posterior análisis de estructuras coherentes en simulaciones directas de turbulencia. A través del método utilizado, pude estudiar las estructuras coherentes existentes en un determinado flujo. A su vez, pude visualizar la dinámica del flujo a través del estudio de la evolución temporal de las diferencias de densidad entre un fluido homogéneo (el más denso) y el fluido del ambiente (el menos denso).

Las modelaciones matemáticas y las simulaciones a escala brindan herramientas para estudiar flujos tridimensionales que frecuentemente son inmensurables en campo debido a su alto nivel destructivo. Con estos modelos, se puede entender la fluido dinámica y los fenómenos turbulentos.

El estudio de las estructuras coherentes es prometedor no sólo para la comprensión de los fenómenos de turbulencia, sino también para el modelado de estos sucesos.

Según mis observaciones, la técnica constituye un campo de investigación en el que bien vale la pena incursionar, visto los impresionantes avances tecnológicos en el área de la computación.

En cuanto a un balance meramente personal, éste ha sido un período sumamente fructífero, si bien introductorio, que me ha permitido explorar un campo de investigación muy interesante. Creo que fue una experiencia muy enriquecedora y un sueño hecho realidad. Poder llegar al Instituto Balseiro, una entidad tan prestigiosa en el país, fue para mí un gran desafío y me encantó poder participar de este programa.

El proyecto fue muy importante para mí ya que en la actualidad me desempeño como Ayudante de Investigación en el grupo DETu (Descripción Experimental de la Turbulencia) para el Proyecto "CARACTERIZACIÓN EXPERIMENTAL DE ESTRUCTURAS TURBULENTAS EN FLUJOS COMPLEJOS"; del Departamento Hidráulica de la Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales de la Universidad Nacional de Córdoba, bajo la dirección del Dr. Ing. Carlos Marcelo García. Este grupo realiza permanentes colaboraciones con docentes del Instituto Balseiro, más precisamente con el

Dr. Mariano Cantero, quien en esta oportunidad fue mi director y guía de proyecto.

La técnica aprendida me será muy útil, ya que lo que vi a lo largo de estas semanas es complementario a lo que aplico en mi universidad, por lo que estoy convencido que todo lo estudiado en este tiempo no quedará en vano sino que será aplicado en mi institución sin ningún lugar a dudas.

Para finalizar, quisiera comentar que ha sido un gran orgullo para mí el haber tenido la posibilidad de formar parte de este prestigioso equipo de trabajo.

Demás está decir que lo que viví estas 4 semanas junto al Grupo de Mecánica Computacional superó mis expectativas con las que venía desde mi lugar de origen.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=QmRRpmX0RIg&translated=1>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=Gq-sUhP3kDI&translated=1>
- ✓ <https://netfiles.uiuc.edu/mcantero/www/research/publications.html>
- ✓ <http://www.youtube.com/user/CFDLabUCSB>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=tKagrAH9lwo&feature=related>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=-DHRAS9guw0>
- ✓ http://www.youtube.com/watch?v=AfueW-cp_s8&feature=related
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=5y9AnJWdEEY&feature=related>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=ZhdQnnONWI4&feature=related>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?v=Bqg31OwAqEQ&feature=related>
- ✓ <http://www.youtube.com/watch?NR=1&feature=endscreen&v=GW2LRo2ZigQ>
- ✓ <http://www.stanford.edu/group/ctr/>

AGRADECIMIENTOS

- A Mariano Cantero por su gran dedicación y paciencia conmigo a lo largo de este mes de trabajo. Sin su buena predisposición este trabajo jamás podría haber sido posible.
- A Enzo Dari, Daniela Arnica y Pablo Argañarás, quienes ante cualquier inquietud que me surgía nunca dudaron en colaborar conmigo y despejarme las dudas.
- A mis compañeros de trabajo a lo largo de estas semanas, quienes hicieron más llevaderas mis jornadas y me ayudaron ante los inconvenientes que iba teniendo.
- A cada una de las personas que día a día hacen posible el correcto funcionamiento de las instalaciones de la División de Mecánica Computacional.
- A las personas que me seleccionaron y me permitieron participar de las Pasantías de Verano 2012 en el Instituto Balseiro, ya que si no hubiese sido por ellas jamás habría podido llegar a vivir esta inolvidable experiencia.

REFERENCIAS

- ☞ Tesis de doctorado: “Modelos reducidos para el control de flujos con actuadores EHD” - Juan Gastón Leonel D’Adamo – 2007
 - ☞ Turbulent structures in planar gravity currents and their influence on the flow dynamics – Cantero, Balachandar, García, Bock
 - ☞ Turbulence and coherent structures in fluids, plasmas and non linear media – Chapter 6 – Jiménez
 - ☞ Coherent Flow Structures in Open Channels – Smith
 - ☞ On the relationships between local vortex identification schemes. Chakraborty, Balachandar, Adrian
 - ☞ Access Magazine – Density Currents
 - ☞ Flow structures in planar and cylindrical gravity currents - Cantero, Balachandar, García
 - ☞ High resolution simulations of cylindrical density currents - Cantero, Balachandar, García
 - ☞ On the front velocity of gravity currents - Cantero, Balachandar, García
 - ☞ Analysis and interpretation on instantaneous turbulent velocity fields – Adrian, Christensen, Liu
 - ☞ A study on the coherent structures in homogeneous isotropic turbulence - Uddin, Oshima, Tanahashi, Miyauchi
 - ☞ Tesis de doctorado Cantero 2007: “Modeling and large scale simulations of thermohaline and particulate density currents”
 - ☞ Theoretical and numerical modeling of turbidity currents as two-phase flows – Cantero
- (1) Hussain A., Coherent structures—reality and myth. [Physics of Fluids 26, 2816 (1983)]
 - (2) Holmes, P. J., Lumley J. L., and Berkooz, G., Turbulence, coherent structures, symmetry and dynamical systems. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1996.
 - (3) Lesieur M. Turbulence and coherent vortices.(1993) En Computational Fluid
 - (4) Dynamics, eds. M Lesieur, P. Comte, J. Zinn-Justin. Elsevier, New York. Weiss, J. (1992). The dynamics of enstrophy transfer in two-dimensional hydrodynamics, Physica D, 48, 273.



Informe Final Escuela de Verano 2012

Estudio de la Estructura de Dominios Magnéticos en Películas Delgadas de FePt y su Variación por Efecto de la Temperatura.

