



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

**CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIA APLICADA
Y TECNOLOGIA AVANZADA UNIDAD LEGARIA**

**DETERMINACION DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA
EN POLVOS AISLANTES TÉRMICOS DE MgO A ALTA
TEMPERATURA:
EFECTO DE LA DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE
GRANO E IMPUREZAS.**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN TECNOLOGIA

AVANZADA

PRESENTA:

Ing. Jonathan Félix Guarachi Solano

DIRECTOR:

Dr. José Antonio Calderón Arenas



CICATA

México, D.F. Julio del 2011



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 12:00 horas del día 27 del mes de junio del 2011 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA, LEGARIA para examinar la tesis titulada:

"Determinación de la conductividad térmica en polvos aislantes térmicos de MgO a alta temperatura: Efecto de la distribución del tamaño de grano e impurezas".

Presentada por el alumno:

GUARACHI

SOLANO

JONATHAN FELIX

Apellido paterno

Apellido materno

Nombre(s)

Con registro:

B	0	9	1	9	5	5
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

Maestría en Tecnología Avanzada

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

Dr. José Antonio Calderón Arenas

Dr. Ernesto Marín Moares

Dr. José Guzmán Mendoza

Dr. Alfredo Cruz Orea

Dr. Miguel Ángel Aguilar Frutis

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

Dr. José Antonio Irán Díaz González
CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA AVANZADA
DEL IPN



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 27 de Junio del año 2011, el que suscribe Jonathan Félix Guarachi Solano alumno del Programa de Tecnología Avanzada con número de registro B091955, adscrito al Centro de Investigación en Ciencias Aplicada y Tecnología Avanzada del IPN, Unidad Legaria, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. José Antonio Calderón Arenas y cede los derechos del trabajo intitulado “Determinación de la Conductividad Térmica en Polvos aislantes térmicos de MgO a alta temperatura: Efecto de la distribución del tamaño de grano e impurezas”, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección jonathanguarachi@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.


Jonathan Félix Guarachi Solano
Nombre y Firma

CONTENIDO

	Página
Resumen	
Abstract	
Capítulo 1. Introducción	9
1.1 Antecedentes	9
1.2 Estado del Arte	20
1.3 Planteamiento del Problema	23
1.4 Objetivo General	23
1.5 Objetivos Particulares	23
1.6 Descripción del Trabajo de Tesis	24
Capítulo 2. Marco Teórico	
2.1 Introducción	30
2.2 Transferencia de calor por conducción	30
2.3 Sistemas radiales	32
2.4 Conductividad térmica	34
2.5 Resistencia de contacto	37
2.6 Efecto Joule	39
Capítulo 3. Efecto de la distribución del tamaño de grano e impurezas en la conductividad térmica en polvos de MgO a alta temperatura	
3.1 Introducción	41
3.2 Procedimiento Experimental	42
3.3 Resultados	50
3.4 Conclusiones	59

Capítulo 4. Conclusiones y Perspectivas	68
Referencias	
Apéndice A Tabla de figuras	72

AGRADECIMIENTOS

Al instituto Politécnico Nacional por la oportunidad de realizar este trabajo que culmina en una tesis de Maestría.

Al Dr. José Antonio Calderón Arenas, por su excelente asesoría, dedicación y apoyo para el desarrollo de este trabajo de tesis, además de su apreciable amistad.

Al Dr. Miguel Ángel Aguilar Frutis y al Dr. Cappe por sus importantes aportaciones en el trabajo.

A los profesores del CICATA-Legaria: Dr. Alfredo Cruz Orea, Dr. José Guzmán Mendoza, Dr. Ernesto Marín Moares por el tiempo dedicado a este trabajo y su participación como sinodales.

Al Dr. Eduardo San Martín Martínez por su apoyo incondicional durante mi estancia en México y por la amistad cultivada.

Al grupo de Trabajo que conforma el Programa de Tecnología Avanzada C. Ana Leticia Cardona Gómez, C. Laura Yadira Vega Haro, Ing. Pablo Ruíz Sainz, por su amable atención, apoyo, asesoría y la amistad que me brindaron incondicionalmente.

A la SIP-IPN por el apoyo a través de los proyectos 20091032, 20101657 y 20111157, al CONACyT por el apoyo económico otorgado por medio de la beca otorgada a la maestría en Tecnología Avanzada realizada en el Centro de Investigación en Ciencias Aplicada y Tecnología Avanzada Unidad Legaria.

