

AVTINOMA DE MEXICO

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

## FACULTAD DE QUÍMICA

## MODELACIÓN MATEMÁTICA DEL CAMPO TÉRMICO DURANTE EL PROCESO DE SINTERIZADO *PL-SPS*

## TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

# PRESENTA MARCO ANTONIO REYES ORTIZ



CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., 2018



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

### DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

### JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE:	Profesor: José Bernardo Hernández Morales
VOCAL:	Profesor: Gerardo Sanjuan Sanjuan
SECRETARIO:	Profesor: Benjamín Beltrán Fragoso
1er SUPLENTE:	Profesor: Diego Enrique González González
2do SUPLENTE:	Profesor: Roberto Cruces Reséndez

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:** Facultad de Química, UNAM y Centro de Investigación e Innovación Tecnológica (CIITEC) del Instituto Politécnico Nacional.

ASESOR DEL TEMA: Dr. José Bernardo Hernández Morales

SUPERVISOR TÉCNICO: M. en I. Roberto Cruces Reséndez

**SUSTENTANTE:** Marco Antonio Reyes Ortiz

# Agradecimientos

Agradezco al Dr. Edgar Benjamín Montufar Jiménez, investigador de Brno University of Technology, por su valiosa asesoría para el desarrollo de este trabajo y su apoyo para la operación de los equipos de laboratorio.

Gracias al Dr. Sebastián Díaz de la Torre, director del CIITEC del IPN por poner a mi disposición el espacio, equipo y material necesarios para llevar a cabo este trabajo.

Part of this work was supported by the project MatProcessing-4-Med (5SA14634) funded by the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under the Marie Skodowska-Curie and was co-financed by the South Moravian Region under grant agreement 665860

# Tabla de contenido

	Agradecimientos	<u>ii</u>			
	Glosario de símbolos	v			
1.	Introducción	1			
	1.1. Antecedentes	1			
	1.2. Justificación del trabajo	4			
2.	Objetivos	5			
3.	Hipótesis	6			
4.	Descripción del problema	7			
5.	Marco teórico	9			
	5.1. Funcionamiento de los dispositivos SPS	9			
	5.1.1. Características de la corriente aplicada	9			
	5.1.2. Mecanismos de calentamiento	9			
	5.2. Modelación matemática de la corriente eléctrica	12			
	5.3. Modelación matemática de la transferencia de energía	14			
6.	Metodología experimental	16			
	6.1. Desarrollo experimental	16			
	6.2. Materiales y equipos	19			
7.	Desarrollo del modelo matemático	24			
	7.1. Suposiciones para el campo eléctrico				
	7.2. Suposiciones para el modelo de transferencia de energía				
	7.3. Estructura del modelo matemático				
	7.4. Alcance del modelo matemático				
	7.5. Dominio del sistema				
	7.6. Condiciones a la frontera	33			
	7.7. Mallado del sistema	37			
	7.8. Verificación del módulo Transient Thermal de ANSYS Mechanical APDL				
	versión 19.1	38			

8.	Resultados y análisis			
	8.1. Resultados experimentales			
	8.1.1.	Gradientes axiales	43	
	8.1.2.	Gradientes radiales	48	
	8.2. Soluc	ión numérica	51	
	8.2.1.	Gradientes axiales	<u>56</u>	
	8.2.2.	Gradientes radiales	57	
	8.3. Valida	ación del modelo matemático	<u>59</u>	
	8.4. Análisis de sensibilidad			
	8.4.1.	Efecto de la condición a la frontera asociada al sistema de enfriamiento	64	
	8.4.2.	Efecto de la emisividad de la superficie interior de la cámara de vacío h	acia	
	la	a superficie exterior del arreglo de discos	72	
	8.4.3.	Efecto de la emisividad de la pared exterior del arreglo de discos hac	ia la	
	S	uperficie interior de la cámara de vacío	76	
	8.4.4.	Efecto de la emisividad de la superficie interna del dado hacia la super	ficie	
	e	xterior de la probeta	80	
	8.4.5.	Efecto de la emisividad de la superficie de la probeta hacia la pared inte	erna	
	c	el dado	84	
9.	Aplicaciór	del modelo	88	
	9.1. Efecto de aislar térmicamente a la superficie externa del dado			
	9.2. Efecto del tamaño de la pieza procesada			
10.	Conclusio	nes	93	
Bib	liografía		95	
Ар	éndice I		1	

# Glosario de símbolos

Símbolo	Cantidad	Unidades
Α	Parámetro de la función logística	-
В	Parámetro de la función logística	-
A <sub>i</sub>	Área de la superficie <i>i</i>	m²
$A_T$	Área transversal	m²
$\overrightarrow{B}$	Vector de densidad de flujo magnético	Wb
$C_p$	Capacidad calorífica	J kg⁻¹ °C⁻¹
D	Diámetro	m
$\overrightarrow{D}$	Vector de densidad de flujo eléctrico	C <i>m</i> -2
Ē	Vector de intensidad de campo eléctrico	V <i>m</i> -1
F <sub>IJ</sub>	Factor de forma	-
Ħ	Vector de intensidad de campo magnético	A m⁻¹
Ι	Corriente eléctrica	A
Ĵ	Vector de densidad de corriente eléctrica	A m⁻¹
$J_n(x)$	Función de Bessel de orden <i>n</i> para parámetro <i>x</i>	-
K	Conductividad térmica	<i>W m</i> ⁻¹ °C⁻¹
K <sub>xx</sub>	Conductividad térmica en dirección xx	<i>W m</i> ⁻¹ °C⁻¹
$\overline{K}$	Tensor de conductividades térmicas	<i>W m</i> ⁻¹ °C⁻¹
L	Longitud	m
$\vec{q}$	Vector de flux de energía por conducción	W m <sup>-2</sup>
$q_{G}$	Generación volumétrica de energía	<i>W m</i> ⁻³
$Q_e$	Carga eléctrica	С
$Q_{Joule}$	Calor generado por efecto Joule	J
<b>Q</b> <sub>Rad i</sub>	Energía radiada por la superficie i	J
r	Radio	т
$R^2$	Coeficiente de correlación	-
$R_e$	Resistencia eléctrica	arOmega

t	Tiempo	S
$t_0$	Parámetro de la función logística	-
Т	Temperatura	°C
V	Volumen	m <sup>3</sup>
V <sub>E</sub>	Potencial eléctrico	V
V	Vector de velocidad del fluido	<i>m</i> s <sup>-1</sup>
α	Difusividad térmica	<i>m</i> <sup>2</sup> <i>s</i> <sup>-1</sup>
$\alpha_i$	Absorbitividad	-
$\boldsymbol{\beta}_n$	n-ésima raíz de la función de Bessel	-
ε	Emisividad de la superficie	-
ρ	Densidad	kg m <sup>-3</sup>
$ ho_e$	Resistividad eléctrica	$\Omega$ m
$\rho_i$	Reflectividad de la superficie "i"	-
$ ho_Q$	Densidad de carga eléctrica	C <i>m</i> <sup>-3</sup>
$\sigma_e$	Conductividad eléctrica	$\Omega^{-1} m^{-1}$
$\overline{\overline{\sigma_e}}$	Tensor de conductividades eléctricas	$\Omega^{-1} m^{-1}$
$\sigma_{e,xx}$	Conductividad eléctrica en dirección xx	$\Omega^{-1} m^{-1}$
$\sigma_{\scriptscriptstyle SB}$	Constante de Stefan-Boltzmann	5.6704x10 <sup>-8</sup> W m <sup>-2</sup> °K <sup>-4</sup>

# 1 Introducción

## 1.1 Antecedentes

La sinterización es una técnica cuyo propósito es consolidar un cuerpo sólido a partir de un polvo [1]. Esto se consigue mediante la compactación mecánica –aplicación de presión–, la aplicación de calor o una combinación de ambas. Un proceso de sinterización siempre se lleva a cabo a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del material en cuestión y el sólido resultante contiene, inevitablemente, porosidades.

Entre las ventajas que presenta la manufactura de componentes por sinterización están [2]:

- Producir formas complejas sin necesidad de maquinado
- Fabricar piezas con buena precisión dimensional y excelente acabado superficial
- Obtener materiales compuestos o microencapsulados de fases mutuamente insolubles

El proceso de sinterización tiene un origen milenario [1]. Las civilizaciones más antiguas lo utilizaron en la alfarería; en épocas posteriores se aplicó en la fabricación de cerámica y joyería metálica. Este proceso adquirió relevancia ingenieril a inicios del siglo XX; fue entonces que comenzó a estudiarse más detalladamente. En el año de 1933 surgieron los primeros dispositivos de sinterización, que utilizaban descargas eléctricas para inducir el calentamiento y fue hacia la segunda mitad del siglo XX que se acuñó el término *Spark Sintering* para designar de forma genérica a esta clase de procesos [1].

*Spark Plasma Sintering* –o *SPS* por sus siglas en inglés– es una técnica moderna que consiste en la aplicación simultánea de presión mecánica y corriente pulsada – corriente directa que no es continua, sino que se enciende y apaga un determinado número de veces por unidad de tiempo–. El proceso se lleva a cabo al alto vacío.

En el proceso convencional, el arreglo consiste en una serie de discos de grafito – que es un material conductor de electricidad– colocados entre dos electrodos de acero móviles que ejercen presión mecánica sobre el sistema. En el centro se encuentra un dado –un cilindro hueco– dentro del cual se coloca la muestra por sinterizar. La muestra es presionada por dos punzones –cilindros sólidos–. Tanto el dado como los punzones son de grafito, al igual que los discos. En la Figura 1.1 se muestra esquemáticamente un arreglo típico.



Figura 1.1: Arreglo típico para SPS [1]

La disminución de la sección transversal de los discos provoca que la densidad de corriente se incremente gradualmente hacia el centro del sistema, donde se encuentran los componentes con las secciones más pequeñas: el dado y los punzones. Debido a esto, el calentamiento es mucho mayor en esta zona. Dependiendo de las propiedades eléctricas del material a sinterizar, éste conducirá o no la electricidad y se calentará por un mecanismo que involucre generación de energía térmica y/o la transferencia de calor con los componentes aledaños.

Se ha demostrado que los componentes fabricados mediante *SPS* desarrollan propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas superiores a las obtenidas por métodos convencionales de sinterización que no involucran corriente eléctrica y

compresión mecánica, siendo necesarios tan sólo unos pocos minutos de procesamiento, por lo cual se ha extendido su uso. [3]

En 2008, Salamon y Shen propusieron una variante del *SPS* en la cual se sustituye el dado hueco perforado por ambas bases por uno hueco y cilíndrico con sólo una base perforada, la cual se cubre con una tapa. Así mismo, se eliminan los punzones, de manera que la muestra en el interior del dado se encuentra libre de presión mecánica y se sinteriza únicamente por calentamiento [4]. La Figura 1.2 muestra, esquemáticamente, ambos componentes. Se denominó esta técnica como *Pressure-less Spark Plasma Sintering* (se hace referencia a ella por las siglas *PL-SPS*). Se recomienda para la fabricación de piezas con geometrías complejas que requieran muy buena precisión dimensional [5].



Figura 1.2: Dado convencional (izquierda) y dado para PL-SPS (derecha).

Para estudiar los mecanismos de generación y transferencia de calor que ocurren al interior del sistema como resultado de la aplicación de corriente eléctrica y que producen distribuciones no uniformes de estas magnitudes, en este trabajo se ha recurrido a la modelación matemática, utilizando el *software* comercial de ingeniería asistida por computadora –*Computer Aided Engineering* o *CAE* por sus siglas–*ANSYS Mechanical APDL* versión 19.1.

#### 1.2 Justificación del trabajo

Se han publicado diferentes estudios sobre los sistemas convencionales de *SPS*; la mayoría de ellos dedicados a la caracterización de los materiales sinterizados y algunos otros a la modelación matemática del proceso para conocer la distribución del campo de potencial eléctrico (que da lugar a un campo de densidad de corriente eléctrica) y del campo térmico en el sistema.

Hasta el momento en que se inició el presente trabajo, no se tenían reportados resultados de modelos matemáticos de la evolución de estos campos para un proceso *PL-SPS*. Se propuso, entonces, desarrollar un modelo matemático que permitiera entender los efectos de las principales variables del proceso sobre la distribución de temperatura del dado y, consecuentemente, la rapidez de calentamiento del material a sinterizar. En el futuro, esto permitirá optimizar el proceso.

Adicionalmente, el modelo desarrollado considera la dependencia térmica de las propiedades termofísicas, la dependencia térmica de las propiedades eléctricas y además simula la evolución –el cambio con el tiempo– del campo térmico en todo el sistema. No se han reportado anteriormente trabajos con este alcance.

# 2 Objetivos

El objetivo de este trabajo es evaluar el efecto de tres condiciones del proceso sobre la respuesta térmica del sistema:

- 1. El aislamiento o exposición de la superficie externa de la pared del dado para contener o liberar la radiación hacia las paredes de la cámara de vacío.
- La escalabilidad del proceso, es decir, la viabilidad de utilizar un dado más grande para procesar una mayor cantidad de material con la misma rapidez de calentamiento con el mismo equipo.

# 3 Hipótesis

- 1. Aislar la superficie externa del dado implica modificar una condición a la frontera, por lo que se verá un cambio en la respuesta térmica del sistema cuando se aplique esta condición. Al impedir el escape de energía mediante radiación desde esta superficie, el flujo de energía hacia la probeta en el interior del dado incrementará; esto tendrá como consecuencia que el calentamiento de la probeta sea más rápido en comparación con el caso donde la superficie externa del dado se encuentra descubierta.
- 2. Cuando se incrementa el tamaño de la probeta, también se incrementa su masa y consecuentemente la cantidad de energía requerida para elevar su temperatura. Debido a esto, cuando se procese una probeta más grande, manteniendo inalteradas el resto de variables de proceso, se espera observar un calentamiento más lento y una temperatura máxima más baja en comparación con el caso del calentamiento de una probeta de tamaño regular.

# 4 Descripción del problema

Los dispositivos *SPS* comerciales –mismos que se utilizan para *PL-SPS*– permiten al operador controlar la temperatura del sistema de manera relativamente sencilla, utilizando una perilla que regula la intensidad de la corriente eléctrica suministrada. Esta operación tiene la desventaja de que el control es manual.

A pesar de su aparente simplicidad, el funcionamiento del equipo es sumamente complejo: se utiliza una corriente eléctrica muy intensa que produce un calentamiento muy rápido. Esta corriente eléctrica no es uniforme sino pulsada: oscila de 0 *A* al valor indicado en la perilla varias veces por segundo, lo cual tiene implicaciones físicas asociadas. Debido a que el calentamiento del dado en el proceso *PL-SPS* ocurre por efecto Joule, la modelación matemática de la etapa de calentamiento debería considerar la solución, en estado no estacionario, tanto del campo térmico como del campo de potencial eléctrico.

Adicionalmente, los materiales alcanzan temperaturas elevadas –hasta del orden de 1500 °C–, debido a lo cual las propiedades termofísicas cambian drásticamente con respecto a las que tienen a temperatura ambiente. Cabe mencionar también que, debido a sus diferencias geométricas y a los sistemas de extracción de calor del dispositivo *SPS*, el calentamiento del sistema no es homogéneo por lo que la temperatura es diferente en cada región.

Un modelo matemático que considere todas estas variables y tenga solución analítica es inviable debido a su elevada complejidad. Sin embargo, es posible desarrollar modelos aproximados mediante la aplicación de métodos numéricos y la simplificación de algunos factores.

El método de elementos finitos –*FEM* por sus siglas en inglés– es uno de los más utilizados hoy en día debido a su versatilidad y exactitud [6]. Este método permite, entre otras cosas, resolver las ecuaciones que gobiernan los problemas de flujo de

calor y campo eléctrico, considerando la no-linealidad de las propiedades de los materiales.

Para validar al modelo matemático se realizaron mediciones experimentales de la respuesta térmica en varios puntos en el sistema utilizando termopares. Se debe tener en consideración que el paso de corriente eléctrica a través del sistema puede modificar significativamente las lecturas de los termopares [7].

# 5 Marco teórico

## 5.1 Funcionamiento de los dispositivos SPS

### 5.1.1 Características de la corriente eléctrica aplicada

Como se mencionó en el Capítulo 3, los dispositivos *SPS* inducen el calentamiento del sistema mediante la aplicación de una corriente directa pulsada. Otra de sus características es que utilizan un patrón de encendido/apagado, suministrando la corriente por bloques de pulsos. Se utiliza la notación  $X_{ON} - Y_{OFF}$  tal que  $X_{ON}$  es el número de pulsos de cada bloque en encendido y  $Y_{OFF}$  el número de pausas –de la misma duración que un pulso– entre cada bloque de pulsos. En la Figura 5.1 se muestra una corriente de 1000 *A* con un patrón 12-2 reportada por Maniere *et al.* [8]. Nótese que el intervalo de cada pulso es del orden de 3.7x10<sup>-3</sup> s.