Alumno: Lic. Jonás M. Guzmán¹

Director: Dr. Alejandro Butera²

¹ Departamento de Físicoquímica – Facultad de Ciencias Químicas – Universidad Nacional de Córdoba

² Laboratorio de Resonancia Magnéticas - Instituto Balseiro – Centro Atómico Bariloche

San Carlos de Bariloche, febrero de 2012

Estudio de la estructura de dominios magnéticos en películas delgadas de FePt y su variación por efecto de la temperatura

Jonás Manuel Guzmán¹, Nadia Álvarez², Alejandro Butera²

¹ Departamento de Físicoquímica – Facultad de Ciencias Químicas – Universidad Nacional de Córdoba

² Laboratorio de Resonancia Magnéticas - Instituto Balseiro – Centro Atómico Bariloche

Resumen

Se estudiaron las propiedades magnéticas de films delgados de FePt en su fase cristalina desordenada fcc (A1) y la variación de las mismas a bajas temperaturas. Se utilizó una serie de muestras con diferentes espesores (9, 19, 28, 35, 42, 49, 56 y 94 nm). Se corroboró la observación previa de que los films presentan un cambio de las propiedades magnéticas en función del espesor. Además, se observó un cambio en el comportamiento magnético de algunas muestras a bajas temperaturas (~80 K), originado en el relajamiento de tensiones propias del material que se produce al descender la temperatura y el consecuente cambio en la anisotropía perpendicular. Se realizaron medidas de resonancia ferromagnética (FMR), magnetometría VSM y microscopía de fuerza magnética (MFM). Las medidas de FMR con el campo aplicado perpendicular al film aportaron pocos indicios de cambio con la temperatura. En cambio, las medidas de magnetometría VSM arrojaron pruebas mucho más contundentes que indican una transición gradual desde una estructura de dominios magnéticos en forma de tiras (“stripes”) a una estructura tipo planar a medida que desciende la temperatura.

Introducción

Las aleaciones intermetálicas de FePt, FePd, y CoPt están siendo intensamente investigadas en la actualidad por sus potenciales aplicaciones como medio magnético para el almacenamiento de información.

Dentro de este marco, las películas delgadas de aleaciones de FePt de composición equiatómica o cuasi-equiatómica presentan un interés tecnológico relevante debido a sus propiedades magnéticas únicas, en particular su gran coercitividad y su alta anisotropía magnética (puede exceder un valor de $5 \cdot 10^7$ erg/cm³)^{1,2}. Sin embargo, estas propiedades sólo son observadas cuando la aleación se encuentra ordenada atómicamente en la fase cristalina fct del tipo L1₀, que es obtenida después de un tratamiento térmico adecuado a elevadas temperaturas³. Cuando las películas son fabricadas a temperatura ambiente, se

forma una fase cristalina fcc desordenada (llamada A_1), metaestable y relativamente “blanda” en cuanto a sus propiedades magnéticas.^{1,4,5} Desde el punto de vista magnético la fase desordenada se caracteriza por poseer una anisotropía magnetocristalina relativamente pequeña, que crece más de un orden de magnitud en la fase ordenada. Debido a la posibilidad de aplicaciones tecnológicas, la mayor parte de la investigación se ha enfocado en el entendimiento de las propiedades físicas de la fase ordenada, siendo escasa la investigación realizada en la fase desordenada⁶.

Ha sido reportado previamente^{4,5} que la deposición por sputtering de películas delgadas de FePt genera muestras que presentan un espesor crítico a partir del cual los dominios magnéticos del material a escala nanoscópica cambian notablemente. Para muestras más delgadas que el espesor crítico se observa una estructura de dominios magnéticos extendidos, donde la magnetización de cada dominio se ubica sobre el plano del film. Cuando se sobrepasa el espesor crítico se advierte la aparición de una pequeña componente de la magnetización perpendicular al plano del film que oscila continuamente pasando de ser “saliente” a “entrante” respecto a dicho plano y genera así una estructura de dominios magnéticos en forma de tiras o “stripes”. Si se aplica un campo lo suficientemente intenso ($H > 2$ kOe) en el plano de la película, el estado remanente se caracteriza por dominios en forma de tira, orientados en la dirección en la que se aplicó el campo magnético. Este efecto se conoce como anisotropía rotacional.

Estructuras similares han sido observadas previamente en varios materiales ferromagnéticos tales como Co⁷, FePd,^{8,9} Co₃Pt¹⁰, Permalloy (Fe₂₀Ni₈₀)^{11,12}. Este tipo de dominios magnéticos se observan en películas que presentan una componente de anisotropía magnética perpendicular al plano de las mismas. La anisotropía perpendicular es en general de origen magnetocristalino (especialmente en fases tipo L1₀), pero puede deberse también a una combinación de tensiones y un coeficiente de magnetostricción negativo (como en el Permalloy) o efectos de superficie (por ejemplo, en multicapas)¹³.

La transición mencionada de un tipo de estructura de dominios planares extendidos a una estructura de “stripes” alrededor de un espesor crítico, d_{cr} , se debe a la minimización de la energía magnética total del sistema¹³. El espesor crítico depende de propiedades del material tales como la anisotropía, la magnetización de saturación y la constante de intercambio. Existen modelos para el cálculo de d_{cr} que predicen valores altos en materiales

con alta magnetización, un valor grande de intercambio, o una anisotropía pequeña^{11,14}. El valor del espesor crítico se encuentra en el rango de 20-30 nm para películas delgadas de Co⁷, FePd parcialmente ordenado¹⁵, o FePt en su fase desordenada^{4,5} y puede tomar valores mayores (en el orden de los 200 nm) en películas con menor anisotropía¹².

El cociente entre la energía de anisotropía perpendicular y el término de demagnetización define el factor $Q = \frac{K_{\perp}}{2\pi M_s^2}$. Para $Q > 1$ la magnetización en cada “stripe” es esencialmente perpendicular a la superficie de la película, mientras que para $Q < 1$ la magnetización tiende a estar en el plano del film, pero con una componente neta alternante perpendicular al mismo¹⁶. Las películas delgadas de FePt en la fase A1 fabricadas por sputtering, suelen formarse con una textura [111], lo cual induce una anisotropía, de origen magnetocristalino, perpendicular al plano del film. Además se observa que presentan una compresión permanente en el plano que también induce una anisotropía en la dirección perpendicular, debido al valor positivo del coeficiente de magnetostricción⁵.