A mis Padres, Félix Guarachi A. y Sara Solano M.

A mis hermanos Josefath Guarachi Solano, Bruno A. Guarachi Solano y Sarita L. Guarachi Solano

A mis amigos en Bolivia y en México por su apoyo y su amistad

A todos ellos por su Apoyo siempre incondicional e inmenso amor a la distancia...

¡Gracias Dios! Por permitirme contar con todos ellos.

RESUMEN

El MgO es uno de los más importantes productos del magnesio usado a nivel industrial. México es uno de los mayores productores de MgO; los estados de Nuevo León y Coahuila, poseen grandes depósitos de dolomita de alta pureza, de la cual se obtiene el MgO por procesos de calcinación [1]. Debido a su pobre conductividad eléctrica y buena conductividad térmica a altas temperaturas el MgO en polvo es utilizado ampliamente por los fabricantes de resistencias eléctricas, siendo su aplicación principal el calentamiento de líquidos. En cada aplicación industrial el MgO en polvo requiere características específicas, los parámetros críticos son: tamaño de partícula, densidad, actividad y pureza química [2]. En este trabajo reportamos la determinación de la conductividad térmica a altas temperaturas (259 a 860 °C) en polvos de MgO grado eléctrico con diferentes tamaños de grano (53 a 420 μm), mediante la técnica de flujo de calor radial en estado estacionario, de acuerdo a la norma de la American Society for testing and Materials (ASTM) 2858-90, así como un análisis de composición mediante EDS y DRX [3].

ABSTRACT

MgO is one of the most important products of magnesium used in industry. Mexico is one of the largest producers of MgO, the states of Nuevo Leon and Coahuila, with large deposits of high purity dolomite, which is obtained MgO by calcination processes [1].

Because of its poor electrical conductivity and thermal conductivity at high temperatures the MgO powder is used extensively by manufacturers of electrical resistance, and its primary application Fluid warming. In every industrial application MgO powder requires specific characteristics, the critical parameters are: particle size, density, activity and chemical purity [2]. Here we report the determination of thermal conductivity at high temperatures (259 – 860 ° C) in electrical grade MgO powders with different grain sizes (53 to 420 μm), using the technique of radial heat flow in steady state according to the standard of the American Society for Testing and Materials (ASTM) 2858-90, and a composition analysis by EDS and XRD [3].

[1] Lide, David R., ed. Handbook of chemistry and Physics, 78th edition, pp B-7, B-8 y B-24 (1998).

[2] A.N. Copp., Am. Ceram. Soc. Bull. **75**, 135 (1996)

[3] Gabriel Peña Rodríguez, Tesis de Doctorado, *Microestructura y caracterización térmica en sólidos y polvos de interés industrial*, CICATA-IPN, Mexico D.F. Agosto de **2003**.

CAPITULO I

INTRODUCCION

1.1. ANTECEDENTES

Acceder a los valores de las propiedades físicas de los materiales y productos industriales se ha convertido en un elemento que marcha aparejado con el desarrollo alcanzado en el mundo moderno. En la mayoría de las industrias de producción se requiere conocer el comportamiento o relación que tienen estas propiedades con las variables de proceso, entre las cuales se pueden citar, la temperatura, la presión y la composición entre otras.

En particular la temperatura y el flujo de calor dependen de las propiedades térmicas de las sustancias tales como la conductividad térmica, la capacidad calorífica, la difusividad térmica y la efusividad térmica.

La determinación y conocimiento de las propiedades térmicas resulta de gran importancia para el funcionamiento de procesos en los que existe intercambio térmico; permitiendo simular y diseñar cargas térmicas, optimizar o mejorar el diseño de diversos componentes en las plantas de procesos industriales, y en particular de los equipos donde existe transferencia de calor. Lo que nos conlleva a que un adecuado diseño de los equipos garantiza condiciones de operaciones adecuadas, pues con el valor de las propiedades y la dependencia de las mismas con las distintas variables pueden predecirse cargas caloríficas, tiempos de calentamiento, enfriamiento, etc. Factores que son determinantes en el diseño y calidad de los productos, ya sea durante la elaboración o la conservación de los mismos.

La porosidad, las imperfecciones o impurezas en los materiales tienen una marcada influencia sobre la conductividad térmica. En los materiales en polvo, la distribución del

tamaño de partículas es una variable a tener en cuenta, cuando se estudian sus propiedades termofísicas.