Figura 5.1: Corriente de 1000 A con un patrón de pulsos 12-2 [8].

A pesar de ser oscilante, esta corriente es directa, ya que no se invierte la polaridad del sistema en ningún momento.

### 5.1.2 Mecanismos de calentamiento

El grafito es un material conductor de electricidad; sin embargo, opone una resistencia finita al paso de la corriente eléctrica. El valor de la resistencia eléctrica depende principalmente de dos factores: la geometría del material conductor y la

temperatura de operación (que incide en la resistividad eléctrica del grafito). En condiciones de flujo 1D y estado estacionario, la resistencia eléctrica puede calcularse utilizando la Ecuación 5.1<sup>1</sup> [9].

$$R_e = \frac{L}{\sigma_e A_T} = \rho_e \frac{L}{A_T} \tag{5.1}$$

La longitud *L* y el área transversal a la dirección del flujo de la corriente eléctrica  $A_T$  describen la geometría del sistema. La resistividad eléctrica  $\rho_e$  es una propiedad intrínseca del material, que es a su vez puede ser función de la temperatura.

En la Figura 5.2 se puede observar que, conforme la corriente atraviesa el sistema, tanto la longitud como el área transversal de los componentes varía, por lo que el valor de  $R_e$  no será constante a lo largo del sistema.



Figura 5.2: Dirección de la corriente en PL-SPS.

La "generación" de calor debido a la resistencia que opone el material al paso de corriente eléctrica se conoce como efecto Joule. La magnitud de la rapidez a la que se genera energía térmica por este efecto,  $Q_{Joule}$ , es directamente proporcional al

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> En esta ecuación se puede utilizar el valor de la conductividad eléctrica  $\sigma_e$  o de su inverso, que es la resistividad eléctrica  $\rho_e$ .

cuadrado de la corriente aplicada *I* (ver Ec. 5.2) [10]; por lo tanto, seguirá un patrón similar.

$$\boldsymbol{Q}_{Joule} = \boldsymbol{R}_{e} \boldsymbol{I}^{2} \qquad (5.2)$$

Debido a las diferencias geométricas entre los componentes de grafito, cada uno opondrá una resistencia eléctrica diferente. Considerando la Ecuación 5.1, se puede afirmar *a priori* que los componentes con menor área transversal opondrán una mayor resistencia eléctrica y, dado que la rapidez de generación de calor está definida por la Ecuación 5.2, aplicando una corriente constante *I* a todo el sistema, generarán una mayor cantidad de calor (por unidad de tiempo) y su temperatura aumentará más rápidamente.

En el proceso *SPS* convencional, la muestra a sinterizar se encuentra en contacto íntimo con los componentes de grafito. Si el material en cuestión es un conductor eléctrico, también se calentará mediante efecto Joule. Por el contrario, si se trata de un aislante eléctrico, los mecanismos de calentamiento serán conducción y radiación.

En el proceso *PL-SPS* el material puede o no estar en contacto íntimo con el grafito, dependiendo de la configuración empleada. Para este trabajo se aisló la muestra tanto térmica como eléctricamente, de manera que el calentamiento se diera únicamente por radiación. Cabe mencionar que la muestra es un cilindro sólido de acero inoxidable austenítico (AISI 304), por lo que no existe transformación de fase durante el ciclo del proceso.

Cabe mencionar también que los dispositivos para *SPS* incorporan un sistema de enfriamiento por agua al interior de los electrodos para evitar que éstos se fundan debido a la cantidad tan alta de calor que el sistema disipa. Esta extracción de calor tendrá efectos significativos sobre la evolución del campo térmico del sistema y se considera en la definición de las condiciones a la frontera.

### 5.2 Modelación matemática de la corriente eléctrica

Las ecuaciones gobernantes de los campos electromagnéticos, también conocidas como *Ecuaciones de Maxwell*, se definen por las Ecs. 5.3 a 5.6 [11].

- Ley de Gauss  $\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho_Q$  (5.3)
- Ley de Gauss para campo magnético  $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = \mathbf{0}$  (5.4)
- Ley de Faraday  $\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{d\vec{B}}{dt}$  (5.5)
- Ley de Ampère generalizada  $\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{d\vec{D}}{dt}$  (5.6)

Los fenómenos físicos que cada una de estas ecuaciones cuantifica son [12]:

 Ley de Gauss: La cantidad de "líneas de carga eléctrica" depende de la magnitud de la carga encerrada dentro de una superficie cerrada (ver Figura 5.3).



Figura 5.3: Representación esquemática de la Ley de Gauss.

 Ley de Gauss para campo magnético: Las "líneas de campo magnético" que abandonan una superficie cerrada reingresarán a ella por alguna otra parte –como ocurre en un imán permanente donde las líneas van de polo norte a sur (ver Figura 5.4)– siendo cero el flujo magnético neto que abandona la superficie.



Figura 5.4: Líneas de campo magnético en un imán.

- Ley de Faraday: Un campo magnético de intensidad variable producirá un campo eléctrico en dirección perpendicular.
- Ley de Ampère generalizada: Una corriente eléctrica circulante y/o un campo eléctrico de intensidad variable producirán un campo magnético en dirección perpendicular a la corriente eléctrica.

La consecuencia de estas últimas dos leyes es la existencia de las ondas electromagnéticas, las cuales transportan los campos eléctrico y magnético simultáneamente, como se muestra en la Figura 5.5.



Figura 5.5: Esquema de una onda electromagnética

La conducción de corriente eléctrica a través de un material está descrita por la Ley de Ohm para múltiples dimensiones (Ec. 5.7), la cual establece que la densidad de corriente eléctrica transportada  $\vec{J}$  es directamente proporcional al campo eléctrico  $\vec{E}$ .

$$\vec{J} = \overline{\overline{\sigma_e}} \cdot \vec{E} \qquad (5.7)$$

Donde  $\overline{\sigma_e}$ , la conductividad eléctrica del material, es un tensor de segundo orden (Ec. 5.8). Los valores de cada componente de  $\overline{\sigma_e}$  serán, a su vez, funciones de otros factores, como el tipo de material y la temperatura de operación.

$$\overline{\overline{\sigma_e}} = \begin{bmatrix} \sigma_{e,xx} & \sigma_{e,xy} & \sigma_{e,xz} \\ \sigma_{e,yx} & \sigma_{e,yy} & \sigma_{e,yz} \\ \sigma_{e,zx} & \sigma_{e,zy} & \sigma_{e,zz} \end{bmatrix}$$
(5.8)

#### 5.3 Modelación matemática de la transferencia de energía

La ecuación gobernante para la transferencia de calor es [20]:

$$\rho \frac{D\widehat{U}}{Dt} = -(\nabla \cdot \vec{q}) - p(\nabla \cdot \vec{V}) - (\tau; \vec{V})$$
(5.9)

La ecuación 5.9 considera los siguientes términos:

- Derivada sustancial  $ho rac{D \hat{U}}{Dt}$
- Término difusivo  $-(\nabla \cdot \vec{q})$
- Aumento de energía interna por compresión de gases  $-p(\nabla \cdot \vec{V})$
- Aumento de energía interna por disipación viscosa  $-(\tau: \vec{V})$

Dado que el sistema en cuestión es un sólido estacionario (no hay compresión de gases ni flujo de fluidos), los términos de aumento de energía interna por compresión de gases y por disipación viscosa valen cero. Por lo tanto, después de agregar un término de "generación" de energía, la ecuación 5.9 se simplifica a [11]:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -\nabla \cdot \vec{q} + q_G \qquad (5.10)$$

Esta ecuación considera los siguientes términos:

• Acumulación (término transitorio):  $\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}$ 

- Conducción (término difusivo):  $\nabla \cdot \vec{q}$
- Generación volumétrica de calor<sup>2</sup>:  $q_G$

Para considerar la transferencia de calor por radiación desde una superficie "*i*" hacia otra "*j*" es necesario incorporar la ley de Stefan-Boltzmann (Ec. 5.11) como condición de frontera. Para un intercambio entre dos superficies se tiene<sup>3</sup>:

$$\boldsymbol{Q}_{Rad\ i} = \frac{A_i \varepsilon_i F_{ij} \sigma_{SB}}{F_{ij} (1 - \varepsilon_i) + \varepsilon_i} \left[ T_i^4 - T_j^4 \right] \tag{5.11}$$

La conducción de calor a través de un material está descrita por la Ley de Fourier (Ec. 5.12), la cual establece que el *flux* de calor transportado  $\vec{q}$  es directamente proporcional al gradiente de temperatura.

$$\vec{q} = -\overline{\vec{K}} \cdot \nabla T \qquad (5.12)$$

Donde  $\overline{K}$ , la conductividad térmica del material, es un tensor de segundo orden (Ec. 5.13). Los valores de cada componente de  $\overline{K}$  serán, a su vez, funciones de otros factores, como el tipo de material y la temperatura de operación.

$$\overline{\overline{K}} = \begin{bmatrix} K_{xx} & K_{xy} & K_{xz} \\ K_{yx} & K_{yy} & K_{yz} \\ K_{zx} & K_{zy} & K_{zz} \end{bmatrix}$$
(5.13)

El calor generado por efecto Joule se incorpora al balance de energía mediante el término  $q_{G}$ . Tomando las ecuaciones 5.1 y 5.2, dividiendo por el volumen del conductor eléctrico y re-arreglando se obtiene la ecuación 5.14 para la rapidez volumétrica de generación (transformación de energía eléctrica) de calor.

$$q_{G} = \frac{Q_{Joule}}{V} = \frac{\left|\vec{J}\right|^{2}}{\sigma_{e}} \quad (5.14)$$

La Ec. 5.14 utiliza una conductividad  $\sigma_e$  escalar en vez de tensorial, ya que el modelo considera que el material es isotrópico.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Este término se añade a la Ec. 5.10 para incorporar la energía generada por efecto Joule.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Los factores de forma  $F_{ij}$  son calculados automáticamente por el *software ANSYS Mechanical APDL* versión 19.1 que se utilizó para este trabajo, por lo que no se discute la metodología para su determinación.

# 6 Metodología experimental

### 6.1 Desarrollo experimental

Con el fin de obtener información acerca del calentamiento del sistema *PL-SPS*, se efectuaron mediciones de temperatura para conocer las historias térmicas en varios puntos del sistema. Para esto, se utilizó el arreglo experimental de discos de grafito mostrado en la Figura 6.1. Las dimensiones de cada uno de ellos se especifican en la Tabla 6.1. El material con que se elaboraron los discos, el dado y su tapa, es grafito policristalino de alta densidad.



Figura 6.1: Arreglo experimental

Tabla 6.1 Dimensiones de los discos						
Disco	Diámetro [mm]	Altura [mm]				
1	120.10 21.80					
2	100.00	21.18				
3	80.10	29.10				
4	80.12	29.11				
5	100.12	22.50				
6	120.00	22.18				

Con la finalidad de simplificar el estudio del calentamiento por radiación de la muestra al interior del dado, se optó por utilizar un material compacto en vez de un polvo, para asegurar un buen contacto térmico entre el instrumental y la muestra. Para esto, se utilizó una probeta de acero inoxidable austenítico AISI 304, lo que asegura que no ocurrirá ninguna transformación de fase durante el calentamiento ni durante el enfriamiento que absorba o desprenda calor. La probeta se colocó sobre una base de zirconia [ZrO<sub>2</sub>] para aislarla térmica y eléctricamente de la tapa<sup>4</sup> del dado.

En el dado se pueden presentar tres tipos de gradientes térmicos: axiales, radiales y angulares, los cuales se muestran, esquemáticamente, en la Figura 6.2. La instrumentación permite detectar únicamente los gradientes axiales y radiales. Como es poco probable la formación de gradientes angulares –o en su defecto serían sumamente pequeños– debido a la simetría del sistema, se supondrá que estos no existen. Para detectar los gradientes antes mencionados, se maquinaron dos dados con diferentes configuraciones de barrenos, que se especifican más adelante. Los barrenos maquinados tienen un diámetro de 1/16" tal que puedan insertarse termopares tipo K. En la probeta cilíndrica de acero inoxidable AISI 304 y en el Disco 6 también se maquinaron barrenos.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Aunque se utiliza el término "tapa", ésta va en la parte inferior del dado.



Figura 6.2: Posibles gradientes en el dadol: (A) axial, (B) radial y (C) angular.

En cada uno de los barrenos se introdujo un termopar tipo K (de 1/16" de diámetro externo) para medir la historia térmica en el punto correspondiente. Como se mencionó en el Capítulo 3, algunas fuentes [7] mencionan que es posible que exista interferencia en las lecturas de temperatura de los termopares en presencia de campos eléctricos y/o magnéticos. Debido a esto, se utilizaron dos métodos complementarios de medición: una cámara infrarroja –a la que se hace referencia con las letras *IR*– y un multímetro digital.

El dispositivo *SPS* permite la manipulación de la corriente eléctrica o del voltaje por el usuario. En todos los experimentos la temperatura se reguló utilizando la perilla de la corriente eléctrica y se utilizó el mismo régimen de calentamiento, que se muestra esquemáticamente en la Figura 6.3 y se detalla en la Tabla 6.2.



Figura 6.3: Representación esquemática del régimen de calentamiento.

Cantidad / Etapa	1	2	3	4	5 (Enfriamiento)
Incremento de corriente [A/min]	200	Variable*	200	Variable*	Sin corriente
Incremento de temperatura <i>[°C/min]</i>	100	0	100	0	Enfriamiento
Duración <i>[min]</i>	8	5	2	5	

### Tabla 6.2: Descripción de las etapas de calentamiento.

\*NOTA: "Variable" quiere decir que en cada experimento el incremento de corriente fue el necesario para mantener la temperatura constante.

La sección experimental de este trabajo se realizó en las instalaciones del Centro de Investigación e Innovación Tecnológica (CIITEC) del Instituto Politécnico Nacional (IPN), en el Laboratorio de Sinterizado.

### 6.2 Materiales y equipos

Se utilizaron los siguientes materiales y equipos para realizar el trabajo experimental:

- Equipo de SPS marca DR. SINTER modelo SPS 1050 fabricado por Fuji Electronic Co.
- Adquisidor de datos marca *IOTECH* modelo *TempScan 1100* conectado a una computadora portátil.
- Cámara infrarroja marca ULTIMAX modelo UX-20P, conectada a una PC.
- Multímetro digital
- Termopares tipo K, con sus correspondientes extensiones.
- Cámara digital reflex (Samsung modelo NX30).

En la Figura 6.4 se muestra el arreglo experimental desde el exterior. Se observa la cámara infrarroja montada en un tripié. La cámara de video se colocó a 90° con respecto a la cámara infrarroja. Se aprecia el panel de control de equipo de *SPS* y la cámara de procesamiento (cerrada).



Figura 6.4: Arreglo experimental visto desde el exterior.

El adquisidor de datos se configuró para registrar la temperatura de cada termopar automáticamente cada 5 segundos. Las temperaturas marcadas por el multímetro y por el *IR* se registraron manualmente en intervalos de 30 segundos; en el momento de suspender la corriente para comenzar el enfriamiento, el intervalo de registro se redujo a 10 segundos para estudiar esta etapa con mayor sensibilidad.

En la Figura 6.5 se muestra un esquema general con las medidas del dado (sin barrenos) y los componentes en su interior en diferentes colores. Se puede apreciar que el dado se encuentra colocado con la base fija hacia arriba, de manera que la tapa queda en la parte inferior, donde se coloca la base de zirconia y sobre ésta la probeta<sup>5</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Cuando se sinteriza el cuerpo en verde, es tan frágil que no puede sujetarse directamente; es más fácil manipularlo sobre la tapa.



Figura 6.5: Esquema general del dado y sus componentes con sus respectivas medidas.

Las especificaciones de las posiciones de los barrenos en cada uno de los dados maquinados se muestran en las Figuras 6.6 y 6.7. A continuación se brinda una descripción de cada uno:

Dado 1 (Figura 6.6) (Para detección de gradientes axiales): Consta de tres barrenos alineados verticalmente. El primer barreno se encuentra a la mitad de la altura del dado (sin tapa); los otros dos se encuentran cinco milímetros hacia arriba y hacia abajo, respectivamente. Estos tres barrenos tienen la misma profundidad y llegan hasta la mitad del espesor de la pared del dado. A 30° del barreno que se encuentra a la mitad de la altura, viendo el dado desde arriba, se encuentra otro barreno que atraviesa por completo la pared del dado, el cual se utilizará para introducir el termopar que irá hacia la probeta. Del otro lado del dado, igualmente visto desde arriba, se encuentra otro barreno tres y a la mitad de la altura del dado sin tapa, el cual se utilizará para colocar el termopar que irá al multímetro.