Objetivos

El objetivo general de este trabajo ha sido estudiar el comportamiento magnético de películas delgadas de FePt en su fase desordenada fcc (A1) en función del espesor de las mismas y la variación de dicho comportamiento con la temperatura. Para ello se plantean además los siguientes objetivos específicos:

- Analizar la estructura de dominios magnéticos en películas delgadas de FePt y su variación en función del espesor del film y la temperatura utilizando técnicas como resonancia ferromagnética (FMR), magnetometría VSM (Vibrating Sample Magnetometer), y microscopía de fuerza magnética (MFM).
- Entender los conceptos físicos fundamentales que afectan a la organización de los dominios magnéticos en estas muestras y, en base a ellos, intentar explicar la variación del comportamiento magnético de las muestras en función de su espesor y la temperatura, correlacionando los resultados experimentales obtenidos mediante las diferentes técnicas.
- Adquirir destreza en el manejo de equipos de medición, en particular en el equipo Bruker ESP300 de medidas de resonancia ferromagnética y en el equipo Veeco Dimension 3100 de microscopía MFM. Desarrollar habilidad en la obtención y el

análisis de los espectros de resonancia, lazos de histéresis y micrografías MFM.

Materiales y Métodos

Se utilizaron una serie de muestras de FePt 45/55 depositadas a temperatura ambiente por sputtering sobre un sustrato de silicio (100) naturalmente oxidado. Las muestras crecen con una tensión de compresión en el plano que produce una deformación $\epsilon_x \sim 0.0023$. Los espesores de film estudiados fueron 9, 19, 28, 35, 42, 49, 56 y 94 nm. Los coeficientes de expansión térmica del sustrato y del film son: Si $\sim 2.5 \times 10^{-6}/K$ y FePt $\sim 10.5 \times 10^{-6}/K$

Se realizaron mediciones de resonancia ferromagnética (FMR) y magnetometría VSM variando la temperatura (desde ambiente a bajas temperaturas). También se analizaron algunas muestras en un microscopio de fuerza atómica/magnética (AFM/MFM).

Para las mediciones de FMR se utilizó un espectrómetro Bruker ESP300. Las medidas se realizaron a una frecuencia de 9.5 GHz (banda X) y se aplicó un campo magnético variable y uniforme en dirección perpendicular a la película. Se cubrió el rango de temperaturas 140-300 K.

Para las mediciones de VSM se utilizó un equipo LakeShore 7400. Se cubrió el rango de temperaturas 80-300 K.

Para la obtención de las micrografías MFM se realizó un doble barrido en el modo de contacto intermitente (tapping). Esta técnica permite obtener un mapeo de los dominios magnéticos del film, descontando la fuerza electrostática debida a la topografía de la muestra de la fuerza total que experimenta la punta en contacto con la película. Las micrografías son obtenidas a temperatura ambiente y sin campo externo aplicado (estado remanente), aunque previamente se magnetiza la película fuera del microscopio.

Resultados Experimentales y Discusión

En la Figura 1 se muestran los espectros de resonancia ferromagnética para toda la serie de muestras, con el campo externo aplicado perpendicular al plano de la muestra, medidos a dos temperaturas diferentes (290K y 160K). Se utilizó esta geometría ya que las líneas adicionales se observan sólo cuando el campo se aplica cerca de la normal a la muestra. Los espectros se presentan normalizados y corridos arbitrariamente en la escala vertical para facilitar su comparación. Este corrimiento se realizó de modo que los espectros quedaran ordenados, de abajo hacia arriba, en orden creciente respecto al espesor de la muestra correspondiente. En todos los espectros se observa una línea principal bien definida, correspondiente a la absorción resonante de la muestra en su modo fundamental (modo