En metales de alta pureza, el mecanismo de electrones de transporte de calor es mucho más eficiente que la contribución de los fonones porque los electrones no son tan fácilmente dispersados como los fonones y tienen mayores velocidades. Por ello, los metales son extremadamente buenos conductores de calor porque tienen un número considerable de electrones libres que participan en la conducción térmica. La aleación de metales con impurezas resulta en una reducción de la conductividad térmica ya que los átomos que constituyen las impurezas, especialmente si están en solución sólida, actúan como centros de dispersión, bajando la eficiencia del movimiento de los electrones.

Los materiales no metálicos son aisladores ya que ellos no tienen gran número de electrones libres. De aquí que los fonones son los principales responsables para la conductividad térmica. Los fonones no son tan efectivos como los electrones libres en el transporte de la energía de calor, ya que los fonones se difunden por imperfecciones cristalinas.

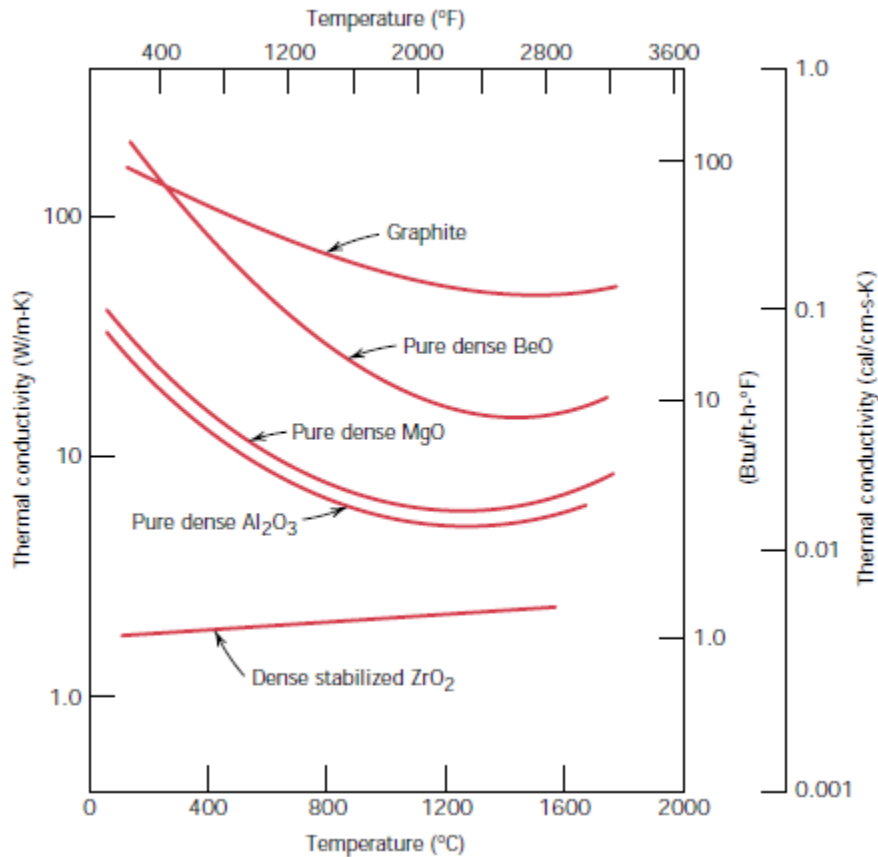


Figura 1.1 Dependencia de la conductividad térmica con la temperatura para varios materiales cerámicos

La conductividad se incrementa a mayores temperaturas, lo cual se explica por la transferencia de calor radiante (infrarrojos).

La porosidad en los materiales puede tener una influencia dramática sobre la conductividad térmica.

En la determinación experimental de la conductividad térmica de sólidos, un número de diferentes métodos de medición son necesarios para los diferentes rangos de temperatura y de las diversas clases de materiales que tienen diferentes rangos de valores de conductividad térmica. Un método en particular puede ser empleado preferiblemente para un determinado material y rango de temperatura pero ningún método es adecuado para todas las condiciones de medición. La adecuación de un método es determinada por consideraciones tales como la naturaleza física de los materiales, la geometría de las

muestras disponibles, la exactitud requerida de los resultados, la velocidad de operación, el tiempo y los fondos que esta implica.