Figura 6.6: Dado 1 (gradientes axiales): corte lateral (a) y corte superior (b).

• Dado 2 (Figura 6.7) (Para detección de gradientes radiales): Consta de cinco barrenos alineados horizontalmente, maquinados a la mitad de la altura del dado (sin considerar la tapa). Los tres primeros barrenos (de izquierda a derecha) llegan hasta ¼, ½ y ¾ de la profundidad de la pared del dado, respectivamente; el cuarto atraviesa la pared por completo y servirá para colocar el termopar que irá hacia la probeta. El quinto dado se encuentra a la misma altura del dado, pero del lado opuesto, visto desde arriba. Su profundidad es de ½ del espesor de la pared del dado y servirá para colocar el termopar que irá hacia el multímetro digital.



Figura 6.7: Dado 2 (Gradientes radiales): (a) Corte lateral. NOTA: Los termopares se encuentran a la misma altura, la representación sólo es esquemática; (b) corte superior; (c) vista lateral

El *IR* se enfocó en la mitad de la altura del dado, sin considerar la tapa. Así mismo, el experimento se videograbó utilizando la cámara digital *réflex*, enfocando la región del dado. En la Figura 6.8 se muestra la posición en la que se enfocaron cada uno de estos dispositivos.



Figura 6.8: Posición de enfoque del IR (Amarillo) y de la cámara Réflex (azul): (a) Dado 1, (b) Dado 2.

# 7 Desarrollo del modelo matemático

El desarrollo de un modelo matemático del proceso *PL-SPS*, que está descrito por las ecuaciones de Maxwell (Ecs. 5.3-5.6) y la ecuación de transferencia de calor (Ec. 5.9) implicaría su solución simultánea sobre todo el dominio, considerando también la corriente pulsada aplicada, la aplicación ecuación de Stefan-Boltzmann (Ec. 5.11) como condición a la frontera en las superficies libres y la extracción de calor debido al enfriamiento de los electrodos. Así mismo, consideraría la dependencia térmica y la naturaleza tensorial (para materiales no isotrópicos) de las propiedades eléctricas, magnéticas y termofísicas de los materiales en cuestión.

La solución de dicho modelo es inviable debido a su elevada complejidad. Sin embargo, debido a las características del sistema es posible simplificar el modelo por resolver. A continuación, se enlistan las simplificaciones aplicadas.

### 7.1 Suposiciones para el campo eléctrico

C.E.I. Corriente eléctrica continua: A pesar de que la corriente directa suministrada es pulsada, Anselmi-Tamburini *et al.* [3] demostraron que es posible considerar una corriente continua equivalente<sup>6</sup> para el modelado matemático de un sistema SPS.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> El valor de la corriente continua equivalente es igual al valor máximo de la corriente pulsada, es decir, el valor que se lee en el medidor del equipo *SPS*. Esta aproximación proviene de un análisis de Fourier, donde se demuestra que el componente de la corriente con frecuencia cercana a 0 (corriente directa) es el que contribuye mayoritariamente a la generación de energía. Consultar referencia [3] para mayores detalles acerca de este análisis.

**C.E.II. Ausencia de campos magnéticos:** No hay aplicación externa de ningún campo magnético (constante o variable), por lo que el término  $\frac{d\overline{B}}{dt}$  de la Ley de Faraday (Ec. 5.5) se iguala a cero, lo que implica que el campo eléctrico  $\vec{E}$  será irrotacional y se pueda obtener como el gradiente de un campo escalar (Ec. 7.1); en este caso el campo escalar es el potencial eléctrico  $V_E$ . Debido a esto la Ley de Ohm (Ec. 5.7) puede reescribirse en la ecuación 7.2 para potencial escalar:

$$\overline{E} = -\nabla V_E \tag{7.1}$$

$$\vec{J} = -\overline{\overline{\sigma_e}} \cdot \nabla V_E \qquad (7.2)$$

- **C.E.III. Estado estacionario:** A pesar de que el sistema real tiene un comportamiento fuertemente transitorio, debido a la corriente pulsada, para este modelo se considera una corriente continua y que la densidad de flujo eléctrico  $\vec{D}$  no varía con el tiempo, por lo que el término  $\frac{d\vec{D}}{dt}$  de la Ley de Ampère generalizada [Ec. 5.6] valdrá cero. Debe mencionarse que el campo eléctrico alcanza estado estacionario mientras que el campo térmico no.
- **C.E.IV. Material isotrópico:** El grafito presenta resistividad ortotrópica –misma en direcciones X e Y, pero diferente en Z– ya que se compone de capas de grafeno superpuestas; sin embargo, esto sólo se apreciaría en un monocristal. El grafito disponible para uso comercial –mismo que se utilizó para este trabajo– es policristalino, por lo que se considera isotrópico. Esto reduce el tensor de conductividades  $\overline{\sigma_e}$  de orden dos a orden cero, por lo que se utilizará el escalar  $\sigma_e$  que no es función de la dirección, únicamente de la temperatura.
- C.E.V. Contacto perfecto: Ya que el sistema está sometido a presión mecánica (típicamente se aplica una fuerza de 3 *kN*), se supone que el contacto entre todos los componentes de grafito es perfecto, tanto eléctrica como térmicamente.

**C.E.VI. Pieza aislada eléctricamente:** El material por sinterizar no se encuentra en contacto eléctrico con los componentes de grafito que transportan la corriente.

Debido a estas consideraciones, en lugar de utilizar las cuatro ecuaciones de Maxwell, únicamente es necesaria una ecuación gobernante –misma que se obtiene al aplicar el operador  $\nabla$  a ambos lados de la Ley de Ampère generalizada (Ec. 5.6), y sustituyendo la densidad de corriente  $\vec{J}$  por la Ley de Ohm para potencial escalar (Ec. 7.2), con lo que se obtiene la Ec. 7.3.

 $-\nabla \cdot \boldsymbol{\sigma}_{\boldsymbol{e}} \nabla \boldsymbol{V}_{\boldsymbol{E}} = \boldsymbol{0} \qquad (7.3)$ 

#### 7.2 Suposiciones para el modelo de transferencia de energía

- T.E.I. No existe convección: Esto debido a que todos los componentes del sistema son sólidos. Adicionalmente, al encontrarse el sistema dentro de una cámara de vacío, se trabaja a una presión absoluta de 10 a 20 Pa, por lo que la convección en los límites externos del sistema (discos y dado) es despreciable.
- T.E.II. Transferencia de energía por radiación: Los componentes de grafito sólo transmiten energía a la pieza en su interior y a los alrededores por este mecanismo. Para esto es necesario aplicar la ley de Stefan-Boltzmann (Ec. 5.11) en las superficies correspondientes como una condición a la frontera de los componentes sólidos.
- T.E.III. Generación no homogénea: Debido a la distribución de densidad de corriente, las diferencias geométricas de los componentes y los gradientes térmicos, la disipación de calor por efecto Joule será diferente en cada región.
- **T.E.IV. Estado transitorio:** El proceso de calentamiento es no estacionario: la temperatura varía con el tiempo mientras la corriente varíe con el tiempo.

- T.E.V. Material isotrópico: Al igual que para el campo eléctrico, no se tomará en cuenta la ortotropía del grafito y se utilizará un escalar en vez de un tensor de segundo orden para definirá a la conductividad térmica *K*, que es función de la temperatura.
- T.E.VI. Propiedades termofísicas no lineales: Debido a las temperaturas tan elevadas que se alcanzan, se considerará la dependencia térmica de la conductividad térmica K, la capacidad calorífica  $C_p$  y la conductividad eléctrica  $\sigma_e$ .
- T.E.VII. Las caras de los discos de grafito que están en contacto con los electrodos se encuentran a la misma temperatura. Existe la posibilidad de que existan gradientes de temperatura en dicha superficie; sin embargo, ya que la información disponible es limitada, se hará la suposición de que la temperatura registrada por TC5 en un punto es la misma para toda la superficie.
- T.E.VIII. Emisividad constante: En las regiones donde la condición a la frontera sea de radiación, el valor de la emisividad dependerá sólo del material de la región, no de la temperatura. Estrictamente, la emisividad, al igual que las propiedades termofísicas, también es una función de la temperatura; sin embargo, para simplificar el modelo, se tomará como constante el valor de ésta a temperatura ambiente para su respectivo material.

Después de estas simplificaciones y consideraciones, añadiendo el término de generación por efecto Joule  $q_G$  y sustituyendo el *flux* de calor  $\vec{q}$  por la Ley de Fourier [Ec. 5.12], se tiene que la ecuación gobernante para la evolución del campo térmico en este sistema queda definida por la Ec. 7.4.

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla \cdot K \nabla T = \frac{\left| \vec{J} \right|^2}{\sigma_e}$$
(7.4)

Las condiciones a la frontera aplicadas a esta ecuación se explican con detalle en la subsección 7.6.

### 7.3 Estructura del modelo matemático

La bitácora del laboratorio (ver Apéndice I) exige que, para cada experimento, se registre la corriente eléctrica del sistema cada 30 segundos. Debido a esto, el modelo matemático está estructurado en etapas, donde a cada etapa corresponde un valor único y constante de corriente eléctrica. Las etapas no necesariamente tienen la misma duración.

Para ejemplificar el proceso se presenta uno de los casos experimentales. En la Tabla 7.1 se indica la duración, corriente y código de colores para cada etapa y en la Figura 7.1 se representa gráficamente la distribución de éstas.

Etapa	Lapso [s]	Duración [s]	Corriente [A]	Color
1	0 - 30	30	200	
2	30 – 60	30	400	
3	60 – 90	30	600	
4	90 – 120	30	700	
5	120 – 150	30	800	
6	150 – 180	30	900	
7	180 – 210	30	1000	
8	210 – 240	30	1100	
9	240 – 270	30	1200	
10	270 – 420	150	1300	
11	420 – 570	150	1400	
12	570 – 630	60	1300	
13	630 – 750	120	1200	
14	750 – 840	90	1300	
15	840 - 870	30	1400	
16	870 – 960	90	1500	
17	960 – 1200	240	1400	
18	1200 – 1330	130	0	Ninguno

### Tabla 7.1: Descripción de las etapas del proceso.


Figura 7.1: Corriente como función del tiempo experimental. Cada columna corresponde a un periodo de 30 segundos y cada color a una etapa del proceso. Existen un total de 18 etapas (la última con una corriente de 0 A).

La secuencia de cálculo consta de los pasos mostrados en la Figura 7.2.



Figura 7.2: Secuencia de cálculo empleada para la simulación

- Cálculo acoplado de los campos térmico y eléctrico en estado estacionario: Utilizando el módulo *Thermal Electric* de *ANSYS Mechanical APDL* versión 19.1 se calcula la distribución de ambos campos para cada una de las 18 etapas por separado, cada una con sus respectivas condiciones de frontera (ver subsección 7.6). El módulo resuelve los campos de manera simultánea, por lo que el resultado contempla la dependencia térmica de la resistividad eléctrica y de la conductividad térmica.
- 2. Exportación de los valores de generación térmica: Con los resultados del cálculo anterior, el simulador realiza un cálculo de la rapidez de generación volumétrica de energía para cada elemento del sistema mallado. Cada elemento tiene un identificador numérico y el resultado numérico de generación de calor se exporta manualmente en forma de tabla de datos, donde a cada número identificador de elemento corresponde un valor de generación volumétrica de energía. Este cálculo se efectúa solamente para obtener la distribución de la rapidez volumétrica de generación de calor.
- 3. Cálculo de la evolución del campo térmico: Utilizando el módulo Transient Thermal de ANSYS Mechanical APDL versión 19.1, se calcula el avance del campo térmico en estado no estacionario. La simulación se divide en 18 etapas. Para cada etapa se importa manualmente la distribución de generación de energía obtenida del paso anterior e igualmente para cada etapa se definen las condiciones a la frontera. El resultado de este paso será la evolución del campo térmico en todo el sistema y de ésta se extraerán las historias térmicas en los puntos deseados.

#### 7.4 Alcance del modelo matemático

#### Campo eléctrico

A partir de la suposición C.E.III, se considera que en cada etapa la corriente eléctrica es constante. Debido a esto, es posible conocer la distribución del campo eléctrico en estado estacionario para cada etapa, pero el modelo incluye los periodos de

transición entre etapas. Esta aproximación se basa en el hecho de que el campo eléctrico alcanza estado estacionario rápidamente [13], especialmente si se compara con la variación del campo térmico. Este campo está calculado considerando la dependencia térmica de las propiedades eléctricas y la geometría del sistema.

#### Campo térmico

Debido a las suposiciones T.E.III y T.E.VI, para el cálculo de los efectos térmicos sobre las propiedades eléctricas y, por ende, de la distribución de generación de energía térmica, es necesario calcular un campo térmico acoplado al eléctrico. Este campo se calcula en el paso 1 de la secuencia de cálculo –en estado estacionario– y sirve únicamente como soporte para el cálculo del campo (no uniforme) de generación de energía térmica.

En el cálculo transitorio de la distribución del campo térmico se considera que en cada etapa la generación volumétrica de energía es diferente para cada elemento –distribución espacial de la generación– pero los valores son constantes a lo largo del tiempo en cada etapa. Este cálculo sólo considera valores numéricos de generación importados manualmente por lo que, en el cálculo de la evolución temporal del campo térmico no existe un acoplamiento directo con el campo eléctrico. La dependencia térmica de las propiedades termofísicas sí se considera.

#### 7.5 Dominio del sistema

Aprovechando la simetría del sistema y tomando en cuenta la suposición de que no existirán gradientes angulares, es posible tomar sólo una porción representativa para desarrollar el modelo matemático. La porción que se seleccionó es aquella comprendida entre la intersección de dos planos verticales por la línea que corresponde al eje Y del sistema. El ángulo entro los planos es de 15°.

En la Figura 7.3 se muestra el dominio que considera el modelo matemático, así como a qué componente del sistema real corresponde cada bloque dibujado.



Figura 7.3: Modelo geométrico: Planos de corte (rojo transparente) y componentes del sistema representados (blanco).

#### 7.6 Condiciones a la frontera

En las Figuras 7.4 y 7.5 y la Tabla 7.2 se muestran, esquemáticamente, las condiciones de frontera asignadas a cada una de las caras del sistema.



Figura 7.4: Condiciones a la frontera en el exterior del sistema. Cabe mencionar que las caras en el otro plano de simetría, que no se ve debido a la perspectiva, tienen exactamente las mismas condiciones que el plano que se muestra aquí. NOTA: Los recuadros marcados con \* corresponden a condiciones utilizadas únicamente en el módulo en el que se calcula la distribución del campo eléctrico



Figura 7.5: Condiciones a la frontera en el interior del sistema (acercamiento).

Símbolo	Condición	Zona	Número de caras en la zona
	Radiación desde la superficie externa del sistema hacia las caras interiores de la cámara de vacío	Caras externas del sistema que ven hacia cámara de vacío	14
	Radiación desde las caras interiores de la cámara de vacío hacia la superficie exterior del sistem	Caras internas de la cámara de vacío que ven hacia el sistema	3
	Temperatura especificada, correspondiente a la registrada con el termpoar TC 5	Interfases discos extremos-electrodos	2
	Aislamiento térmico	Caras verticales en planos de simetría y paredes externas cámara de vacío	27
*	Entrada de corriente eléctrica "I"	Interfase disco 6- electrodo (superior)	1
*	Potencial 0 V (tierra eléctrica)	Interfase disco 1- electrodo (inferior)	1
•	Radiación desde la superficie externa de la probeta hacia la superficie interior de la pared del dado	Superficie lateral externa y cara superior de la probeta	2
+	Radiación desde la superficie interior de la pared del dado hacia la superficie externa de la probeta	Superficie interior de la pared del dado	2

### Tabla 7.2: Leyenda condiciones a la frontera y descripción

La condición de aislamiento térmico perfecto se utiliza en las caras sobre los dos planos de corte como condición de simetría, así como en el exterior de la cámara de vacío y en la cara inferior de la probeta de acero, la cual en realidad no se encuentra suspendida sino descansando sobre una base de zirconia, material cuyo comportamiento es muy cercano al de un aislante térmico perfecto.