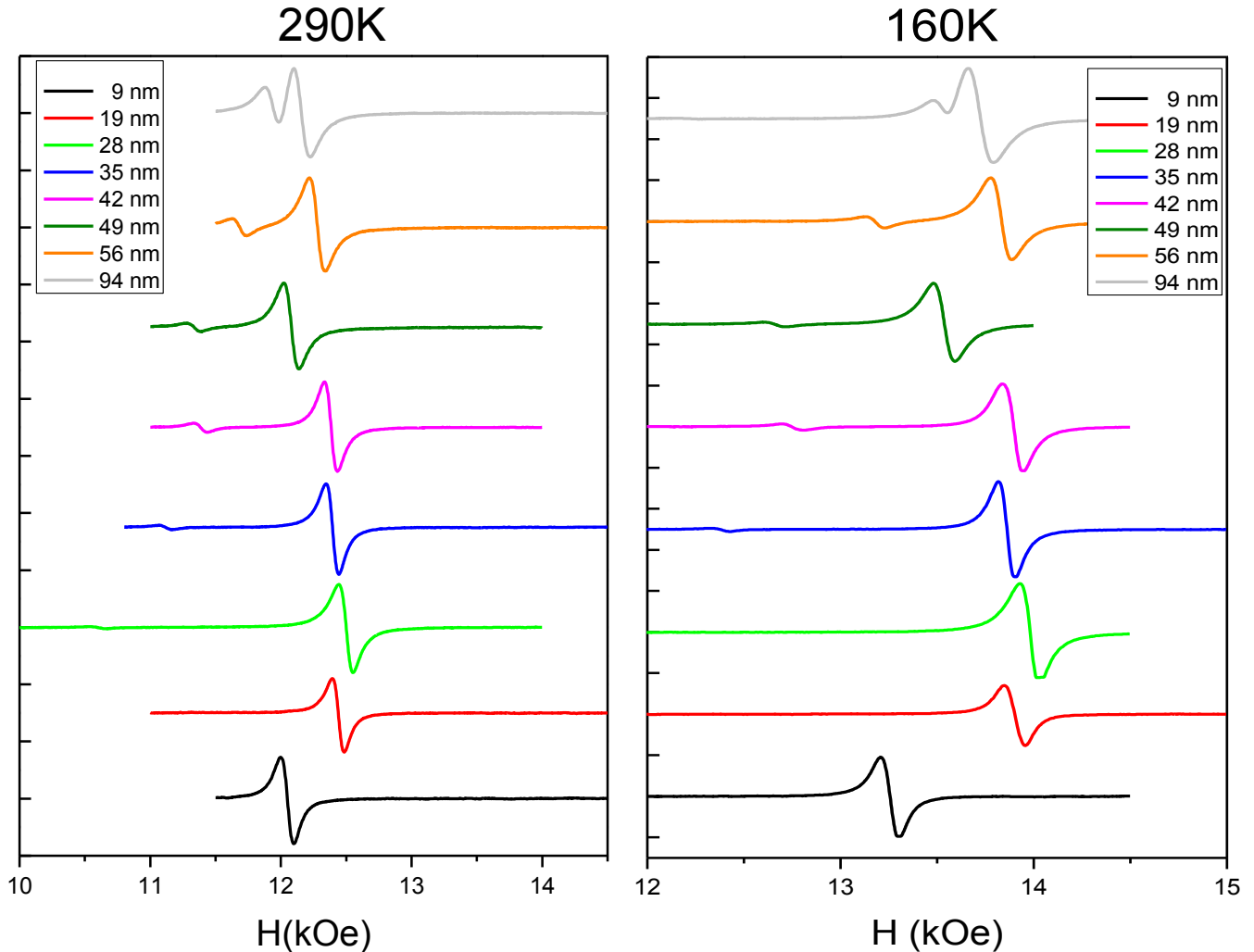


Figura 1: Espectros de resonancia ferromagnética obtenidos para toda la serie de espesores de film. Con fines comparativos, se muestran los espectros obtenidos a 2 temperaturas bien distintas, dando así una idea del comportamiento que se observa a temperaturas cercanas a T ambiente (290 K) y a bajas temperaturas (160 K).

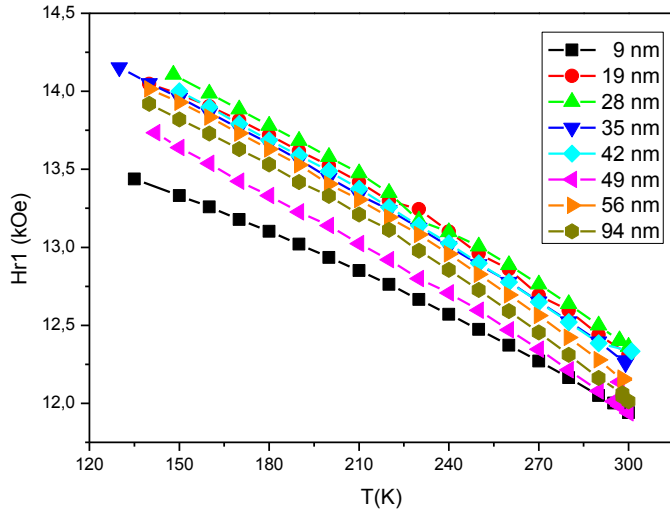


Figura 3: Campo de resonancia (H_{r1}) vs T.

disminuye progresivamente con el aumento de espesor (véase Fig. 4). En un trabajo previo, realizado en este mismo grupo de investigación, se sugiere una correlación entre la aparición de esta línea adicional y la presencia de dominios magnéticos tipo “stripe”¹⁷. Esto implicaría que las muestras de 9 y 19 nm presentan una organización de dominios magnéticos de tipo planar, mientras que las muestras con espesor $d \geq 28$ nm presentan dominios tipo “stripe”. Sin embargo, trabajos posteriores, indican que esta correlación parece ser fortuita¹⁸. Lo mismo se verifica para las 2 temperaturas aquí mostradas y, en general, para todas las temperaturas de medición en el rango 140-300K.

Para todas las muestras se verifica que, a menor temperatura, el campo de resonancia de la

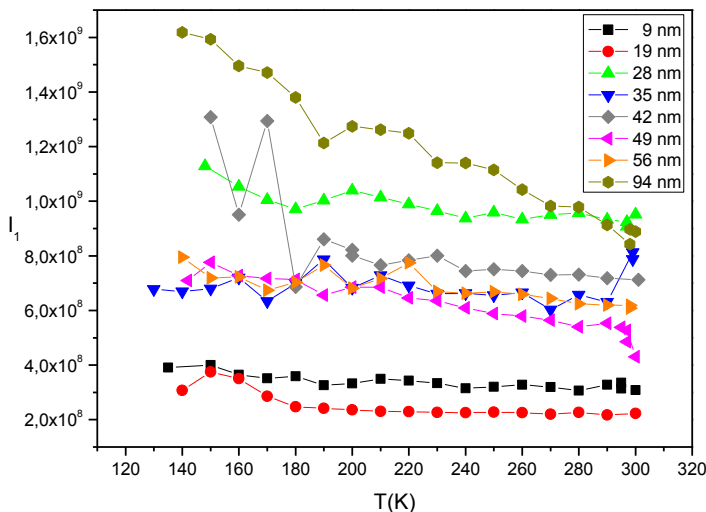


Figura 2: Intensidad del modo uniforme (I_1) vs T, para los distintos espesores de film.

uniforme). Además se observa, a partir de la muestra de 28 nm de espesor, una segunda señal mucho más débil corrida hacia campos menores respecto a la señal principal. Esta señal se hace progresivamente más intensa a medida que el espesor de la película aumenta. Al mismo tiempo, la separación en valores de campo entre ambas señales

disminuye progresivamente con el aumento de espesor (véase Fig. 4). En un trabajo previo, realizado en este mismo grupo de investigación, se sugiere una correlación entre la aparición de esta línea adicional y la presencia de dominios magnéticos tipo “stripe”¹⁷. Esto implicaría que las muestras de 9 y 19 nm presentan una organización de dominios magnéticos de tipo planar, mientras que las muestras con espesor $d \geq 28$ nm presentan dominios tipo “stripe”. Sin embargo, trabajos posteriores, indican que esta correlación parece ser fortuita¹⁸. Lo mismo se verifica para las 2 temperaturas aquí mostradas y, en general, para todas las temperaturas de medición en el rango 140-300K.

Para todas las muestras se verifica que, a menor temperatura, el campo de resonancia de la línea principal, H_{r1} , se corre hacia valores más altos. La tendencia obtenida en el rango de temperaturas estudiado se muestra en la Figura 2. Se observa un descenso continuo, no lineal, en el valor del campo de resonancia a medida que se aumenta la temperatura de medición. Por otra parte, se hallaron valores similares de H_{r1}

para todos los espesores, excepto en la muestra de 9 nm que presenta menores valores de campo de resonancia en todas las temperaturas. Este comportamiento es el esperado si se tiene en cuenta que los films no fueron protegidos contra la oxidación y es probable que estos efectos reduzcan la magnetización efectiva del material.