Los diversos métodos para la medición de la conductividad térmica se ubican en dos categorías: los de estado estacionario y no estacionario. En los métodos de medición del estado estacionario, la muestra se somete a un perfil de temperatura que es invariante en el tiempo, y la conductividad térmica se determina directamente mediante la medición de la tasa de flujo de calor por unidad de superficie y el gradiente de temperatura después de que el equilibrio se ha alcanzado. En los métodos de estado no estacionario, la distribución de temperaturas en la muestra varía con el tiempo, y la medición de la tasa de cambio de temperatura, que normalmente determina la difusividad térmica, sustituye a la medición de la tasa de flujo de calor. La conductividad térmica se calcula a partir de la difusividad térmica con un mayor conocimiento de la densidad y calor específico del material de ensayo.

La principal preocupación en la mayoría de los métodos de medición es obtener un flujo de calor controlado en una dirección tal que prescribe las condiciones de contorno reales en el experimento de acuerdo con los asumidos en la teoría. En teoría, el método más simple para obtener un flujo de calor controlado es utilizar una muestra en forma de una esfera hueca con un calentador en el centro. El calor suministrado por el calentador interno pasa a través de la muestra en una dirección radial, sin pérdida. Sin embargo, en realidad es muy difícil de fabricar un calentador esférico que produce el flujo de calor uniforme en todas las direcciones radiales.

También es difícil fabricar muestras esféricas para medir la entrada de calor y el gradiente de temperatura en este dispositivo experimental.

Un método más habitual para controlar el flujo de calor en la dirección prescrita es el uso de calentadores de guardia (en combinación con aislamiento térmico en la mayoría de los casos) regulará de modo que el gradiente de temperatura es cero en todas las direcciones excepto en la dirección del flujo de calor deseado. En la mayoría de los métodos de

medición de la conductividad térmica, se utiliza una geometría de la probeta cilíndrica que van desde la barra de tiempo en el disco corto, y el flujo de calor se controla a ser en la dirección longitudinal (axial) o la dirección radial. Así la mayoría de métodos se pueden subdividir en los métodos de flujo longitudinal y calor radial, como se explica más adelante.

El estudio experimental de la conductividad térmica de los sólidos se inició en el siglo XVIII. Benjamin Franklin [1] en 1753 parece haber sido el primero en señalar la diferente capacidad de diferentes materiales "para recibir y transmitir el calor de distancia". Observó materiales como el metal y la madera para ser buenos o pobres conductores de calor según el grado de frialdad sintiendo al tocar. Fordyce [2] por primera vez en 1787 realizó algunos experimentos sobre la "fuerza de conducción" de cartón y hierro. El primer método de estado estacionario comparativo para la medición de la conductividad térmica de sólidos fue sugerido por Franklin y llevada a cabo por Ingen-Hausz en 1789 [3]. Este método fue mejorado por Despretz en 1822 [4]; el método Despretz fue utilizado más tarde por Wiedemann y Franz 1853 [5] para determinar la conductividad térmica relativa de un número de metales que conducen a la postulación de la ley de Wiedemann-Franz. Desde el primer método de estado estacionario absoluto reportado en 1851 por la revista Forbes [6,7] (ver también [8,9]) y el primer método absoluto reportado en 1861 por Angstrom [10], una diversidad de diferentes métodos y sus variantes se han desarrollado hasta la fecha. Varios estudios generales están disponibles para la implementación experimental de los mismos.

1.1.1. METODOS DE FLUJO DE CALOR RADIAL

Hay diferentes tipos de diferentes de equipos de medición basados en flujo de calor radial. La clasificación se basa principalmente en la geometría de la muestra. En lo que sigue describiremos brevemente la geometría cilíndrica, esférica, elipsoidal, concéntricos, el cilindro concéntrico, y los métodos de la placa. El lector puede consultar las referencias

dadas por los distintos métodos para obtener detalles más finos. Un examen exhaustivo de los métodos de flujo de calor radial ha sido hecho por McElroy y Moore [11].

1.1.1. 1. METODO ABSOLUTO.