El intercambio de energía por radiación se da entre la probeta y el interior del dado, por una parte y entre las paredes externas del sistema y las internas de la cámara de vacío. Como se mencionó en el Capítulo 5, la ley de Stefan-Boltzmann (Ec. 5.11) incorporada a una ecuación de intercambio de energía térmica por radiación  $Q_{Rad i}$ es la que modela este fenómeno.

En el modelo no se dibujan los electrodos, sin embargo, se sabe que cumplen una función muy importante para el enfriamiento. La única información que se tiene sobre este proceso es la temperatura registrada por el termopar colocado en el disco 6. A pesar de que el termopar no estaba colocado justo en la intercara y que sólo se registra la temperatura en un punto, para el modelo se hace la suposición de que toda la cara en contacto con el electrodo se encuentra a la misma temperatura (ver T.E.VII). Los valores de estas temperaturas se especifican como condición a la frontera, inicial y final para cada etapa –paso de tiempo– del modelo. Se supone también que la temperatura en la intercara del disco 1 es idéntica a la del disco 6<sup>7</sup>.

Para el módulo de campos acoplados en estado estacionario, es necesario indicar las caras por donde ingresa y sale la corriente. Esto se indica mediante las condiciones a la frontera marcadas en la Figura 7.4 con un (\*) para cada una de las etapas del proceso. Estas condiciones no se declaran en el módulo para el cálculo del campo térmico en estado no estacionario.

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> A pesar de esta condición, no es posible suponer que existe simetría en el eje "Y" de la Figura 7.3 (b) debido a la tapa que va en la parte inferior del dado.

En la Tabla 7.3 se indican los valores de emisividad que se utilizaron por defecto en la simulación. En una sección posterior, éstos son modificados para realizar un análisis de sensibilidad.

Símbolo	Valor	Zona
€ <sub>Cam</sub>	0.5	Pared interior cámara de vacío
$arepsilon_{Ext}$	0.9	Pared exterior arreglo discos
€ <sub>Dad</sub>	0.9	Pared interior dado
$\mathcal{E}_{AC}$	0.85	Superficie externa probeta acero

Tabla 7.3: Valores de emisividad en las fronteras

En la Figura 7.6 se muestra la historia térmica obtenida experimentalmente que se utilizó como condición a la frontera en las interfases disco-electrodo.



Figura 7.6: Historia térmica experimental utilizada como condición a la frontera en las interfases discos de los extremos y los electrodos.

#### 7.7 Mallado del sistema

Para el modelo matemático, se utilizó la malla que se muestra en la Figura 7.7. Las características de esta malla son las siguientes:

- Tipo de elementos: cúbicos
- Número de elementos: 3237
- Número de nodos: 20502



Figura 7.7: Malla empleada para el modelo matemático

## 7.8 Verificación del módulo *Transient Thermal* de ANSYS Mechanical APDL versión 19.1

El objetivo de esta sección es corroborar el correcto funcionamiento del *software* que se utilizará para implementar el modelo matemático. Para este efecto, se resolverá un problema simplificado pero representativo del sistema en cuestión – conducción de calor en estado no estacionario con generación interna en una geometría cilíndrica– y se compararán los resultados obtenidos con esta herramienta con los obtenidos de manera analítica.



Figura 7.8: Esquema de las dimensiones (A) y de las condiciones de frontera (B) del sistema simplificado

El sistema simplificado y sus datos provienen de la literatura [14] y consta de un cilindro con las características mostradas en la Figura 7.8. A través de este cilindro circula una corriente eléctrica que genera calor internamente por efecto Joule. La temperatura inicial del cilindro es de 0°C y la superficie lateral externa se mantiene constante a esta temperatura –el calentamiento es sólo al interior–. Ambas tapas – superior e inferior– se encuentran perfectamente aisladas. En la Tabla 7.4 se enlistan las propiedades termofísicas, la magnitud de la corriente eléctrica y las dimensiones del cilindro.

Magnitud	Símbolo	Valor	Unidades
Diámetro	D	3	mm
Longitud	L	12	mm
Conductividad térmica	K	19	W m <sup>-2</sup> °C <sup>-1</sup>
Capacidad Calorífica	C <sub>P</sub>	381	J kg <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup>
Densidad	ρ	7865	kg m-3
Resistividad Eléctrica	$\rho_e$	7x10 <sup>-7</sup>	Ωm
Corriente suministrada	I	200	А
Generación volumétrica	$q_{G}$	5.60394x10 <sup>8</sup>	W m <sup>-3</sup>
Temperatura inicial	$T_i$	0	°C
Temperatura superficie lateral	T <sub>s</sub>	0	°C

Tabla 7.4: Magnitudes, valores, símbolos y unidades del sistema

Este sistema presenta simetría axial, por lo que el problema puede simplificarse a conducción radial unidimensional con generación, en estado no estacionario. La ecuación de transferencia de energía correspondiente sería:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - K \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) - q_G = \mathbf{0}$$
(7.5)

La temperatura *T* es una función de la posición radial *r* y el tiempo *t* tal que *T*(*r*,*t*). Se tiene la condición a la frontera T(L,t) = 0 cuando r = L y la condición inicial T(r,0) = 0 cuando t = 0.

Para resolver esta ecuación se utilizaron dos métodos diferentes:

 Solución analítica (Ec. 7.6) obtenida por los autores de la fuente consultada [15] utilizando funciones de Green. Se implementó esta solución en el software *Wolfram Mathematica 11 Student Edition*.

$$T(r,t) = \frac{q_G L^2}{4K} \left[ 1 - \left(\frac{r}{L}\right)^2 \right] - 2 \frac{q_G L^2}{K} \sum_{n=1}^{\infty} e^{-\frac{\beta_n^2 \alpha t}{L^2}} \frac{J_0\left(\frac{\beta_n r}{L}\right)}{\beta_n^3 J_1(\beta_n)}$$
(7.6)

 Solución numérica utilizando el módulo *Transient Thermal* del software comercial ANSYS Student versión 19.1 mismo que se utilizó para el desarrollo del modelo matemático del sistema completo de este trabajo.

Los resultados obtenidos mediante estos dos métodos se muestran en la Figura 7.9. El gráfico corresponde al perfil radial de temperatura del cilindro de la Figura 7.8 para los primeros 3 pasos de tiempo con duración de 0.1 segundos. Para cada paso de tiempo se utiliza un mismo color; para la solución analítica se utilizan líneas sólidas y para la numérica símbolos. En la Figura 7.9 se puede observar que los resultados obtenidos con ambos métodos son prácticamente iguales. La separación que se produce en el primer tramo se debe al grueso de la malla empleada en la solución numérica; sin embargo, en todos los casos, la diferencia entre los resultados de ambos métodos es del orden de centésimos de grado Celsius.



Figura 7.9: Perfiles de temperatura obtenidos utilizando la solución analítica (líneas continuas) y la solución numérica (puntos).

# 8 Resultados y análisis

### 8.1 Resultados experimentales

En las Tablas 8.1 y 8.2 se desglosa el código de colores empleado para las curvas en las gráficas de la respuesta térmica. Cada color corresponde a una posición y cada posición se describe por: (*posición sobre eje* Y *indicado en la Figura 7.3 (b*), *profundidad al interior de la pared del dado*)

Color	Posición
	Superior, centro de la pared del dado
	Medio, centro de la pared del dado
	Inferior, centro de la pared del dado
	Centro de la probeta de acero
	Medio, centro de pared del dado
	Medio, superficie

### Tabla 8.1: Código de colores por posición en Dado 1 (gradientes axiales)

Tabla 8.2: Código d	de colores por	posición en Dado	2 (gradientes	radiales)
---------------------	----------------	------------------	---------------	-----------

Color	Posición
	Medio, 1 mm por debajo de superficie externa (radial)
	Medio, centro de la pared del dado
	Medio, 4 mm por debajo de superficie externa (radial)
	Centro de la probeta de acero
	Medio, centro de pared del dado
	Medio, superficie
	Disco 6 (extremo superior)

#### 8.1.1 Gradientes axiales

En las Figuras 8.1 y 8.2 se muestran esquemas del sistema con el tipo de dado, las posiciones donde se realizaron las mediciones, el código de colores y una etiqueta con las siglas (T.C.X) siendo X el número con que se identifica la posición de cada termopar. La etiqueta IR se refiere a la temperatura registrada con la cámara infrarroja (en la superficie del dado) y el código AUX se refiere al termopar conectado al multímetro, que estaba a la misma altura y profundidad que TC2, pero en el cuadrante opuesto.



Figura 8.1: Esquema de la instrumentación del dado. Corte frontal



Figura 8.2: Esquema de la instrumentación del Dado 1. Corte superior

En la Figura 8.3 se grafican las historias térmicas medidas experimentalmente. Se pueden distinguir las cinco etapas del calentamiento mencionadas en la sección 6.1 del Capítulo 6.



Figura 8.3: Historias térmicas para experimento de gradientes axiales. Los números dentro de cuadrados indican las etapas del proceso.

En cada una de las etapas se pueden distinguir comportamientos particulares:

Calentamiento inicial {1}: Al tiempo 0, el sistema se encuentra a temperatura ambiente y se inicia el paso de corriente eléctrica. Las curvas TC1, TC2 y TC3 (azul oscuro, azul claro y gris, respectivamente) permiten observar pequeños escalones de temperatura. Cada escalón corresponde a un incremento en la magnitud de la corriente suministrada, debido a que el control es manual. Los incrementos de corriente son de 400 *A/min* hasta los 600 *s* y posteriormente se reducen a 200 *A/min*; esto se hace con el fin de mantener un calentamiento constante de 100 °C/min. La temperatura se controla utilizando el *IR* durante todo el proceso.

- Meseta de 800 °C {2}: Al alcanzar 800 °C, se mantiene la temperatura constante durante cinco minutos. Para mantener una temperatura aproximadamente constante, la corriente se incrementa o disminuye manualmente conforme el sistema lo requiera, por lo que se observan ligeras fluctuaciones de temperatura en esta zona. En la fotografía correspondiente se observa que, debido a la alta temperatura, la superficie del dado está de color rojo. Se puede observar un patrón de colores: hacia el centro del dado el brillo anaranjado es mayor y hacia los extremos superior e inferior, este brillo se hace más tenue o incluso desaparece. Esto indica, cualitativamente, que existe un gradiente en dirección axial.
- Segundo calentamiento {3}: Para pasar a la segunda meseta, es necesario un nuevo incremento en la corriente. Se puede observar que la rapidez de incremento es constante y es similar a la de la primera rampa de calentamiento (Etapa 1), es decir 200 *A/min*.
- Meseta de 1000 °C {4}: Al alcanzar los 1000 °C, se mantiene la temperatura durante 5 minutos, variando manualmente la corriente conforme el sistema lo requiera, al igual que en la primera meseta (Etapa 2). En la fotografía correspondiente se observa que se mantiene el mismo patrón de colores que en la primera meseta (etapa 2) pero el brillo en la parte media se ha intensificado hasta alcanzar un tono amarillo. Cualitativamente, esto indica que el gradiente axial sigue presente.
- Enfriamiento {5}: Una vez transcurridos los 5 minutos que dura la segunda meseta, se corta súbitamente la corriente de manera que no se genere más calor y el sistema comience a enfriarse. Este enfriamiento es rápido al inicio y comienza a disminuir conforme la temperatura decrece por debajo de aproximadamente 600 °C.

La temperatura de la pared del dado comienza a ascender de forma uniforme durante la primera parte de la etapa de calentamiento inicial [1]; sin embargo, conforme se incrementa la temperatura, las tres curvas TC1 (azul oscuro), TC2 (azul

claro) y TC3 (gris) comienzan a separarse, lo cual indica la formación de un gradiente térmico en dirección axial. De acuerdo con las curvas, la región más caliente está a la mitad de la altura del dado (TC2); la región por debajo de la mitad (TC3) está ligeramente más fría y la parte superior está considerablemente más fría (TC1). En las fotografías se puede observar que, efectivamente, a la mitad de la altura del dado –donde se encuentran TC2 y TC3– la radiación es más intensa que en las partes inferior y superior –ésta última donde se encuentra TC1– por lo que se presume que las temperaturas registradas por los termopares son cualitativamente consistentes. En la Figura 8.4 se muestra cualitativamente en forma de gráfico la forma del gradiente observado.



Figura 8.4: Forma cualitativa del gradiente axial

Se añadieron dos métodos de medición complementarios: el *IR* (curva amarilla) y *TC AUX* (Termopar conectado al multímetro, curva verde). En la Figura 8.3 se puede observar que las curvas *TC2* y *TC AUX* (azul claro y verde, respectivamente) están prácticamente empalmadas. Tomando en cuenta que se encuentran en la misma posición (tanto en altura como en profundidad), esto indica que el comportamiento

en el dado es simétrico y que ambos métodos funcionan por igual. Por otro lado, la temperatura registrada por el *IR* es ligeramente mayor durante todo el experimento. Para determinar el motivo de esta discrepancia, es necesario realizar una prueba de calibración de este instrumento, de manera que se detecte si el error está en sus mediciones o en las de los termopares –lo cual confirmaría que la corriente eléctrica los afecta–.

#### 8.1.2 Gradientes radiales

En las Figuras 8.5 y 8.6 se muestran esquemas del sistema con el tipo de dado, las posiciones donde se realizaron las mediciones, el código de colores y una etiqueta con las siglas (*T.C.X*) siendo *X* el número con que se identifica la posición de cada termopar, para experimentos diseñados para mostrar gradientes radiales. La etiqueta *IR* se refiere a la temperatura registrada con la cámara infrarroja (en la superficie del dado) y el código *AUX* se refiere al termopar conectado al multímetro, estaba a la misma altura y profundidad que TC2, pero en el cuadrante opuesto.

En la Figura 8.7 se muestran las historias térmicas cuando se utiliza el Dado 2 y el mismo patrón de calentamiento que generó los resultados de la Figura 8.3. En la figura se agregaron imágenes extraídas del video.



Figura 8.5: Esquema de instrumentación del Dado 2. Corte superior (A). Vista lateral derecha (B)



Figura 8.6: Esquema de la instrumentación para el dado 2. Corte frontal



Figura 8.7: Historias térmicas ilustrativas del comportamiento de gradientes radiales.

En la Figura 8.7 se pueden distinguir las mismas etapas que en la Figura 8.3 ya que el régimen de calentamiento es el mismo; sin embargo, como la instrumentación es diferente –se utilizó el Dado 2 para medir gradientes radiales–, la interpretación de los resultados no es la misma que en el caso anterior:

 La diferencia entre las curvas para TC1, TC2 y TC3 indica la formación de un gradiente radial con una forma cualitativa como se muestra en la Figura 8.8.



Figura 8.8: Gráfico cualitativo de la forma de los gradientes radiales en la parte media de la altura de la pared del dado. El perfil se traza sobre la línea verde

- De acuerdo con los resultados, el gradiente es asimétrico, lo que indica que el interior de la pared del dado se encuentra a menor temperatura que el exterior. Esto sugiere que hay una mayor transferencia de energía hacia la probeta comparada con la que se pierde radiando hacia el exterior.
- La temperatura registrada por *TC AUX* es ligeramente mayor que la registrada por *TC2*, a pesar de que se encuentran en la misma posición, pero en lados opuestos. El origen de esta discrepancia no es evidente, sin embargo, la diferencia no es grande por lo que es altamente probable que se deba a un error mínimo en la operación de los dispositivos.

- La temperatura registrada por el *IR* sigue siendo mayor, por lo que es necesario realizar un análisis más profundo del origen de la diferencia entre los termopares y el *IR*.
- Se añadió un termopar al disco superior (*TC5, curva morada*) con la finalidad de tener información acerca del sistema de enfriamiento. De acuerdo con la curva obtenida, es notorio que dicho sistema no es completamente eficiente ya que el incremento en la temperatura, si bien no es tan significativo como en las zonas más calientes del sistema, tampoco es despreciable.

#### 8.2 Solución numérica

El problema matemático descrito en el Capítulo 7 se resolvió utilizando el simulador comercial *ANSYS Mechanical APDL* en su versión 19.1. Este simulador utiliza la metodología de *elementos finitos* para resolver numéricamente las ecuaciones gobernantes en el dominio indicado.

En las Figuras 8.9 a 8.11 se muestran los contornos obtenidos con el simulador para tres campos de interés en el sistema: densidad de corriente eléctrica, generación de energía (calor generado por efecto Joule) y temperatura. Estos contornos permiten visualizar gráficamente la evolución y distribución de estas magnitudes a lo largo del proceso.