En la Figura 3 se muestra como varía la intensidad de la señal del modo uniforme, I_1 , en función de la temperatura. En general se observa un aumento leve de la intensidad al disminuir T . Este aumento es más notorio en el film de 94 nm. La intensidad medida es proporcional al número de momentos magnéticos de la muestra. Por lo general se cumple que las muestras más gruesas tienen valores de intensidad más grandes que las más delgadas, aunque esta tendencia debe ser tomada con sumo cuidado, ya que las intensidades no fueron normalizadas debido al muy pequeño tamaño de las muestras utilizadas (menos de 1 mm^2). Esto explica los valores inusualmente altos de I_1 en la muestra de 28 nm.

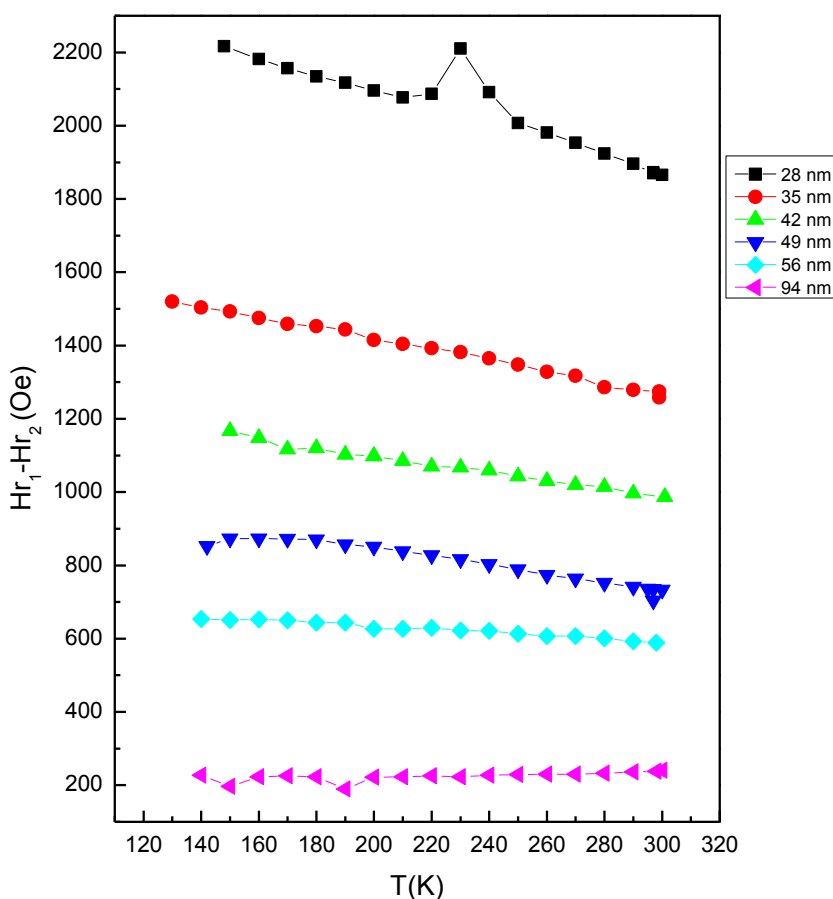


Figura 4: Separación de las líneas principal y secundaria ($H_{r1}-H_{r2}$) vs T , para los distintos espesores de film.

En la Figura 4 se muestra como varía la separación de las líneas principal y secundaria, $H_{r1}-H_{r2}$, en función de la temperatura. En general se observa una leve disminución de este parámetro cuando aumenta T . Para las muestras más delgadas (28 y 35 nm) la variación es más notable y a medida que aumenta el espesor de las muestras el valor tiende a ser más constante. Sólo en el caso de la muestra de 94 nm esta tendencia se invierte y existe un ligero aumento de la

separación al aumentar T. Todas las tendencias son aproximadamente lineales en el rango de temperaturas observado. Además, estas tendencias también pueden ser vistas comparando los espectros que se muestran en la Figura 1 para distintas temperaturas. Por otra parte, en la Figura 4 se observa, como se mencionó previamente, que la separación entre líneas disminuye notablemente a medida que aumenta el espesor de la película, pasando de ser ~ 2000 Oe para un film de 28 nm a ~ 200 Oe para uno de 94 nm. Esto se debe a que la separación entre el modo uniforme y los modos excitados es aproximadamente

proporcional a $1/d^2$.¹⁸

En la muestra de 28 nm se observan 3 puntos alejados notablemente de la tendencia para los valores 220, 230 y 240 K. Esta importante desviación en el comportamiento bien puede deberse a un error experimental relacionado con la determinación y estabilización de la temperatura de la muestra o puede ser un indicio de un comportamiento anómalo, pero real, en ese estrecho rango de temperaturas. Para determinar este hecho fehacientemente debería repetirse la medición con esta muestra y, en caso de descartar el error experimental, este extraño

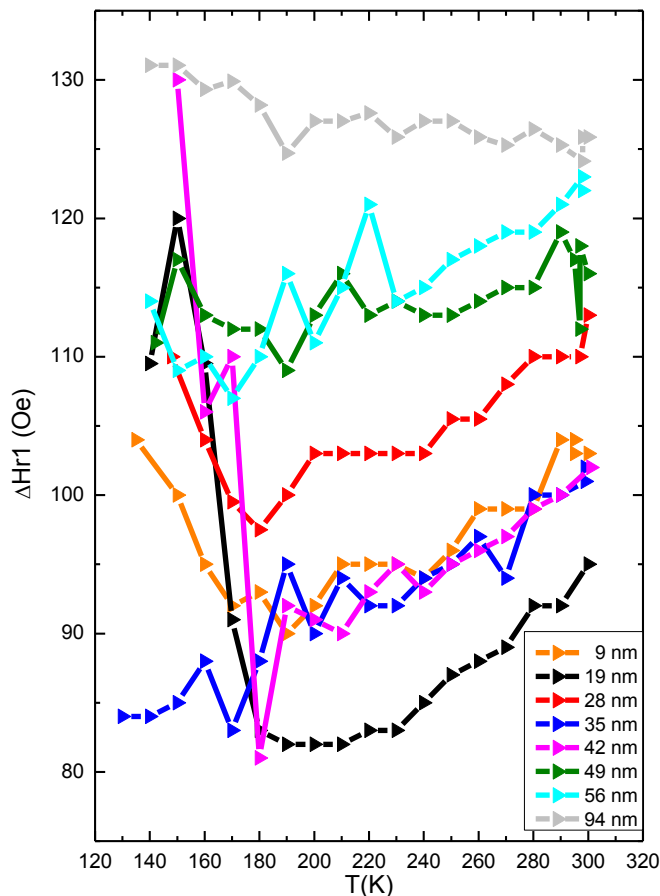


Figura 5: Ancho de línea del modo uniforme (ΔH_{r1}) vs T.

comportamiento debería ser objeto de un estudio más detallado.