- (I) METODO CILINDRICO. El método utiliza una muestra cilíndrica en forma de un cilindro circular recto con un agujero coaxial central, que contiene un calentador o un disipador de calor, dependiendo de si la dirección de flujo de calor deseado se radialmente hacia afuera o hacia adentro. El uso de este método fue reportado primero por el calendario y Nicolson [12] en 1897 para medir la conductividad térmica del hierro fundido y acero dulce. Las probetas cilíndricas se utilizaron 5 pulgadas de diámetro y 2 metros de largo con una agujeros pulgadas coaxial calentado por vapor bajo presión. La parte exterior del cilindro se enfría por el agua que circula rápidamente en un tubo en espiral. Niven [13] en 1905 también se utiliza el método de flujo de calor radial para la medición de la madera, arena y aserrín. Su método está cerca el método de hilo caliente llamada desarrollado por Andrews [14] en 1840 y Schleiermacher [15] en 1888 para las mediciones de los gases. Kannuluik y Martin [16] utiliza el método de hilo caliente para las mediciones de polvo, así como en los gases. En los primeros experimentos y también en muchos de los diseños más tarde [17-20], los guardias de fin no son empleados. El efecto de las pérdidas de calor de los extremos de la muestra se reduce al mínimo mediante un modelo de largo y el control de la energía eléctrica en tan sólo una pequeña sección de la muestra lejos de los extremos. El método que emplean los guardias de vigilancia cilíndrica finales en ambos extremos de la muestra para evitar pérdidas de calor axial fue desarrollado por Powell [21] y por primera vez en 1939 para las mediciones de hierro Armco a altas temperaturas.

En el método de muestra encerrada cilíndricamente se compone generalmente de discos apilados con un agujero central coaxial que contienen un calentador o un disipador de calor. Las temperaturas dentro de la muestra se miden por termopares o por un pirómetro óptico. Para obtener información detallada de algunos de los aparatos útiles empleando el método de vigilancia cilíndrico, el lector puede consultar las referencias [11,21-26].

La conductividad térmica se calcula a partir de la expresión

$$k = \frac{q \ln(r_2/r_1)}{2\pi l(T_1 - T_2)} \quad (2.1)$$

donde l es la longitud de la calefacción central y T_1 y T_2 son temperaturas medidas en los radios r_1 y r_2 respectivamente.

Hoch et al. [27] han desarrollado un método de flujo de calor cuasi-radial en la que se calienta una muestra metálica en forma de un cilindro de disco o un vaso pequeño en su superficie convexa cilíndrica en alto vacío por medio de la inducción de alta frecuencia y está perdiendo el calor de su extremo circular de caras planas por la radiación. En este método el flujo hacia el interior de calor desde la superficie del cilindro, en la que se localiza en la generación de calor, en el interior de la muestra es, por supuesto, no es estrictamente radial, y el gradiente de la temperatura del extremo circular caras planas a lo largo del radio es relacionado con la conductividad térmica. Para las mediciones en los sólidos no metálicos, tales como Al_2O_3 , la superficie convexa de la muestra se cubre con una envoltura metálica. La teoría de este método se mejora J. Vardi y R. Lemlich [28] y algunos de los datos publicados previamente revisados.

- (II) MÉTODOS ESFÉRICOS Y ELIPSOIDALES. En un método esférico, el calentador está completamente cerrado dentro de la muestra que está en la forma de una esfera hueca. El calor suministrado por el calentador interno pasa a través de la muestra radialmente sin pérdida. En teoría, este método es

ideal. Sin embargo, hay algunas dificultades prácticas como la fabricación de un calentador de difícil esférica que produce el flujo de calor uniforme en todas las direcciones radiales, la fabricación de la pieza esférica difícil, difícil colocación de termopares a lo largo de las isothermas esférica, etc, que han impedido que este método de ser populares. Laws, Bishop, y McJunkin [29] parece el primero que utilizó este método en los sólidos (materiales no suelta llena). Una descripción detallada de un diseño moderno se puede encontrar en [11]. La conductividad térmica se calcula a partir de la expresión

$$k = \frac{q(1/r_1 - 1/r_2)}{4\pi(T_1 - T_2)} \quad (2.2)$$

El método elipsoidal es similar, pero tiene algunas ventajas sobre el método esférico. Fue desarrollado por un grupo de investigadores del MIT [30-32]. La principal ventaja de utilizar una muestra en forma de un elipsoide en lugar de una esfera es que las superficies isotérmicas cerca del plano de los ejes de importancia menor de un elipsoide son más bien plana, para que directamente los cables del termopar se puedan utilizar sin efectos adversos. Si a es la mitad de la distancia focal del elipsoide y T_1 y T_2 son las temperaturas medidas en, respectivamente, dos radios r_1 y r_2 sobre el eje menor, la conductividad térmica es determinada por la expresión

$$k = \frac{q}{8\pi a(T_1 - T_2)} \times \ln \left(\frac{\sqrt{(a^2 + r_2^2)} - a}{\sqrt{(a^2 + r_2^2)} + a} \cdot \frac{\sqrt{(a^2 + r_1^2)} + a}{\sqrt{(a^2 + r_1^2)} - a} \right) \quad (2.3)$$

A pesar de las ventajas mencionadas, el método elipsoidal es también rara vez utilizado debido a las dificultades experimentales, comunes a los métodos elipsoidal y esférico.