En la Figura 8.9 se puede observar que la densidad de corriente alcanza el valor máximo en la pared del dado; esto se debe a la reducción de la sección transversal debido a la geometría del sistema (discos en tamaño descendente). Siendo que el calor generado es directamente proporcional al cuadrado de la magnitud de la corriente eléctrica (Ec. 5.14) será en esta zona también donde más calor se genere.



Figura 8.9: Contornos de densidad de corriente eléctrica (A/m<sup>2</sup>), a diferentes tiempos obtenidos utilizando el simulador ANSYS. O segundos (a), 280 segundos (b), 650 segundos (c), 850 segundos (d), 1050 segundos (e), 1300 segundos (f). En (a) se muestra el sistema completo y la región de interés, sobre la que se hace el acercamiento para las imágenes subsecuentes, delimitada por líneas rojas punteadas.



Figura 8.10: Contornos de calor volumétrico generado (W/m<sup>3</sup>) por elemento a diferentes tiempos obtenidos utilizando el simulador ANSYS. O segundos (a), 280 segundos (b), 650 segundos (c), 850 segundos (d), 1050 segundos (e), 1300 segundos (f). En (a) se muestra el sistema completo y la región de interés, sobre la que se hace el acercamiento para las imágenes subsecuentes, delimitada por líneas rojas punteadas.

La evolución del campo térmico se ilustra en la Figura 8.11, en la que se aprecia que la región del dado es la que más rápidamente se calienta, debido a la alta densidad de corriente eléctrica y, por tanto, alta generación volumétrica de calor. Por otro lado, la probeta es el componente que más lentamente se calienta, lo cual

se deriva de que la energía que se le transfiere es por radiación y a que no hay generación al interior de la probeta debido a que está aislada eléctricamente.



Figura 8.11: Contornos de temperatura [ºC], a diferentes tiempos obtenidos utilizando el simulador ANSYS. O segundos (a), 280 segundos (b), 650 segundos (c), 850 segundos (d), 1050 segundos (e), 1300 segundos (f). En (a) se muestra el sistema completo y la región de interés, sobre la que se hace el acercamiento para las imágenes subsecuentes, delimitada por líneas roias punteadas.

En la Figura 8.12 se muestran los resultados de la simulación para el análisis de gradientes axiales en la pared del dado. El código de colores es el mismo que el de los resultados experimentales (se muestra nuevamente en la Figura 8.13).



Figura 8.12: Historias térmicas obtenidas de la simulación por elementos finitos.



Figura 8.13: Código de colores para la Figura 8.12.

#### 8.2.1 Gradientes axiales

Se pueden observar las siguientes particularidades:

- En las regiones correspondientes a las mesetas, la temperatura no se mantiene uniforme. Como se mencionó en los Capítulos 4 y 6, el control de la temperatura se realiza manualmente mediante la perilla de corriente eléctrica. Al alcanzar la temperatura de las mesetas, los cambios de corriente que realiza el operador con el fin de mantener la temperatura aproximadamente constante son completamente arbitrarios en intensidad y tiempo. El lapso de 30 segundos en el que se registra la corriente por protocolo es demasiado amplio para captar estos cambios finos, por lo que los datos de corriente que se alimentan al simulador para estos periodos son demasiado gruesos para representar fielmente el comportamiento real. Recuérdese que las variaciones de corriente registrados en la bitácora para cada lapso de 30 segundos.
- Experimentalmente se observa un efecto de "inercia térmica", lo que significa que la respuesta en temperatura al incremento de corriente no es instantánea cuando se realiza un ajuste en la corriente. En cambio, en la solución numérica los cambios en temperatura son abruptos e inmediatos.
- El perfil térmico en dirección axial obtenido es congruente con lo observado en los resultados experimentales de la sección 8.1.1 (Figura 8.3). Sin embargo, los resultados del modelo matemático indican que la diferencia en temperatura entre *TC2* y *TC3* es mucho más pequeña que la observada experimentalmente.
- De acuerdo con los resultados experimentales, en cierto momento la temperatura del centro de la probeta rebasa aquella de la zona fría del dado. Los resultados del modelo matemático indican que esto no es así y que el dado en todas sus regiones se mantiene siempre más caliente que la probeta. Esto es temodinámicamente consistente, ya que la transferencia de energía desde un cuerpo frío a uno caliente es improcedente.

- El enfriamiento comienza abruptamente al momento de cortar la corriente. Una vez que inicia esta última etapa del proceso, la magnitud de los gradientes disminuye drásticamente. Se puede observar también en esta etapa que el dado se enfría mucho más rápidamente que la probeta. Esto se debe a dos razones:
  - La diferencia de temperatura entre las paredes externas del dado y la pared interna de la cámara es mayor que la de la superficie externa de la probeta y la superficie interna del dado. Al ser menor esta diferencia, la magnitud del flux de calor que abandona la probeta es menor y el enfriamiento se da más lentamente.
  - En el momento que se suspende la corriente eléctrica, deja de haber generación de energía por efecto Joule. Esto junto con el hecho de que el sistema de enfriamiento extrae una cantidad importante de energía, provoca que el enfriamiento sea abrupto y rápido.

#### 8.2.2 Gradientes radiales

En la Figura 8.14 se muestran los resultados obtenidos mediante simulación para el análisis de gradientes radiales sobre la pared del dado. El código de colores es el mismo que el de los resultados experimentales (se muestra nuevamente en la Figura 8.15).



Figura 8.14: Historias térmicas obtenidas de la simulación por elementos finitos para análisis de gradientes radiales.



Figura 8.15: Código de colores para la Figura 8.12.

Se pueden observar las siguientes particularidades:

- Al igual que en el caso de gradientes axiales, en las regiones correspondientes a las mesetas, la temperatura no se mantiene uniforme, debido al control manual del equipo. El comportamiento que se observa es consecuencia de la información incompleta que se tiene.
- De acuerdo con los resultados obtenidos mediante esta simulación, existe un gradiente radial muy pequeño en la pared del dado. Esto se contrapone a lo observado experimentalmente, donde se mostró que el centro de la probeta es la región más caliente, seguido por la parte exterior y finalmente la pared interior, que es la que radia hacia la probeta. El gradiente registrado experimentalmente es de magnitud considerable.
- De acuerdo con los resultados experimentales, en cierto momento la temperatura del centro de la probeta rebasa las de las zonas frías del dado (posición interna, TC3 y externa, TC1) pero no la del centro de la pared (TC2). Los resultados del modelo matemático difieren de esto e indican que el dado en todas sus regiones se mantiene siempre más caliente que la probeta.

#### 8.3 Validación del modelo matemático

En esta sección se presentan los resultados obtenidos experimental y analíticamente, para las condiciones anteriormente mencionadas.

En la Figura 8.16 se muestran comparativamente las imágenes obtenidas experimentalmente de la grabación del calentamiento del dado, así como los contornos de temperatura en todo el sistema generados por *ANSYS*, que corresponden a los resultados obtenidos del modelo matemático. Se observa que cualitativamente el campo térmico evoluciona de la misma manera en ambos casos: el centro del dado es la región más caliente y la temperatura disminuye verticalmente en ambos sentidos.



Figura 8.16: Contornos simuladas e imágenes extraídas de la videograbación del experimento para las diferentes etapas del proceso. Etapa 1(a), etapa 2(b), etapa 3(c), etapa 4 (d), etapa 5 (e) y etapa 6 (f).

En la Figura 8.17 se muestran las historias térmicas obtenidas numérica y experimentalmente. Se pueden hacer las siguientes observaciones:

- La probeta se calienta mucho más rápidamente en la prueba experimental que en la simulación matemática. Esto puede deberse a alguna de las siguientes causas:
  - El aislamiento de la base de zirconia puede no ser perfecto. La simulación numérica considera un flujo de calor nulo por la base de la probeta; sin embargo, ningún material es completamente impermeable al flujo de calor.
  - El acero es un material metálico y como tal, posee una nube electrónica que le permite ser un buen conductor eléctrico [16]. Esta nube, sin embargo, es sensible a los campos magnéticos. La corriente pulsada que utiliza el dispositivo *SPS* puede estar induciendo corrientes parásitas al interior del material, lo que haría que éste se calentara por efecto Joule debido al movimiento electrónico inducido por la corriente pulsada. Este efecto es conocido como *calentamiento por inducción* [17] y afecta a cualquier material conductor de electricidad, ya sea metálico –afectando a la nube electrónica– o no metálico –afectando a los electrones de la banda de conducción–. Es posible que la probeta en el experimento se esté calentando por inducción, lo cual no está considerado por el modelo matemático.
  - Sólo se tiene una medida de la historia térmica en un punto del disco más próximo al electrodo superior (disco 6). El modelo matemático supone que la temperatura es igual en toda la interfase; sin embargo, sólo se tiene la temperatura de un punto próximo a la superficie y es posible que no sea representativo de toda el área. En el análisis de sensibilidad se determinará qué tan significativo es el efecto de este factor.
- La temperatura de los tres puntos medidos es menor para la solución numérica que para los resultados experimentales. Las causas pueden ser las siguientes:

- No está demostrado que los termopares sean inmunes a los efectos del paso de corriente eléctrica a través del componente del cual registran la temperatura. Como se mencionó anteriormente, existe la posibilidad de que esta tenga un efecto sobre los datos registrados y éstos estén errados. Este efecto no debe descartarse ya que en la Figura 8.17 puede observarse que, en el momento en que se corta la corriente eléctrica, los resultados tanto experimentales como numéricos son prácticamente idénticos.
- Los dos resultados –experimentales y numéricos– indican la existencia de un gradiente axial; sin embargo, dicho gradiente es mayor en la prueba experimental. De acuerdo con los resultados numéricos, el gradiente tiene la misma forma, pero la diferencia simulada entre las posiciones media e inferior (TC1 y TC2) es menor comparado con lo observado experimentalmente.
- La temperatura del sistema de discos de grafito no permanece constante durante las mesetas en la solución numérica. Esto se debe a que no se tienen suficientes datos de corriente en esta etapa del proceso. Por otra parte, la probeta sigue cualitativamente el patrón en ambos casos a pesar de estas diferencias en la temperatura.
- El modelo matemático considera un sistema perfectamente alineado y un contacto perfecto entre sus componentes. Es posible que en realidad esto no sea del todo correcto ya que durante la colocación de los discos al interior de la cámara de vacío puede ocurrir que, por error humano, se pierda la alineación de éstos o se mueva la probeta al interior del dado durante la colocación de los termopares. El efecto de la desalineación es desconocido y su estudio va más allá de la capacidad predictiva del modelo desarrollado.



Figura 8.17: Historias térmicas experimentales (líneas continuas) y simuladas (líneas punteadas) para medición de gradientes axiales.

#### 8.4 Análisis de sensibilidad

La magnitud de la energía intercambiada a través de una frontera está descrita ya sea por una ecuación o por un valor especificado de alguna variable; en este caso, la temperatura. Esta magnitud es relevante, ya que la energía intercambiada a través de las fronteras tiene una relación directa con la respuesta térmica del sistema en conjunto. El sistema que se estudia en el presente trabajo tiene un gran número de fronteras; sin embargo, estas sólo son de dos tipos: de intercambio de energía mediante radiación o de temperatura específica. En esta sección se estudiará el efecto de aumentar o disminuir la magnitud de energía intercambiada a través de las fronteras mediante la variación de sus parámetros asociados, los cuales se indican en la Tabla 8.3.

Tabla 8.3: Mecanismos de intercambio de calor y variables asociadas		
Mecanismo de intercambio	Variable asociada	
Extracción de calor por el sistema de	Historia térmica de las caras de los	
enfriamiento de los electrodos.	discos de grafito en contacto con los	
	electrodos enfriados	
Radiación de la pared interior de la	Emisividad de las paredes interiores de	
cámara de vacío hacia la pared	la cámara de vacío	
exterior del arreglo de discos		
Radiación de las paredes exteriores	Emisividad de las paredes exteriores	
del arreglo de discos hacia la pared	del arreglo de discos	
interior de la cámara de vacío.		
Radiación de la pared interior del dado	Emisividad de la pared interior del	
hacia la superficie exterior de la	dado	
probeta.		
Radiación de la superficie exterior de	Emisividad de la superficie exterior de	
la probeta hacia la pared interior del	la probeta	
dado.		

#### 8.4.1 Efecto de la condición a la frontera asociada al sistema de enfriamiento

La curva TC5 mostrada en la Figura 8.7 proporciona información acerca del sistema de enfriamiento, dado que está cerca del punto de contacto entre el conjunto de discos de grafito y el sistema de enfriamiento. Para estudiar la sensibilidad del modelo a este dato se realizó, primero, una regresión estadística para encontrar una función que se ajuste al comportamiento de estos datos. En la Figura 8.18 se muestra el gráfico original junto con la función obtenida mediante una regresión no lineal usando el software SigmaPlot versión 14.0.


Figura 8.18: Regresión estadística de la historia térmica del termopar TC5. Se muestra la ecuación de regresión y el coeficiente de determinación ( $R^2$ ).

La función T(t) ajustada está dada por la ecuación 8.1, que representa un modelo empírico de la historia térmica medida.

$$T(t) = A \frac{\left|\frac{t}{t_0}\right|^{|B|}}{1 + \left|\frac{t}{t_0}\right|^{|B|}} \qquad (8.1)$$

Esta es una función logística de tres parámetros (A, B,  $t_0$ ), cuya validez se limita al intervalo  $95 \le t \le 1205$ . El valor de los parámetros de la curva ajustada a la curva *TC5* se muestra en la Tabla 8.4.

Parámetro	Valor
A	697.269
В	-1.587
<i>t</i> <sub>0</sub>	533.923

Debido a la forma de la Ec. 8.3, el parámetro *A* es el que tiene mayor peso, por lo que será el pivote para la prueba de sensibilidad.

En la Figura 8.19 se muestra la curva *TC5* original (morado), la resultante de incrementar en 10% el valor del parámetro *A* (rojo) y la resultante de disminuir el mismo parámetro en 10% de su valor original (azul). Para los intervalos  $0 \le t < 95$  y  $1200 < t \le 1330$  donde no es válida la Ec. 8.3 se utilizaron los valores de la curva original *TC5* para completar los datos faltantes.

La curva A1 (roja) representa una historia térmica con valores de temperatura más elevados, es decir, un enfriamiento menos eficiente. Por otro lado, la curva A2 (azul) representa una historia térmica con valores de temperatura más bajos, lo que indica un enfriamiento más intenso. De estos resultados se concluye que la eficiencia en el enfriamiento es inversamente proporcional al parámetro A.



Figura 8.19: Historia térmica en la posición de TC5: función ajustada (morado), parámetro A aumentado en un 10 % (rojo) y parámetro A disminuido en un 10% (azul).

En la Figura 8.20 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utilizan como historias térmicas en las interfases disco-electrodo las curvas *TC5* medida (morado) y con A = A2 (azul). Las líneas continuas representan las historias térmicas con la condición a la frontera original y las líneas punteadas aquellas con la condición a la frontera de eficiencia de extracción de calor aumentada.

El análisis para este y el resto de los parámetros se hizo con la configuración para estudio de gradientes axiales (Figura 8.13), ya que de acuerdo con los resultados presentados en la subsección 8.2, este tipo de gradiente es el más significativo en el sistema



Figura 8.20: Historias térmicas simuladas con condiciones a la frontera estándar (líneas continuas) y con incremento en la eficiencia de extracción de calor (líneas punteadas). Resultados para gradientes axiales.

En la Figura 8.20 se puede observar que el efecto de incrementar la eficiencia en el enfriamiento de los electrodos es una disminución global de la temperatura. La forma del gradiente no cambia; sin embargo, la diferencia térmica no es homogénea y se acentúa más a temperaturas más elevadas. En la Figura 8.21 se muestra un gráfico de la diferencia de temperaturas como función del tiempo. La diferencia se calculó de acuerdo con la Ec. 8.2:

$$\Delta TC = T_{Enfriamiento Aumenado} - T_{Enfriamiento Estándar}$$
(8.2)



Figura 8.21: Diferencia térmica (ver Ec. 8.4) como función del tiempo para A=A2.

Del gráfico 8.21 se puede observar que la diferencia es negativa y prácticamente igual en todos los puntos medidos, lo que indica que, en todo momento, la temperatura del sistema con exceso de enfriamiento es menor que la del sistema con enfriamiento estándar. Así mismo, se observa que la diferencia entre las curvas de la Figura 8.19 es mayor a medida que aumenta la temperatura y su valor máximo se alcanza hacia el final del experimento, donde se encuentran las temperaturas más elevadas, lo que es congruente con lo observado cualitativamente en la Figura 8.20. La diferencia térmica puede alcanzar hasta -70°C.