En la Figura 5 se muestra la variación del ancho de línea del modo principal, ΔH_{r1} , en función de T, para todo el rango de espesores estudiado. Este es el parámetro con el comportamiento más anómalo de los aquí estudiados. Normalmente, ΔH_{r1} aumenta al disminuir T (como ocurre en el film de 94 nm) pero, en la mayoría de las muestras, se observa una tendencia a disminuir el ancho de línea, de manera relativamente gradual, al

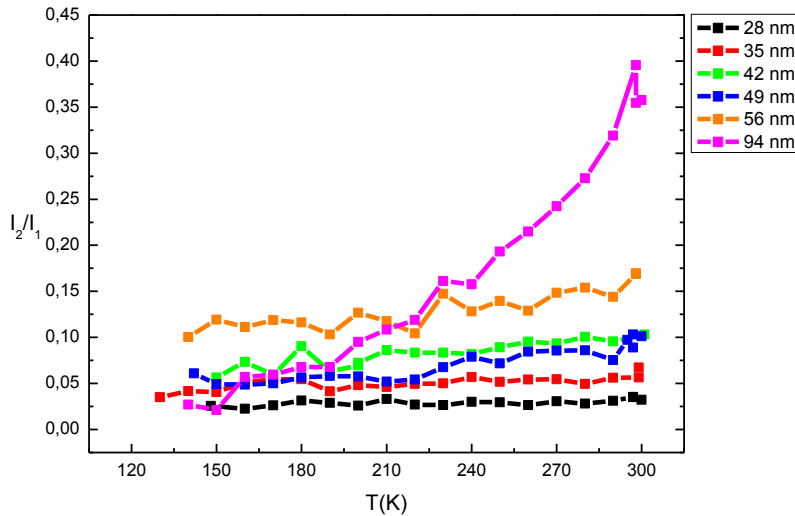


Figura 6: Relación de intensidades de la señal principal y la secundaria (I_2/I_1) vs T, para distintos espesores de film estudiados.

único indicio, en las mediciones de FMR realizadas, de un cambio en la estructura de dominios magnéticos de las muestras con la variación de T. Por otro lado, no se observa una correlación entre el ancho de línea y el espesor del film, aunque las tres películas más gruesas (49, 56 y 94 nm) presentan, en general, los valores más altos de ΔH_{r1} de toda la serie.

En la Figura 6 se muestra la variación de la relación de intensidades entre las señales, I_2/I_1 , con T. Se observa que la misma decrece en general al bajar la temperatura. El cambio más notorio se da para la muestra de 94 nm, pasando de un valor de $I_2/I_1=0,4$ a temperatura ambiente (300 K) a otro de $I_2/I_1\sim 0,025$ a 150 K. Este cociente, para una dada T, aumenta generalmente junto con el espesor del film. Sin embargo, esto no se cumple bien en todo el rango de temperaturas, particularmente para la muestra de 94 nm, y no se puede establecer una relación directa entre estas dos cantidades.

Se puede concluir entonces que la resonancia ferromagnética no aporta grandes evidencias de cambios en la estructura magnética del material, y sólo la variación anómala del ancho de línea del modo principal parece indicar que algo “extraño” sucede al llevar las muestras a bajas temperaturas (cercasas a los 140 K).

En la Figura 7 se observan los lazos de histéresis obtenidos por magnetometría VSM para dos espesores de film distintos (42 y 94 nm) y a tres temperaturas diferentes (80, 200 y 290-300 K). Se observa un cambio notorio en el lazo de histéresis de la muestra de 42 nm al pasar de 200 K a 80 K. El lazo se vuelve más ‘cuadrado’ y hay una disminución notable

descender la temperatura en el rango 300-180 K. En algunas muestras esta tendencia se mantiene en todo el rango de temperaturas estudiado, pero en varias otras (9, 19, 28 y 42 nm) se advierte un aumento brusco del ancho de línea por debajo de los 180 K. Este parece ser el

del campo coercitivo. En la muestra de 94 nm esto no ocurre y no parece haber cambios significativos al variar la temperatura, ya que los tres lazos son muy similares entre sí. Esta disminución significativa del campo coercitivo en el film de 42 nm es un fuerte indicio de la desaparición de la estructura de stripes a bajas temperaturas (80 K). Dados estos resultados, se realizó una medición más detallada del campo coercitivo en función de la temperatura para dicha muestra de 42 nm, con el propósito de determinar la temperatura de transición entre un tipo de estructura magnética (tiras) y otro (planar). Los resultados se