- (III) METODOS DE ESFERA CONCENTRICA Y DEL CILINDRO CONCENTRICO. Se utilizan principalmente para la medición de polvos, fibras y otros materiales sueltos. La muestra se llena en el espacio entre dos cascaras esféricas

concéntricas (o cilíndricas), con la esfera interior (o cilindro) que es un calentador o un disipador de calor. En un aparato de cilindros concéntricos, en los guardias se utilizan generalmente para prevenir el flujo de calor axial. Un método de las esferas concéntricas fue utilizado por primera vez por Pécelet [33] y se comunicó en 1860 con la esfera interior lleno de agua caliente del calentador. Sin embargo, una condición de estado estacionario no se ha logrado en sus medidas pioneras. Más tarde Nusselt [34] logró el uso de este método para la medición en materiales aislantes con un calentador eléctrico instalado en el interior de la corteza esférica interior. Un aparato moderno utilizando un calorímetro de evaporación en el ámbito interno se describe en [35].

Un método de cilindros concéntricos fue utilizado por Stefan [36] y reportado en 1872 para las mediciones de los gases. Fue adoptado más tarde para la medición de materiales sueltos lleno. De referencia [37] describe un aparato moderno que emplea un calorímetro de vigilancia de evaporación en el interior del cilindro interno. Recientemente, Flynn y Watson [38] utilizó un método de los cilindros concéntricos para medir la conductividad térmica de alta temperatura del suelo.

- (IV) METODO DE LA PLACA DE SENARMONT. De Senarmont [39-43] en 1847-1848 utilizó un flujo radial de calor en placa para determinar la anisotropía de la conductividad térmica de las sustancias cristalinas. Sin embargo, este método no da valores absolutos de la conductividad térmica, y, además, la pérdida de calor axial se evitara.

En su método, una placa delgada de la muestra se recubrió con una capa delgada de cera blanca, y el calor se produce en un punto central por medio de un tubo caliente, plata fina fuertemente ajustada en un agujero en el centro de la placa. La cera derretida en la región donde el calor se suministra y la línea de delimitación de la cera derretida se la isoterma

visible, la forma de lo que indica la variación de la conductividad térmica en las diferentes direcciones.

Si la sustancia es isótropa, la curva de delimitación de la cera derretida es un círculo, mientras que para las sustancias anisótropas, esta curva es elíptica. En tal caso, la relación entre el k_a y k_b a lo largo de los dos ejes a y b de la elipse está dada por la expresión

$$\frac{k_a}{k_b} = \left(\frac{a}{b}\right)^2 \quad (2.4)$$

Powell [44] ha modificado el método en su prueba sencilla para los materiales anisotrópicos. En las pruebas de galio, que enfrió un trozo de cristal a nivel local por medio de una pieza de dióxido de carbono sólido y observó los contornos del rocío y las zonas heladas que se formó alrededor de la zona fría. Para las pruebas de grafito, siguió método original de Senarmont, pero la superficie de la placa, que estaba cubierto de escarcha por preenfriamiento en lugar de ser recubierto con cera.

1.1.1.2. METODOS COMPARATICOS

- (I) METODO DEL CILINDRO CONCENTRICO. Este método se ha utilizado para las mediciones en algunos materiales especiales como los que son radiactivos o reactivos [45-47], y no para los materiales ordinarios, ya que no tiene gran ventaja sobre el método absoluto. Un aparato típico de este tipo consiste en una muestra cilíndrica que está rodeado por una muestra de referencia concéntrica cilíndrica de conocer la conductividad térmica. Un agujero coaxial central en la muestra contiene una fuente de calor, que produce calor que fluye radialmente a través tanto de la muestra y la muestra de referencia. La ventaja de utilizar este método para la medición

de materiales radiactivos o reactivos es que la muestra de referencia que encierra la muestra sirve también como medio de contención. La conductividad térmica se determina a partir de la expresión

$$k = k_r \frac{(T_3 - T_4) \ln(r_2 / r_1)}{(T_1 - T_2) \ln(r_4 / r_3)} \quad (2.6)$$

donde T_1 y T_2 son mediciones de las temperaturas medidas en la muestra a dos radios r_1 y r_2 , respectivamente, y T_3 y T_4 en la muestra referida, a r_3 y r_4 , respectivamente.