A pesar de que en las mesetas hay periodos en los que la temperatura permanece aproximadamente constante, la diferencia térmica no sigue el mismo patrón. El comportamiento cambia constantemente, pero la tendencia es incrementarse a temperaturas más elevadas.

En el momento en que se interrumpe la corriente se observa un mínimo (pico). La generación de calor por efecto Joule se interrumpe en este momento y a partir de entonces, el sistema entra a un régimen de enfriamiento, donde pierde energía por

radiación y por la extracción del sistema de enfriamiento de los electrodos, que no se interrumpe al cortar la corriente eléctrica.

En la Figura 8.22 se muestran los resultados simulados cuando se utilizan como historias térmicas en las interfases disco-electrodo las curvas *TC5* medida (morado) y A1 (rojo). Las líneas continuas representan las historias térmicas con la condición a la frontera original y las líneas punteadas aquellas con la condición a la frontera de eficiencia de extracción de calor disminuida.

Se puede observar que el efecto sobre la temperatura es el inverso comparado con el caso anterior, es decir, ahora la temperatura aumenta para todas las posiciones.



Figura 8.22: Historias térmicas simuladas con condiciones a la frontera estándar (líneas continuas) y con decremento en la eficiencia de extracción de calor (líneas punteadas). Resultados para gradientes axiales.

Se mantienen tanto la forma del gradiente como la tendencia a que la diferencia térmica se acentúe a mayores temperaturas.

En la Figura 8.23 se muestra una gráfica de la diferencia térmica como función del tiempo calculada de acuerdo con la Ec. 8.3.

$$\Delta TC = T_{Enfriamiento Disminuído} - T_{Enfriamiento Estándar}$$
(8.3)



Figura 8.23: Diferencia térmica (ver Ec. 8.5) como función del tiempo para A =A1.

De la Figura 8.23 se puede observar que la diferencia térmica es prácticamente igual para todos los puntos medidos y de signo positivo en todo momento, lo que indica que la temperatura es siempre mayor comparada con el caso de enfriamiento estándar. La diferencia térmica puede alcanzar hasta los 60°C.

Esta curva es creciente hasta que alcanza su máximo, cerca del punto de inicio de la segunda meseta. Posteriormente comienza a decrecer hasta que se apaga la corriente eléctrica. En este punto hay un incremento repentino (pico), pero posteriormente el efecto se corta y continúa la tendencia descendente.

En ambos casos (aumento y disminución del enfriamiento) se observa que cuando se da el corte de corriente, la diferencia térmica tiende a disminuir.

#### 8.4.2 Efecto de la emisividad de la superficie interior de la cámara de vacío hacia la superficie exterior del arreglo de discos

En esta sección se evaluará el efecto de incrementar o disminuir la emisividad de la pared interior de la cámara de vacío. La variación será de  $\pm 0.1$  unidades de emisividad, respectivamente.

En la Figura 8.24 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza la emisividad estándar  $\varepsilon_{Cam} = 0.5$  (valor asignado considerando el material de la cámara de vacío y el estado de su superficie– y cuando esta incrementa a  $\varepsilon_{Cam} = 0.6$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con el valor original y las líneas punteadas aquellas con la emisividad aumentada.



Figura 8.24: Resultados con condiciones a la frontera estándar (líneas continuas) y efecto del incremento en la emisividad de la pared interna de la cámara de vacío. Resultados para gradientes axiales.

En la Figura 8.25 se grafica la diferencia térmica entre cada una de las parejas, de la misma manera que se ha hecho con las parejas de curvas anteriores.



Figura 8.25: Diferencia térmica como función del tiempo para un incremento en la emisividad de la pared interna de la cámara de vacío de 0.1.

De la Figura 8.25 se puede observar que la diferencia es negativa: el sistema alcanza mayores temperaturas cuando la pared interior de la cámara tiene menor emisividad. La tendencia de la curva es decreciente: la diferencia incrementa conforme lo hace la temperatura hasta el momento en el que se corta la corriente; a partir de este punto la diferencia comienza a disminuir. El máximo valor de diferencia que se logra alcanzar es de -2.5 °C.

El efecto global que de la disminución de la emisividad de la pared interna de la cámara es que perjudica –aunque muy levemente– el calentamiento del sistema. La explicación de esto es que existe una relación entre las propiedades radiativas *emisividad, reflectividad* y *absorbitividad* [18].

 La emisividad (ε) es la capacidad de un material a emitir radiación hacia el medio circundante. Un cuerpo que radia perfectamente (cuerpo negro) tiene una emisividad de 1.

- La reflectividad (ρ<sub>i</sub>) es la capacidad de un material a reflejar la radiación que incide sobre él sin que esta provoque un efecto sobre su temperatura. Un espejo completamente reflejante tiene una reflectividad de 1.
- La absorbitividad (α<sub>i</sub>) es la capacidad de un material de absorber la radiación y convertirla en energía calorífica, incrementando así su propia temperatura.

Estas propiedades dependen tanto de la naturaleza del material como del estado de la superficie radiante. La relación matemática entre las tres propiedades está dada por la Ec. 8.4.

$$\varepsilon + \rho_i + \alpha_i = 1 \tag{8.4}$$

Cualitativamente, esta relación indica que, con una absorbitividad constante, si la emisividad de un cuerpo disminuye, su reflectividad aumentará para que se mantenga el balance de las tres cantidades.

En el caso de la pared interna de la cámara, se tiene que la emisividad ha sido aumentada, lo que significa que la reflectividad, la absorbitividad o ambas debieron haber disminuido. Partiendo del supuesto de que la reflectividad es la que disminuye –ya que esta puede cambiar dependiendo del acabado de la superficie mientras que la absorbitividad está relacionada con las propiedades del seno del material–, el resultado observado en esta prueba es consistente: la pared con menor emisividad refleja menos la radiación proveniente del sistema de discos de grafito, por lo que esta última pierde más energía por radiación y su calentamiento se ve disminuido.

En la Figura 8.26 se grafican los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza la emisividad estándar  $\varepsilon_{Cam} = 0.5$  para la pared interna de la cámara de vacío y cuando esta disminuye a  $\varepsilon_{Cam} = 0.4$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas calculadas con el valor estándar de la emisividad y las líneas punteadas aquellas con el valor reducido de la emisividad.

La Figura 8.27 muestra gráficamente la diferencia térmica entre cada una de las parejas de datos (temperatura a un tiempo específico), diferencia que se calcula de la misma manera que en las parejas de curvas anteriores.



Figura 8.26: Historias térmicas simuladas con el valor estándar de la emisividad de la pared interna de la cámara de vacío (líneas continuas) y con un valor menor (líneas discontinuas). Resultados para gradientes axiales.



Figura 8.27: Diferencia térmica como función del tiempo para un incremento en la emisividad de la pared interna de la cámara de vacío de 0.1.

La forma de esta curva es igual que la del caso anterior, pero en sentido positivo; sin embargo, el valor máximo de la diferencia es ligeramente mayor: cerca de 3.5 °C.

El resultado es consistente con la Ec. 8.4 en este caso la emisividad decrece, por lo que la reflectividad debe aumentar. Esto implica que la energía radiada por las paredes externas de los discos de grafito será reflejada en mayor medida, por lo que el calentamiento del sistema se verá favorecido.

8.4.3 Efecto de la emisividad de la pared exterior del arreglo de discos hacia la superficie interior de la cámara de vacío.

En esta sección se evaluará el efecto de incrementar o disminuir la emisividad de la pared exterior del arreglo de discos (conformada por la cara lateral de cada uno de los discos y la sección de las tapas que no alcanza a cubrir el disco adyacente). La energía que irradia esta superficie incide en la superficie interna de la cámara de vacío. La variación será de  $\pm 0.1$  unidades de emisividad, respectivamente.

En la Figura 8.28 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza la emisividad estándar de grafito denso reportada en la literatura [19] (con un valor de  $\varepsilon_{Ext} = 0.9$ ) y cuando ésta se incrementa a  $\varepsilon_{Ext} = 1$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con el valor de emisividad original y las líneas punteadas aquellas con el valor aumentado.

Para estudiar con mayor detalle el efecto de esta variable, se construye un gráfico de las diferencias entra cada pareja de datos de la misma manera que se ha hecho con las parejas de curvas anteriores, gráfico que se presenta en la Figura 8.29.



Figura 8.28: Historias térmicas simuladas con el valor estándar de la emisividad de las superficies externas de los discos de grafito (líneas continuas) y con el valor aumentado (líneas discontinuas). Resultados para gradientes axiales.



Figura 8.29: Diferencia térmica como función del tiempo para un incremento de la emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito de 0.1.

A partir de la Figura 8.28 se puede deducir que un incremento en la emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito disminuye el calentamiento del sistema. Este efecto se incrementa a temperaturas elevadas; la diferencia máxima observable es de cerca de 10 °C. En comparación con la variable anterior – emisividad de la superficie interna de la cámara–, el efecto de la modificación de esta variable es mayor.

El efecto observado es consistente con la Ec. 8.4 tal que un incremento en la emisividad de esta superficie hará que el flujo de energía que la abandona por radiación sea mayor. Esta mayor pérdida de energía tendrá un efecto negativo sobre el calentamiento del sistema. Este efecto, sin embargo, es relativamente débil, como se observa en la Figura 8.28

En la Figura 8.29 se observa que la diferencia térmica es altamente fluctuante y no es la misma para cada punto del sistema. En esta prueba, la frontera tiene asignada una emisividad aumentada de 1, lo que implica que toda la energía es radiada.

En la Figura 8.30 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* para la operación contraria: reducir la emisividad estándar del grafito compacto a un valor de  $\varepsilon_{Ext} = 0.8$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con el valor original de emisividad de 0.9 y las líneas punteadas aquellas con el valor reducido de la emisividad.

En la Figura 8.31 se puede visualizar el comportamiento de la diferencia térmica entre cada una de las parejas de datos para observar con mayor detalle el efecto de la variación del parámetro estudiado en esta sección.



Figura 8.30: Historias térmicas calculadas con el valor estándar de emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito (líneas continuas) y con el valor reducido de emisividad (líneas discontinuas). Resultados para gradientes axiales.



Figura 8.31: Diferencia térmica como función del tiempo para un decremento de 0.1 en la emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito.

El efecto de disminuir este valor de emisividad tiene como consecuencia un aumento global en el calentamiento, aunque no por igual para cada punto. La forma de las curvas que representan la diferencia entre los resultados originales con los de emisividad reducida se parecen mucho a las historias térmicas; sin embargo, el rango de valores es mucho menor: la diferencia más grande producida por esta variación es cercana a los 10 °C y se alcanza a los tiempos en los que la temperatura global del sistema es mayor.

Este efecto es consistente con la Ec. 8.4 ya que una menor emisividad implica un menor escape de energía debido a la radiación, lo que promueve el calentamiento del sistema.

### 8.4.4 Efecto de la emisividad de la superficie interna del dado hacia la superficie exterior de la probeta.

En esta sección se evaluará el efecto de aumentar o disminuir la emisividad de la superficie interna del dado. Esta superficie es la que mira e irradia energía hacia la superficie externa de la probeta. La variación será de  $\pm 0.1$  unidades de emisividad.

En la Figura 8.32 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza la emisividad estándar del grafito en la pared interior del dado ( $\varepsilon_{Dad} = 0.9$ ) y cuando ésta se incrementa a  $\varepsilon_{Dad} = 1$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con el valor estándar de la emisividad y las líneas punteadas aquellas con la emisividad aumentada.

La Figura 8.33 permite visualizar la diferencia de temperatura entre cada una de las parejas para un mismo punto en el tiempo.



Figura 8.32: Historias térmicas simuladas con el valor estándar de en la emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito (líneas continuas) y con el valor aumentado (líneas discontinuas). Resultados para gradientes axiales.



Figura 8.33: Diferencia térmica como función del tiempo para un incremento en la emisividad de la superficie externa del arreglo de discos de grafito de 0.1.

Incrementar la emisividad de la pared interna del dado produce un aumento global de la temperatura, como se observa cualitativamente en la Figura 8.32. Sin embargo, este aumento no es igual en todos los puntos medidos, como lo muestra la Figura 8.33.

El efecto sobre el arreglo de discos de grafito es relativamente bajo, como lo muestran las curvas  $\Delta TC1$ ,  $\Delta TC2$  y  $\Delta TC3$  (azul claro, azul oscuro y gris, respectivamente). La diferencia es prácticamente igual en magnitud para las tres y el signo fluctúa, lo que significa que la temperatura a veces es ligeramente mayor y otras, ligeramente menor con respecto a las condiciones estándar.

Por su parte, la curva ∆TC4 (anaranjada) muestra que el mayor efecto del cambio de esta variable se da en la temperatura de la probeta. Esto es cualitativamente consistente, ya que la probeta es la que recibe directamente el efecto de la radiación de la superficie interna del dado. Al incrementar la emisividad de dicha pared, el flujo de calor por radiación hacia la probeta incrementa, lo que favorece su calentamiento.

Cabe destacar también que, a diferencia de lo observado en la mayoría de las otras pruebas de sensibilidad, aquí la mayor diferencia de temperatura se da al inicio de la primera meseta; posteriormente sigue existiendo una diferencia, pero menor en magnitud en comparación con la de la zona antes mencionada. Al igual que en el resto de las pruebas, la interrupción del flujo de corriente provoca un cambio repentino en el comportamiento de la curva de diferencia térmica.

En la Figura 8.34 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza el valor estándar de la emisividad de la superficie interna del dado ( $\varepsilon_{Dad} = 0.9$ ) y cuando ésta se disminuye a  $\varepsilon_{Dad} = 0.8$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con el valor estándar de la emisividad y las líneas punteadas aquellas con la emisividad reducida.

En la Figura 8.35 se grafica la diferencia térmica entre cada una de las parejas.



Figura 8.34: Historias térmicas simuladas con el valor estándar de la emisividad de la superficie interna del dado (líneas continuas) y con el valor de emisividad reducida en 0.1 unidades. Resultados para gradientes axiales.



Figura 8.35:. Diferencia térmica como función del tiempo para un decremento en la emisividad de la superficie interna del dado de 0.1 unidades.

El efecto de la reducción de esta variable es muy parecido al anterior, pero de signo opuesto y de mayor magnitud: la diferencia máxima supera los 20 °C.

El comportamiento de  $\Delta$ TC4 (curva anaranjada, gráfico 8.35) cambia radicalmente en el momento en que se corta la corriente: la diferencia cae drásticamente hasta invertirse, lo que significa que la probeta comienza a enfriarse más lentamente que en el caso original. Esto es consistente ya que, al haber disminuido el valor de la emisividad, es la reflectividad la que debe incrementar, por lo que la tasa neta de pérdida de energía de la probeta disminuye y su enfriamiento se hace más lento.

## 8.4.5 Efecto de la emisividad de la superficie de la probeta hacia la pared interna del dado

En esta sección se evaluará el efecto de incrementar y disminuir la emisividad de la superficie de la probeta. La variación será de  $\pm 0.1$  unidades de emisividad, respectivamente.

En la Figura 8.36 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza el valor estándar de la emisividad de la superficie de la probeta ( $\varepsilon_{Ac} = 0.85$ ) y cuando ésta aumenta a  $\varepsilon_{Ac} = 0.95$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas calculadas con el valor estándar de  $\varepsilon_{Ac}$  y las líneas punteadas aquellas con el valor aumentado.

La Figura 8.37 muestra el comportamiento de la diferencia térmica entre cada una de las parejas de datos (temperatura en cada una de las condiciones para un mismo momento en el tiempo).



Figura 8.36: Historias térmicas simuladas con el valor estándar de la emisividad de la superficie de la probeta (líneas continuas) y con el valor aumentado en 0.1 unidades (líneas discontinuas). Resultados para gradientes axiales.



*Figura 8.37: Diferencia térmica como función del tiempo para un incremento en la emisividad de la superficie de la probeta de 0.1 unidades.* 

El efecto del incremento de emisividad de la superficie de la probeta es muy parecido al del incremento de la emisividad de la superficie interna del dado, pero de mayor magnitud: la diferencia es de hasta 25°C. Nuevamente se observa que el efecto es principalmente sobre la temperatura de la probeta (TC4, curva anaranjada).

En este caso, al aumentar la emisividad de la superficie de la probeta, disminuye la reflectividad, por lo que el efecto de la energía radiada desde la superficie interna del dado surtirá un mayor efecto sobre la temperatura de toda la pieza.

En la Figura 8.38 se muestran los resultados obtenidos con *ANSYS* cuando se utiliza la emisividad estándar  $\varepsilon_{Ac} = 0.85$  y cuando esta disminuye a  $\varepsilon_{Ac} = 0.75$ . Las líneas continuas representan las historias térmicas con la condición a la frontera original y las líneas punteadas aquellas con la condición a la frontera de emisividad reducida.