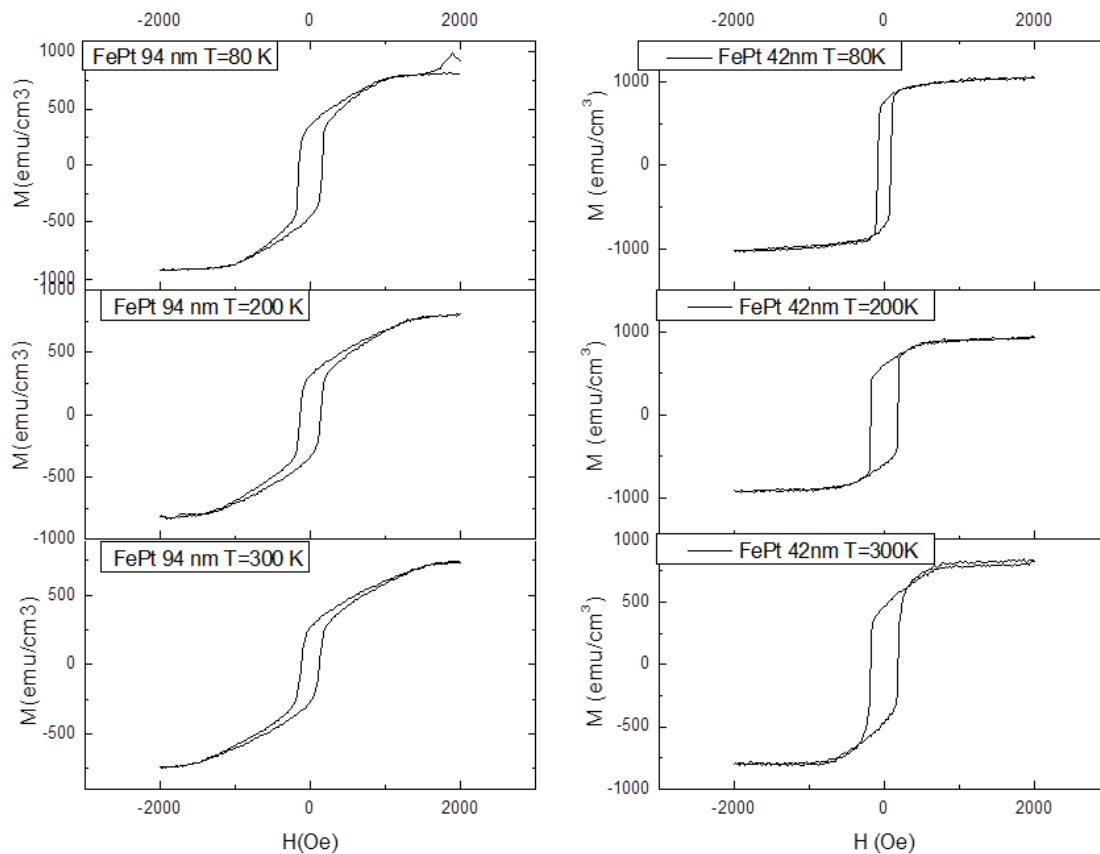


Figura 7: Lazos de histeresis obtenidos por magnetometría VSM para una muestra de 94 nm (panel izquierdo y para otra de 42 nm (panel derecho) a tres temperaturas diferentes (80, 200 y 300 K).

muestran en la Figura 8. Se observa una disminución lineal del campo coercitivo, H_c , al disminuir la temperatura en el rango 220-80 K. La continuidad de la curva indica que, contrariamente a lo que se pensó en un principio, no hay una transición abrupta a una dada temperatura sino una evolución continua entre una estructura de dominios en tiras y una planar. Más allá de la continuidad de este cambio, estos resultados constituyen un importante indicio de que el descenso de T produce efectivamente una relajación de las tensiones naturales del film lo suficientemente significativa como para tener algún efecto en

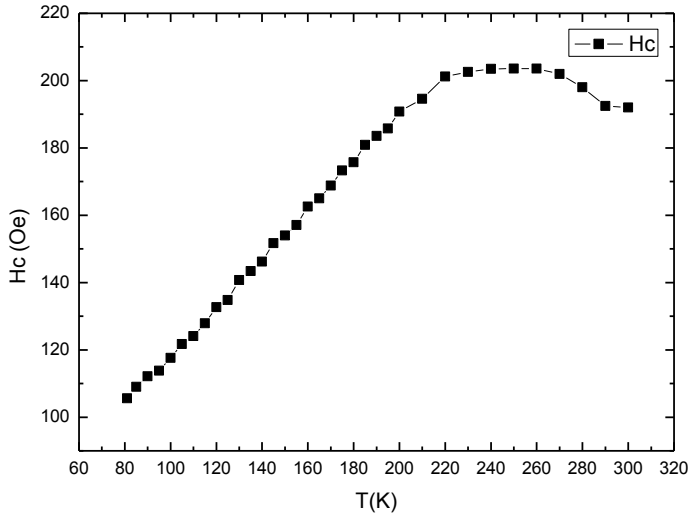


Figura 8: Campo coercitivo (Hc) vs T, medido para un film de 42 nm de espesor.

Variar dicho parámetro permite generar películas con mayor o menor grado de ordenamiento a nivel atómico, que incide notablemente en las características magnéticas

de la componente perpendicular de la anisotropía magnética y, en consecuencia, afectar la estructura y propiedades magnéticas de la película delgada.

En la Figura 9 se muestran las imágenes de microscopía AFM/MFM obtenidas para dos muestras del mismo espesor (100 nm) pero crecidas con diferente presión de argón en el proceso de sputtering.

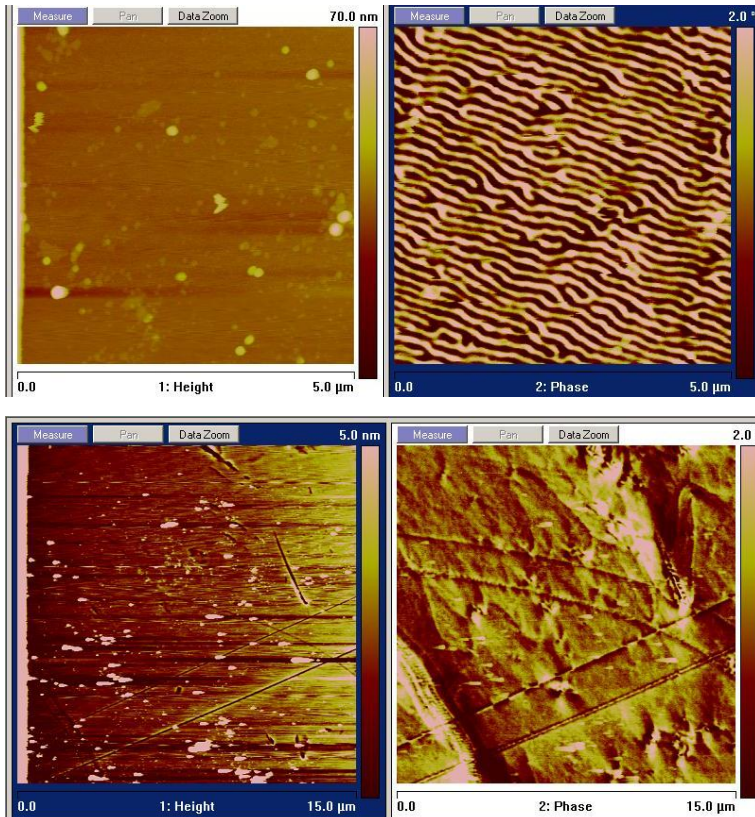


Figura 9: Micrografías AFM/MFM. La doble imagen superior corresponde a un film de 100 nm de espesor fabricado con 3 mTorr de Ar. La doble imagen inferior corresponde a un film de 100 nm de espesor fabricado con 15 mTorr de Ar. En ambos casos se observa la topografía (izquierda) y la estructura de dominios magnéticos (derecha) de la muestra.

del film. Típicamente, aumentar la presión de argón aumenta el grado de desorden de la película generada.