- (I) METODO DEL DISCO. Robinson [48] desarrolló un método, que él denomina el "conductor de disco método", para la medición comparativa de los aisladores. Este método emplea el flujo de calor hacia el interior radial de un calentador en el borde circular de un disco de material adecuado de referencia de conductor entre dos ejemplares similares, que a su vez se encuentra entre dos placas circulares fría a una temperatura constante inferior. Sin embargo, el flujo de calor en este caso no es estrictamente radial, ya que, como el calor fluye radialmente en el disco conductor hacia el centro, fluye también desde el disco a través de las muestras de los platos fríos. Como resultado, la temperatura de estado estacionario de la disminución del disco hacia su centro, y la tasa de disminución depende de la conductividad térmica de los especímenes. Robinson obtenidos y de expresión para el cálculo de la conductividad térmica de los especímenes de la conductividad térmica conocida y el grosor del disco y de las temperaturas de los platos fríos y del disco en su centro y en un radio adecuado.

1.2. Estado del Arte

A medida que los avances en el campo de la investigación dan pasos importantes en el desarrollo de nuevas técnicas y métodos de análisis de propiedades físicas de materiales, también vemos áreas en las que este avance no es muy apreciable, los factores involucrados pueden ser varios.

En la técnica de determinación de propiedades físicas, en particular la conductividad térmica en materiales, los reportes en cuanto a conductividad térmica a altas temperaturas indican varios parámetros que se consideran pero en el caso del material como el óxido de magnesio en polvo son el tamaño de grano, la composición y pureza química entre otros. Pero los reportes encontrados en esta área de estudio indican aspectos a considerar.

Se reportan conductividades térmicas de MgO a altas presiones, donde hacen una primera predicción no-empírica de la conductividad térmica del enrejado de MgO, determinando mediante dinámica molecular (MD). Los resultados se presentan en baja presión en función de la temperatura, y para 2500k para las presiones a 290 GPa [49].

La conductividad térmica del policristalino MgO se ha medido más del rango de temperatura de 400k a 1300k utilizando una versión modificada del diseño de la placa caliente cubierta usando tres diferentes espesores de muestras con 93% de los teóricos probados para comprobar el funcionamiento, precisión y reproductividad del equipo[50].

La conductividad térmica de la capa más inferior determina la velocidad a la cual el calor fluye a través del núcleo y el manto límite, y por lo tanto juega un papel central en la evolución térmica del manto de ambos, así como el núcleo. En un esfuerzo para probar y mejorar las estimaciones del modelo de la conductividad térmica en el manto profundo, llevaron a cabo los primeros cálculos con principios de la conductividad del enrejado de periclasa MgO, usando el método Peierls-Boltzman la ecuación de transporte a través de una combinación de principios de dinámica molecular y del enrejado [51].

Taylor encontró que la conductividad térmica, k_t , carburos metálicos de la transición y nitruros aumenta al aumentar la temperatura, T , a altas temperaturas. Este

comportamiento es diferente de la de los metales, para el que k_t , es aproximadamente independiente de T , tal como señaló Taylor. Se propone que los defectos causan la conductividad térmica de electrones de los carburos y nitruros de aumentar con el aumento de T . Esta tendencia se acentúa por la dispersión polar. La dispersión de fonones por defectos y por los electrones de conducción se reduce la conductividad del enrejado, k_p , y disminuye su dependencia de la temperatura, que es en el sentido opuesto al de la $k_{de\ correo}$. Por lo tanto la suma $k_t = k_p + k_{electrónico}$ está controlada por $k_{electrónico}$ y aumenta con el aumento de T . n de nuevos mecanismos de conducción térmica se requieren para explicar los resultados experimentales [52].

También se reportan conductividades térmicas del enrejado de MgO, mediante el uso de una técnica numérica que combina los principios de la primera teoría de la estructura electrónica y la teoría Peierls-Boltzman de transporte, anteriormente utilizada para estimar la conductividad térmica de la tierra, en condiciones de ambiente a la frontera entre el núcleo y el manto (CMB). Se demuestra que la técnica de estos primeros principios proporciona un modelo realista de la dependencia P-T de la conductividad térmica del enrejado del MgO en las condiciones del ambiente para el CMB, y proponen los perfiles de conductividad térmica de MgO en el manto inferior sobre la base de modelos geoterma. El aumento de la conductividad calculada a partir de 15-20 W/km en la discontinuidad sísmica de 670 km a 40-50 W/km en el CMB [53].