Figura 8.38: Resultados con condiciones a la frontera estándar (líneas continuas) y efecto del decremento en la emisividad de la superficie de la probeta. Resultados para gradientes axiales.



En la Figura 8.39 se grafica la diferencia térmica entre cada una de las parejas.

*Figura 8.39: Diferencia térmica como función del tiempo para efecto del incremento en la emisividad de la superficie de la probeta.* 

El efecto del decremento de emisividad de la superficie de la probeta es muy parecido al del incremento de la emisividad de la superficie interna del dado, pero de mayor magnitud: la diferencia puede ser hasta de 30 unidades. Nuevamente se observa que el efecto es principalmente sobre la temperatura de la probeta (TC4, curva anaranjada) y más marcado a temperaturas menores.

La curva de ∆TC4 (curva anaranjada, gráfico 8.39) se comporta de manera similar que la del caso de disminuir la emisividad interna de la pared del dado, esto es, cuando se interrumpe la corriente asciende repentina y bruscamente. Esto es que, al disminuir la emisividad, disminuye también el flujo energético por radiación, haciendo que el enfriamiento sea más lento.

## 9 Aplicación del modelo

Utilizando el modelo matemático desarrollado con *ANSYS*, se estudiará la respuesta teórica del sistema a la modificación de tres condiciones de operación. Las condiciones a la frontera utilizadas en todas las simulaciones serán las estándar – indicadas en la sección 7.6– a reserva de que se indique lo contrario. Los resultados se reportarán utilizando la configuración para el estudio de gradientes axiales en el dado (Figura 8.13).

#### 9.1 Efecto de aislar térmicamente la superficie externa del dado

Es posible cubrir la superficie externa del dado con algún material oscuro y aislante, de manera que se disminuyan las pérdidas de calor por radiación desde esta superficie. Esta operación tendrá como consecuencia una respuesta térmica diferente comparada con los casos que se han estudiado hasta este momento (superficie del dado descubierta).

Para incorporar esta condición a la simulación, se cambió la condición de frontera de dicha zona de radiación (Ec. 5.11) a una zona perfectamente aislada térmicamente (Ec. 9.1).

$$\vec{q} = \frac{\partial T}{\partial r} = \mathbf{0} \tag{9.1}$$

Estrictamente, el hecho de que se coloque un material como cubierta no es garantía de que no habrá radiación saliente por lo que es posible que esto impactara a la frontera disminuyendo su valor de emisividad; sin embargo, no se puede determinar con exactitud cuál sería la emisividad de una superficie cubierta, por lo que cualquier valor se asignaría arbitrariamente. Por esta razón se decidió optar por la condición de aislamiento perfecto.

En la Figura 9.1 se muestra un gráfico comparativo de los resultados obtenidos con un dado descubierto (líneas continuas) y los obtenidos con un dado cubierto (líneas punteadas).



Figura 9.1: Historias térmicas simuladas para un dado descubierto (líneas continuas) y uno cubierto (líneas punteadas). Resultados para gradientes axiales.

Se pueden hacer las siguientes observaciones de la Figura 9.1:

- El efecto global de cubrir el dado es que la temperatura del sistema en conjunto aumenta. Este incremento comparativo de la temperatura se vuelve mayor conforme evoluciona el calentamiento, lo cual corresponde a valores de temperatura para los que la radiación es más significativa.
- El enfriamiento cuando se considera aislamiento es más suave y se observan curvas que no están tan bien delineadas.

El aumento generalizado de temperatura tiene sentido, ya que el dado es la zona más caliente del sistema y, al aislarse, se pierde un importante punto de salida de

energía; la cantidad total de energía que abandona el sistema es menor bajo estas condiciones y por lo tanto el enfriamiento sería más lento.

La irregularidad que se observa en el enfriamiento puede deberse a la energía radiada por la probeta. En el caso del dado descubierto, se da simultáneamente una radiación desde el exterior del dado hacia la cámara de vacío y de la probeta hacia la superficie interior del dado, lo cual permite que ambos componentes se enfríen a la par. Al tapar el dado, éste deja de emitir radiación hacia el exterior, por lo que sólo se enfría por conducción en las zonas en las que está en contacto con los discos de grafito. De esta manera su enfriamiento depende fuertemente del enfriamiento de estos componentes, por lo que la radiación proveniente de la probeta le afectará.

#### 9.2 Efecto del tamaño de la pieza procesada

Modificando únicamente la geometría –las condiciones a la frontera y las propiedades termofísicas del material no varían– se estudiará el efecto de incrementar en 2 mm la altura de la probeta y en 5 mm su diámetro. En la Figura 9.3 se muestra, esquemáticamente, el incremento de tamaño de la probeta.



Figura 9.2: Dimensiones originales de la probeta de acero (a) y dimensiones de la probeta de acero de tamaño aumentado (b).

En la Figura 9.4 se grafican los resultados de temperatura calculados con el modelo matemático utilizando las medidas estándar y las aumentadas de la probeta de acero.



Figura 9.3: Historias térmicas calculadas con el modelo matemático para una probeta de acero tamaño estándar (líneas continuas) y una probeta de dimensiones aumentadas (líneas punteadas). Resultados para gradientes axiales.

Se puede observar que el incremento en el tamaño de la probeta produce una disminución general en la temperatura del dado, pero el efecto más notorio es sobre la propia probeta. El incremento del tamaño implica a su vez un incremento en la masa, por lo que la energía recibida por la radiación de la pared interna del dado debe distribuirse entre esta masa, lo que hará que el efecto sea una caída en la rapidez de calentamiento.

Esta menor rapidez de calentamiento es más drástica en la zona de la primera meseta, donde la diferencia térmica con respecto a la probeta con tamaño estándar

es más grande. Posteriormente, hacia el final del experimento, la diferencia decrece, pero existe.

Al cortar la corriente, se puede observar que el dado se enfría casi de la misma forma para los dos sistemas; sin embargo, la probeta de mayor tamaño se enfría más lentamente que la de medidas estándar. El punto en el que se mide la temperatura es el centro geométrico; en el caso de la probeta de dimensiones estándar, la masa entre este punto hasta cualquier otro punto en la superficie es menor que en el caso de la probeta más grande. Esta cantidad mayor de masa hace que la energía térmica fluya más lentamente desde el centro hacia la superficie, donde escapa en forma de radiación, lo cual explica el comportamiento observado.

# 10 Conclusiones

- I. Las mediciones experimentales indican que en el sistema se producen tanto gradientes axiales como radiales.
  - a. Existen gradientes térmicos axiales significativos en el dado, con un máximo en el centro de la altura. La forma de los gradientes axiales está determinada por la geometría del sistema y por el sistema de enfriamiento de los electrodos. En el caso de la geometría, ésta influye en el valor de la densidad de corriente eléctrica que a su vez influye en el valor del calor generado. En las zonas más estrechas ambas son mayores y por ende la temperatura alcanza sus valores más elevados. El sistema de enfriamiento provoca la extracción de calor por las tapas superior e inferior. Debido a esta extracción, la temperatura en la dirección del eje Y disminuye drásticamente cerca de las tapas.
  - b. Existen gradientes térmicos radiales en el dado, pero son menos significativos que los gradientes axiales. El máximo valor de temperatura se localiza en el interior de la pared del dado. La forma del gradiente radial encontrado tiene que ver con la intensidad de la radiación desde la superficie hacia el exterior, por un lado, y desde la superficie hacia la probeta, por el otro. Se encontró que la superficie interna (la que radia hacia la probeta) se encuentra a menor temperatura que la externa (la que radia que radia hacia la pared interior de la cámara de vacío).
- II. Para los fines de este trabajo, se consideraron como correctas las mediciones de los termopares; sin embargo, existen discrepancias entre las mediciones de temperatura registradas por éstos y por el *IR*. Esta discrepancia puede ser causada por una posible interferencia eléctrica con los termopares o por una posible falta de calibración del *IR*.
- III. El modelo matemático captura correctamente el comportamiento cualitativo del proceso. Cuantitativamente existen algunas discrepancias cuyas causas son las siguientes:

- a. Información insuficiente sobre la corriente eléctrica: es necesario registrar el valor de corriente en lapsos de tiempo más cortos.
- b. Posible calentamiento por inducción de la pieza metálica que no se considera en el modelo matemático.
- c. Propiedades termofísicas y valores de emisividad obtenidos de la literatura.
- d. El enfriamiento de los discos superior e inferior sólo se caracterizó mediante una historia térmica local y se supuso que ésta era uniforme en las dos superficies.
- IV. De acuerdo con el análisis de sensibilidad, el parámetro de la ecuación empírica que define a la curva de enfriamiento, es la condición a la frontera que más impacta los resultados arrojados por el modelo.
- V. El modelo se aplicó para estudiar el efecto de:
  - a. El aislamiento de la superficie externa del dado: Al impedir el escape de energía por el exterior de la pared del dado se modifica la condición a la frontera en esta zona. Al disminuir la cantidad de energía que abandona el sistema, se observa un incremento de temperatura tanto en la probeta como en la pared del dado.
  - b. El tamaño de la probeta: Aumentando el tamaño de la probeta y manteniendo el resto de las condiciones con sus valores estándar, se observará un calentamiento más lento y una temperatura máxima más baja comparando con lo observado con una probeta del tamaño estándar. Se verá también una caída en la temperatura de la pared del dado. Esto debido a que se requiere más energía para calentar una probeta de mayores dimensiones.

## Bibliografía

[1] Ohyanagi, M., Anselmi-Tamburini, U., Munir, Z. A. (2006). "The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method". *Journal of Materials Science*. 41. 763-777.

[2] AMES Sintered Metal Components. "Advantages of sintering". [En línea] [Recuperado el: 8 de enero de 2018.] https://www.ames-sintering.com/es/ventajas-del-sinterizado/.

[3] Anselmi-Tamburini, U., Gennari, S., Garay, J. E., Munir, Z. A., (2005). "Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process II. Modeling of current and temperature distributions". *Materials Science and Engineering A*. 394. 139-148.

[4] Salamon, D., Zhijian, S., (2008). "Pressure-less spark plasma sintering of alumina". *Materials Science and Engineering A*. 475. 105-107.

[5] Zhang, H., Yan, Y., Zhengren, H., Xuejian, L., Dongliang, J., (2009).
"Pressureless sintering of ZrB2–SiC ceramics: the effect of B<sub>4</sub>C content". *Scripta Materialia*. 60(7). 559-562.

[6] Wang, C., Cheng, L., Zhao, Z., (2010). "FEM analysis of the temperature and stress distribution in spark plasma sintering: Modelling and experimental validation". *Computational Materials Science*. 49. 351-362.

[7] Ortega, A. (2002). "Effects of electrical noise on thermocouple measurements". *Electronics Cooling.* Recuperado el: 17 de enero de 2018 de https://www.electronics-*cooling.com/2002/08/effects-of-electrical-noise-on-thermocouple-measurements/#.* 

[8] Maniere, C., Pavia, A., Durand, L., Chevallier, G., Bley, V., Afanga, K., Peigney, A., Estournès, C., (2015). "Pulse analysis and electric contact measurements in spark plasma sintering". *Electric Power Systems Research*. 127. 307-313.

[9] Fowler, R. (1994). "Electricidad, Principios y Aplicaciones" (pp: 25-70). Barcelona, España : Reverté.

[10] Incropera, F., DeWitt, D., (1999). "Fundamentos de transferencia de calor". (pp: 211-283). 4ª ed. México: Prentice Hall.

[11] ANSYS Inc. (2017). "ANSYS Mechanical APDL Theory Reference". Versión18.1. Canonsburg, E.U.A.: ANSYS Inc.

[12] Resnick, R., Halliday, D., Krane, K. S., "Física". (pp: 861-875). Vol II. 5<sup>a</sup> ed. México: Grupo Editorial Patria.

[13] Tiwari, D., Basu, B., Biswas, K., (2009). "Simulation of thermal and electric field evolution during spark plasma sintering". *Ceramics International.* 35. 699-708.

[14] Holman, J.P., (2010). "Heat Transfer" (pp: 139-215). Nueva York, E.U.A.: McGraw-Hill.

[15] Cole, K. D., Beck, J. V., Haji-Sheikh, A., Litkouhi, B. (2011). "Heat conduction using Green's functions" (pp: 251-253). 2<sup>a</sup> ed. *Series in Computational and Physical Processes in Mechanics and Thermal Sciences*. E.U.A.: CRC Press. Taylor & Francis Group.

[16] Morales Güeto, J. (2005). "Tecnología de los materiales cerámicos" (pp: XVII-XXIV). Madrid, España: Ediciones Díaz de Santos. [17] Groover, M. P. (1997). "Fundamentos de manufactura moderna". (pp: 127-144). *Materiales, procesos y sistemas*. Ciudad de México, México: Prentice Hall.

[18] García-Cuevas González, S. (2009). "Transferencia de calor por radiación (5): emisividad, absorbitividad y reflectividad". [En línea] Recuperado el: 12 de junio de 2018. http://sgcg.es/articulos/2014/08/29/transferencia-de-calor-por-radiacion-5-emisividad-absorbitividad-y-reflectividad/.

[19] Thorn, R. J., Simpson, O. C., (1953). "Spectral Emissivities of Graphite and Carbon". *Journal of Applied Physics*. 24(633).

[20] Byron Bird, R., Stewart, W. E., Lightfoot, E. N. (2014). "Fenómenos de Transporte". (pp: 396-406). 2ª ed. México: Limusa Wiley.