La muestra más ordenada, fabricada con 3 mTorr de argón, presenta una estructura magnética con dominios en forma de tiras (Fig. 9 arriba).

Es notable la direccionalidad de las tiras, teniendo en cuenta que esta imagen se ha tomado con campo externo aplicado $H=0$. En remanencia, los stripes quedan alineados según

la historia magnética del material. Un campo externo aplicado puede cambiar la

dirección de los dominios, los que se alinean con el mismo (anisotropía rotacional). En la otra muestra, generada con 15 mTorr de argón, no se observa la presencia de stripes sino más bien una estructura magnética de tipo planar (Fig. 9 abajo). No se distinguen con claridad bordes de dominio debido a la gran extensión de los mismos. Se demuestra entonces como la modificación en el ordenamiento atómico propio del proceso de fabricación de la muestra afecta el ordenamiento magnético de la misma. Se pueden obtener así films que tienen un mismo espesor pero muestran un comportamiento magnético totalmente diferente entre sí.

Conclusiones

- Se estudió la estructura de dominios magnéticos en películas delgadas en función del espesor del film y su variación con la temperatura.
- Se encontró por magnetometría VSM que, para algún espesor dado de film, la disminución de T produce una relajación de tensiones de la muestra suficientemente importante para afectar la estructura de dominios magnéticos de la película. Esto se refleja en el cambio de forma del lazo de histéresis y en la disminución notable del campo coercitivo a bajas T (80 K), lo cual indica una desaparición de dominios en forma de tira.
- La variación continua del campo coercitivo con T sugiere que el cambio de un tipo de estructura de dominios hacia otro es más bien gradual y no se produce una transición abrupta a una temperatura crítica.
- No se puede, por el momento, establecer una correlación directa entre la aparición de modos secundarios en el espectro de FMR y la presencia de stripes en la muestra, aunque existe una coincidencia experimental.
- Las mediciones de FMR, con el campo aplicado perpendicularmente al plano del film, no dan suficientes indicios de cambios en la estructura magnética del material, excepto por un comportamiento anómalo del ancho de línea del modo uniforme. Se sugiere variar la dirección del campo externo, aplicándolo en forma paralela al film.
- Variando la presión de argón durante el crecido de la película, se puede controlar el grado de ordenamiento atómico y modificar las propiedades magnéticas del

material. Se pueden obtener entonces films con el mismo espesor pero con un comportamiento magnético muy distinto.

Referencias

-
- ¹ S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami, T. Miyazaki, Y. Shimada, K. Fukamichi, *Phys. Rev. B* 66 (2002) 024413.
 - ² K. R. Coffey, M. A. Parker, J. K Howard, *IEEE Trans. Magn.* 31 (1995) 2737.
 - ³ J. M. Vargas, R. D. Zysler, L. M. Socolovsky, M. Knobel, D. Zanchet, *J. Appl. Phys.* 101 (2007) 023903.
 - ⁴ M. Vásquez Mansilla, J. Gómez, A. Butera, *IEEE Trans. Magn.* 44 (2008) 2883.
 - ⁵ M. Vásquez Mansilla, J. Gómez, E. Sallica Leva, F. Castillo Gamarra, A. Asenjo Barahona, A. Butera, *J. Magn. Magn. Mater.* 321 (2009) 2941.
 - ⁶ S. E. Roshdestwensky, *Caracterización Magnética de Films Delgados de FePt*, Informe Final Escuela de Verano Instituto Balseiro (2009).
 - ⁷ M. Hehn, S. Padovani, K. Ounadjela, J. P. Bucher, *Phys. Rev. B* 54 (1996) 3428.
 - ⁸ V. Gehanno, Y. Samson, A. Marty, B. Gilles, A. Chamberod, *J. Magn. Magn. Mater.* 172 (1997) 26.
 - ⁹ A. Asenjo, J. M García, D. García, A. Hernando, M. Vázquez, P. A. Caro, D. Ravelosona, A. Cebollada, A. Briones, *J. Magn. Magn. Mater.* 196-197 (1999) 23.
 - ¹⁰ L. Folks, U. Ebels, R. Sooryakumar, R. Rokhlin, D. Weller, R. F. C. Farrow, *Proc. Magneto-Optical Recording Int. Symp.* 23 (1999) 85.
 - ¹¹ R. Bručas, H. Hafermann, M. I. Katsnelson, I. L. Soroka, O. Eriksson, B. Hjörvarsson, *Phys. Rev. B* 69 (2004) 064411.
 - ¹² C. A. Ramos, E. Vassallo Brigneti, J. Gómez, A. Butera, *Physica B* 404 (2009) 2784.
 - ¹³ E. Sallica Leva, R. C. Valente, F. Martínez Tabares, M. Vásquez Mansilla, S. Roshdestwensky, A. Butera, *Phys. Rev. B* 82 (2010) 144410.
 - ¹⁴ A. L. Sukstanskii, K. I. Primak, *J. Magn. Magn. Mater.* 169 (1997) 31.
 - ¹⁵ V. Gehano, R. Hoffmann, Y. Samson, A. Marty, S. Auffret, *Eur. Phys. J. B* 10 (1999) 457.
 - ¹⁶ A. Hubert & R. Schäfer, *Magnetic Domains*, 3er ed (Springer, Nueva York, 2009).
 - ¹⁷ E. Burgos, A. Butera, *Resonancia ferromagnética en films delgados de FePt con dominios magnéticos tipo "stripe"*, Informe Final Escuela de Verano Instituto Balseiro (2010).
 - ¹⁸ E. Burgos, E. Sallica Leva, F. Martínez Tabares, M. Vásquez Mansilla, A. Butera, *Phys. Rev. B* 83 (2011) 174417.