# Apéndice I: Ejemplo de la bitácora de laboratorio

Nombro de la muestra :         I.Q. M OU         Procedencia:           Solicitante:         Guida de la muestra :         Peso inicial:         Densidad teórica:           Temperatura deseado:         Carga asia:         Densidad teórica:         mm.           Dimetros de la muestra :         Deso inicial:         Densidad teórica:         mm.           Dimetros de la due; intereno:         mm. (Exterior)         mm. (Exterior)         mm. (Exterior)           Dimetros de la due; intereno:         mm. (Exterior)         mm. (Exterior)         Hora fin:           Dimetros de la due; intereno:         200 122         200 132         400 122         100           0.30         2.00 132         -0.03         1.02         100         la due devica:         100           130         2.00 132         -0.03         1.02         100         la due devica:         100         la due devica:         100           130         1.00 190         -0.03         1.02         100         la due devica:         100         la due devica: <th>DR. SINTESPADO POR A CITA CONTRACTOR CITA</th> <th>SINTER ARCO ELÉCTRICO (SPS) EC-IPN CC C. Mes: <u>11</u> Dia: <u>27</u> Año: <u>2017</u></th>	DR. SINTESPADO POR A CITA CONTRACTOR CITA	SINTER ARCO ELÉCTRICO (SPS) EC-IPN CC C. Mes: <u>11</u> Dia: <u>27</u> Año: <u>2017</u>
Nombro de la muestra:       I de M - UU 3       Procedencia:         Código de la muestra:       Gara avia:       Densidad teórica:       Densidad teórica:         Temperatura deseado:       Carga avia:       Vacio:       On/off:       mm.         Dimentros del dado: (nterior)       mm.       (Exterior)       mm.       (Logitud)       mm.         Dimentros del dado: (nterior)       mm.       (Exterior)       mm.       (Logitud)       mm.         Operado:       Carga avia:       mm.       (Logitud)       mm.       (Logitud)       mm.         0 and       2       Col 2/14/       Col 2/14/       mm.       (Logitud)       mm.       (Logitud)       mm.         1 and       2       Col 12/1       Col 2/14/       1/2 <td>Prorbe ou ster</td> <td>Número de controla</td>	Prorbe ou ster	Número de controla
Constraint       Califies de la muestra       Califies de la muestra       Califies de la muestra         Temperatura deseada:       Carga axial:       Densidad teórica:       mm.         Temperatura deseada:       Carga axial:       mm.       (Long tube)       mm.         Operador:       Ara       mm.       (Esterior)       Hora inicio:       Hora inicio:       Hora inicio:         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt       Power         Isoo       Imm       Volt       Ara       Treo       Sprinkage Press Axial       Volt	Nombre de la muestra: 10 M-003	Procedencia:
Temperatura decesada:       Desco inclais:       Vacio:       On/off:       mm.         Tomperatura decesada:       LOB O       Hora Inicio:       nm. (Longitud)       nm.         Operador:       Edg as lability:       nm. (Exterior)       nm. (Exterior)       nm.       Hora Inicio:       nm.         Image of the construction of	Código de Golgo M Teléfond	Densidad teórica:
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	Temperatura decender Peso inicial:	Vacío:
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	Temperatura máxima alcanzada: 1000	Holding time: On/on: mm.
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	Diámetros del dado: (Interior)mm. (Exto	prior)mm. (Longitud)
$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	operador: Fdgs- M	Hora Inicio: Hora Inicio:
$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	Time Volt Ame Town I Control Control Vice Dower	Time Volt Amp Temp Sprinkage Press Axial Vac Power
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	(min) (V) (A) (*C) Z(mm) (kN) (Pa)	(min) (V) (A) (°C) Z(mm) (RN) (°O)
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	0:00 0 0 TLC 25/	16:30 10¢1/0014
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	1:00 20047/ 0 3.11	17:00
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	1:30 700 82	17:30 1/008
2:30 $12U$ $12I$ $18:30$ $0$ $0$ $12I/4$ $19:00$ $65Y/6z$ $3:00$ $2.5$ $100$ $203$ $3.00$ $2.5$ $100$ $203$ $2000$ $65Y/93$ $2000$ $65Y/93$ $20:30$ $21:30$ $20:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $21:30$ $22:30$ $21:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ $22:30$ <	2:00 - 600 132/ -0.03 3,1 18	18:00 382 1400 1000/08 5
$3:00$ $2.670$ $2167$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $3.10$ $20.20$ $20:00$ $5.71/10^2$ $19:30$ $5.71/10^2$ $4:00$ $3.1200$ $7.1$ $2.230$ $20:30$ $7$ $21:30$ $7$ $4:30$ $3.1200$ $7.727$ $21:30$ $7.516$ $10.2751/10^2$ $5:30$ $3.1200$ $20:30$ $7.516$ $10.200$ $7.516$ $5:30$ $3.1200$ $22:30$ $21:30$ $7.516$ $10.200$ $6:30$ $6.81897 - 0.72$ $22:30$ $22:30$ $23:30$ $11.200$ $11.717$ $23:30$ $22:30$ $23:30$ $24:30$ $24:30$ $25:30$ $25:30$ $25:30$ $25:30$ $25:30$ $26:00$ $25:30$ $26:0$	2:30 700 176	18:30 0 0 100 110 1
3:30 $2:50$ $3:60$ $4:60$ $3:30$ $4:60$ $3:30$ $4:61$ $3:60$ $4:61$ $3:60$ $4:61$ $3:60$ $4:61$ $3:60$ $4:61$ $4:60$ $4:61$	3:00 22 6 218/	19:00 602
4:00       3 $1200$ $510$ $202$ $202$ $202$ $2030$ $202$ $2030$ $202$ $2030$ $202$ $2030$ $2130$ $21200$ $2130$ $21200$ $2130$ $21200$ $2130$ $21200$ $212100$ $21200$	3:30 263 3.0	20:00 61-6014/22
$4:30$ $5$ $1/20$ ; $737/$ $-0.7$ $20$ $5:00$ $3$ $1/20$ ; $737/$ $-0.7$ $21:30$ $-/516$ $5:30$ $3$ $1/20$ ; $737/$ $-0.73$ $3.0$ $20$ $6:00$ $1/120$ ; $737/$ $-0.73$ $3.0$ $20$ $6:30$ $482(1863 \rightarrow 7762$ $22:30$ $22:00$ $22:00$ $6:30$ $482(1897 - 0.72$ $22:30$ $22:00$ $22:00$ $7:00$ $1/2/714$ $23:30$ $22:00$ $22:00$ $7:00$ $1/2/714$ $23:30$ $22:00$ $23:00$ $7:00$ $1/2/714$ $23:30$ $22:00$ $23:00$ $7:30$ $741/797 - 61$ $24:30$ $23:00$ $23:00$ $8:00$ $741/797 - 61$ $24:30$ $24:00$ $24:30$ $8:30$ $90.6/812$ $25:30$ $25:00$ $25:30$ $25:30$ $9:00$ $803/812$ $26:00$ $25:30$ $26:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:00$ $10:$	4:00 3 1000 3191 -0, 90 3.0 20	20:30
5:00       3 $1200$ $137$ $207$ 5:30       3 $1200$ $233$ $207$ 5:30       3 $1200$ $33.0$ $207$ 5:30       3 $1200$ $33.0$ $207$ 6:30 $1200$ $35.0$ $3.0$ $22:30$ 6:30 $482/83 - 772$ $23:30$ $22:30$ 6:30 $482/83 - 772$ $23:30$ $22:30$ 7:30 $713/74 - 0.11$ $23:30$ $23:00$ 8:30 $264/87$ $24:00$ $24:30$ 8:30 $264/87$ $25:00$ $25:30$ $25:30$ 9:00 $805/81$ $25:30$ $25:30$ $25:30$ $25:30$ 10:00 $823/87$ $86:3/87$ $86:3/87$ $86:3/87$ 11:00 $312009.04/87$ $96:1/81$ $96:1/81$ $96:1/81$ 11:30 $206/81/81$ $96:1/81$ $96:1/81$ $96:1/81$ 12:30 $96/81/85$ $12000000000000000000000000000000000000$	4:30 3 1200 301 -022 30 00	21:00
5:30       3       1700       20.7       3.0       20         6:00       1700       3.0       3.0       20       22:00       100         6:30       1700       170       3.0       22:30       22:30       100         6:30       180       28/80       -0.2       3.0       23:30       100       100         7:30       713       23:30       23:30       100 <td< td=""><td>5:00 3 (20)(23) -0,7</td><td>21:30</td></td<>	5:00 3 (20)(23) -0,7	21:30
$6:00$ $  r+ d_{2} /d_{3} = 0.52$ $22:30$ $6:30$ $  r+ d_{2} /d_{3} = 0.52$ $3.00$ $7:00$ $  2 /  1 $ $23:30$ $7:30$ $  7 /  1   1 $ $23:30$ $7:30$ $  7 /  1   1 $ $23:30$ $7:30$ $  7 /  1   1   1 $ $23:30$ $8:00$ $=74/  d_{2}  d_{2}  1  $ $24:00$ $8:30$ $  2 /  1    1   1   2  1   2  2  2  2  2  2  $	5:30 3 400 (05/07 - 233 3.0 20	22:00
$6:30$ $(11 \le 10 \le 1/2 \le 1)$ $23:00$ $7:00$ $A_12/713$ $23:00$ $7:30$ $747/714$ $23:00$ $7:30$ $747/714$ $24:00$ $8:00$ $746/120$ $24:00$ $8:30$ $766/120$ $24:30$ $9:00$ $95/512$ $25:00$ $9:30$ $867/812$ $25:00$ $9:30$ $867/812$ $25:00$ $9:30$ $867/812$ $25:00$ $10:30$ $865/812$ $26:00$ $10:30$ $865/812$ $860/1617$ $11:00$ $310009/1617$ $802/818$ $11:30$ $804/871$ $802/818$ $12:30$ $95/818$ $95/818$ $12:30$ $95/818$ $95/818$ $13:30$ $120009/918$ $95/818$ $13:30$ $120009/918$ $120000/905$ $13:30$ $120009/918$ $120000/905$ $14:00$ $110009/905$ $75/60/900$ $14:30$ $1900/9005$ $75/60/9005$ $15:30$ $1400/10005$ $95/80000$	6:00 104 62462 256 5.0	22:30
7:00 $A12[71]$ $23:30$ $7:30$ $743[74] - 611$ $23:30$ $8:00$ $743[74] - 611$ $24:30$ $8:30$ $743[74] - 611$ $24:30$ $8:30$ $743[74] - 611$ $24:30$ $8:30$ $743[74] - 611$ $24:30$ $9:00$ $805[812]$ $25:30$ $9:30$ $367[815]$ $25:30$ $10:00$ $805[812]$ $25:30$ $10:00$ $805[812]$ $25:30$ $10:00$ $805[812]$ $26:00$ $11:00$ $3130 0 094[818]$ $Nervo Bado Provino Fabricido boy(d)$ $11:30$ $804[817]$ $Pare add ass:$ $12:00$ $3120 094[818]$ $Observaciones: T1 virde Arribe, T2 souder for 74 - 640 12:30 605[815] 74 - 640 74 - 640 13:00 802[813] 74 - 640 74 - 640 13:30 130 0 095[813] 74 - 640 74 - 640 13:30 130 0 000 000 74 - 640 00000000000000000000000000000000$	6:30 6:100 0 3 12	23:00
$7:30$ $743/749 - \omega/1$ $8:00$ $743/749 - \omega/1$ $8:30$ $743/749 - \omega/1$ $9:00$ $205/812$ $9:00$ $805/812$ $9:30$ $507/812$ $9:30$ $507/812$ $10:00$ $803/812$ $10:30$ $905/812$ $11:00$ $3130 - 004/818$ $11:30$ $505/812$ $12:00$ $3120 - 004/818$ $12:00$ $3120 - 003/818$ $12:00$ $3120 - 003/818$ $13:00$ $802/813$ $12:30$ $205/815$ $13:30$ $130 - 004/818$ $13:30$ $130 - 004/85$ $13:30$ $130 - 004/85$ $13:30$ $130 - 004/85$ $13:30$ $130 - 004/85$ $13:30$ $130 - 004/965$ $14:00$ $100 - 00/965$ $14:30$ $920/965$ $15:30$ $100^{1}/1091$ $15:30$ $100^{1}/1091$ $15:30$ $190^{1}/1095$	7:00	23:30
8:00 $746/80$ $ald$ $8:30$ $506/812$ $24:30$ $9:00$ $805/812$ $25:00$ $9:30$ $807/818$ $25:00$ $9:30$ $807/818$ $26:00$ $10:00$ $803/818$ $26:00$ $10:30$ $805/818$ $800/818$ $11:00$ $3130$ $900/801$ $11:30$ $800/818$ $800/818$ $11:30$ $800/818$ $800/818$ $12:00$ $31200/90/818$ $905/818$ $12:30$ $805/818$ $905/818$ $13:30$ $802/818$ $905/818$ $13:30$ $802/813$ $1200/800/818$ $13:30$ $1200/800/818$ $905/818$ $13:30$ $1200/800/818$ $1200/800/818$ $13:30$ $1200/800/905$ $1200/800/905$ $14:00$ $1100/800/905$ $1200/800/905$ $14:30$ $190/905$ $100/800/905$ $15:30$ $400/800/905$ $100/800/905$ $15:30$ $400/800/905$ $100/800/905$	7:30 7:30	24:00
8:30 $10/0 + 10/0 +$	8:00	24:30
9:00 $g_{05}/g_{12}$ 25:309:30 $g_{05}/g_{12}$ 25:3010:00 $g_{05}/g_{15}$ 26:0010:30 $g_{05}/g_{15}$ Acomodo y tipo de datos: $M_{CVO}$ Dedo Pequeño Fubricado hor (d)11:003 $13u$ $g_{04}/g_{14}$ 11:30 $g_{05}/g_{15}$ Acomodo y tipo de datos: $M_{CVO}$ Dedo Pequeño Fubricado hor (d)11:30 $g_{04}/g_{14}$ $g_{05} - g_{04}/g_{15}$ 12:30 $g_{05}/g_{15}$ Observaciones: $T > M_{CVO} g_{cad} units Arialis12:30g_{05}/g_{15}G_{05}/g_{15}13:30g_{02}/g_{13}T < g_{04}/g_{16}/g_{16}13:30g_{02}/g_{13}T < g_{04}/g_{16}/g_{16}/g_{16}14:00M_{00}/g_{00}/g_{05}/g_{16}/g_{16}Características de la muestra después de sinterizada14:30g_{02}/g_{16}/g$	8:30 00/1/202	25:00
3:0 $3037/912$ $25:30$ $9:30$ $307/915$ $26:00$ $10:00$ $803/812$ $10:30$ $803/812$ $10:30$ $805/915$ $11:00$ $3130$ $9:30/30$ $805/915$ $11:30$ $904/811$ $11:30$ $904/811$ $12:00$ $3120$ $9:30/30$ $803/818$ $12:30$ $805/815$ $12:30$ $802/813$ $13:00$ $95/815$ $13:00$ $902/813$ $13:00$ $902/8165$ $14:00$ $10060/919/95$ $14:30$ $1006/91/905$ $15:30$ $100/95$ $15:30$ $100/95$ $15:30$ $100/95$	9:00	25:30
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	9:30 84.7/415	26:00
10:30 $10:30$ $10:30$ $10:30$ $10:30$ $11:30$ <	10:00 8/3/4/2	
10.50 $DortorNervo Dado Pequeño Fabricado hor (d)11:003130 QuillenNervo Dado Pequeño Fabricado hor (d)11:30Duillenpara medra gradumitas Azialis12:0031200 yo3/818Observaciones: Thurde arriba, T2 smidh millen12:30Bo5/815TC = T2 solo per medic13:00Bo2/813TC = T2 solo per medic13:301300 go3/905Características de la muestra después de sinterizada14:00Muo go3/905Peso: Volumen: Diámetro: Diámetro:15:00Muo go3/1005Altura/espesor: Dancidado$	10:20	Aromodo y tipo de datos:
11:005130 $001/11$ $100/12/10$ $100/12/10$ $100/12/10$ 11:30 $004/12/17$ $para acdr graduates ArribsArribsT2 suider mining12:003/12/05005/12/1500servaciones: T1 urde ArribsT2 suider mining12:30005/12/1500servaciones: T1 urde ArribsT2 suider mining13:00902/16/13TC = T2 soluper medr13:30130/90/90/90/90/90/90/90/90/90/90/90/90/90$		Nycho Dedo Peone To Principa porta
11:30 $\omega$ <th< td=""><td></td><td>Para nedy a reducter a viale</td></th<>		Para nedy a reducter a viale
12:003 $1200 \otimes 1010$ Observaciones: $11 \circ 100 c \text{ Arribb}$ , $T2 \sin 100 c \text{ min}$ 12:30 $205  g  fs$ $13:00 c \text{ min}$ $13:00 c \text{ min}$ 13:00 $go2/b/3$ $TC = T2 colo pcc mode13:30130 0 go3/905Caracter(sticas de la muestra después de sinterizada)14:00190 0 go3/905Caracter(sticas de la muestra después de sinterizada)14:30190 0 (go3/1005)100 0 (go3/1005)15:30190 0 (go3/1005)Altura/espesor:$	11:50	The second state
12:30 $505 / 8/D$ $f = 3 / 8/5 / 6 / 6/0 , f = 1 / 6/0 , merce13:00802/8/3f = 72 / 6/0 , f = 72 / 6/0 , merce13:3013 / 9/8 / 9/8/5f = 72 / 6/0 , merce13:3013 / 9/8 / 9/8/5Centrol consers / R / 100 / 6/0 / 100 / 100 / 6/0 / 100$	12:00 3 1200 90 1018	Observaciones: Thurda arriba To smither er
13:00 $302/8/3$ $TC = T2$ colu per medir         13:30 $1300847/855$ $Centrol consers / R = 100°c/mm         14:00       1400960/905       Características de la muestra después de sinterizada         14:30       1900960/905       Diámetro:         15:00       1700 1007/1011       Peso:       Volumen:       Diámetro:         15:30       1400603/1005       Altura/espesor:       Descidade   $	12:30	I3 NESTO AUGUO TY THE
13:30       1300/09/16/35       Central comerce IR       100°C/mm         14:00       14:00/90/90/5       Características de la muestra después de sinterizada         14:30       1000/90/90/5       Características de la muestra después de sinterizada         14:30       1000/90/90/5       Peso:       Volumen:       Diámetro:         15:00       1700/100/5       Altura/espesor:       Descidade	13:00 802/8/3	TLETZ solu per made
14:00         14:00         14:00         14:00         Características de la muestra después de sinterizada           14:30         1==> 933 956         Peso:         Volumen:         Diámetro:           15:00         1700         100 / 1011         Peso:         Volumen:         Diámetro:           15:30         140 9 (203) 1005         Altura/espesor:         Descidade	13:30 1309847/855	Central compare IR Longol
14:00     14:00     14:00     14:00     14:00     16:00     17:00     10:00	14:00 190 900 995	Características de la muestra desnués de sinterinada
14:30     Peso: Volumen: Diámetro:       15:00     1700 lon2/løll       15:30     1700 lon2/løll       15:30     1700 lon2/løll	14.00 1000 1933 1986	area area area area area area area area
15:00 1/0 003/1005 15:30 1/0 0 003/1005 Altura/espesor: Depsided:	14:30 102/1911	Peso:Volumen:
15:30 Altura/espesor: Depsided	15:00-1003/1005	Diametro:
	15:30 1005	Altura/espesor:
16:00 Densidad:	16:00	Densuad:

1