Se presenta un método por el que la conductividad térmica del enrejado se puede calcular a partir de primeros principios utilizando el sistema de tamaños pequeños y los tiempos de simulación. El método utiliza la relación de la conductividad térmica de una cinética de los gases, con tiempos de vida de fonones y frecuencias determinadas por la combinación de primeros principios de equilibrio de dinámica molecular y la primera red dinámica de principios. Para ilustrar el método, la conductividad del enrejado se calcula para periclase MgO. Para los vectores de onda individuales y modos de vibración, vida fonón en periclase se encuentran a ser inversamente proporcional a la temperatura, con los modos de vida más corta que la óptica modos acústicos, lo que constituye ~5% de la conductividad del enrejado. Los valores de conductividad térmica computarizada muestran una excelente

concordancia con las mediciones experimentales, y sugieren que la contribución de radiación para el transporte térmico en periclase comienza a jugar un papel por encima de ~ 1500 K [54].

Se reportan mediciones de conductividad térmica (K) de polvos de óxidos de magnesio (MgO) en un rango de temperaturas (T) de 250 a 1000 °C para muestras con tamaños de grano en tres rangos diferentes. Para esto implementamos una versión mejorada de la técnica de flujo de calor radial en estado estacionario de la norma ASTM2858-90. La mejora radica en la automatización de las mediciones para las temperaturas, lo cual permite disminuir significativamente el amplio margen de error. Nuestros resultados muestran un notable incremento lineal de K con T en cada caso, hasta del 200% cuando T pasa de 259 a 1012 °C. A una temperatura fija, K difiere significativamente entre cada muestra, hasta en un 100%, de manera que K aumenta con la disminución del tamaño de grano e inversamente [55].

Se presenta un cálculo reciente de primeros principios de la dinámica del entramado armónico y anarmónico de MgO. La orden del 2° orden armónico y tercera anarmónica términos de interacción interatómica se calculan de forma explícita, y sus dependencias de presión se discuten. Las implicaciones para la conductividad térmica del enrejado a alta presión se discuten sobre la base de una teoría cinética de transporte sencillo [56].

De acuerdo a la revisión bibliográfica, los reportes son escasos en la determinación de la conductividad térmica del MgO en polvo, incluso la técnica del flujo de calor radial. Se analiza el material en diferentes en parámetros en Presión, en Temperatura, etc. Por ello es importante conocer más de este material en particular ya que en la industria podemos sacar aplicaciones importantes.

1.3. Planteamiento del Problema

El MgO es uno de los más importantes productos del magnesio usado a nivel industrial. México es uno de los mayores productores de MgO; los estados de Nuevo León y

Coahuila, poseen grandes depósitos de dolomita de alta pureza, de la cual se obtiene el MgO por procesos de calcinación.

Debido a su pobre conductividad eléctrica y buena conductividad térmica a altas temperaturas el MgO en polvo es utilizado ampliamente por los fabricantes de resistencias eléctricas, siendo su aplicación principal el calentamiento de líquidos. En cada aplicación industrial el MgO en polvo requiere características específicas, los parámetros críticos son: tamaño de partícula, densidad, actividad y pureza química.

1.4. Objetivo General

Determinación de la distribución de tamaño de partícula óptima de polvos de MgO que maximicen sus propiedades de transporte térmico para aplicaciones en dispositivos disipadores de calor.

1.5. Objetivos Particulares

- Determinación de K para T de 100 a 860 °C con el Sistema de Flujo de Calor Radial para los polvos de MgO grado eléctrico
- Análisis de EDS-SEM para determinar los elementos presentes en las muestras y obtener el porcentaje de impurezas que hay en los polvos de MgO.
- Análisis de composición mediante DRX.
- Distribución del tamaño de partícula en función de su conductividad térmica.
- La optimización de la metodología de medición de la conductividad térmica con el SFCR a altas temperaturas para proporcionar servicios de calidad en la industria.

1.6. Descripción del Trabajo de tesis

Los parámetros mencionados son el punto de partida en el desarrollo de este trabajo de tesis, otro de los motivos son que en el campo de las propiedades térmicas y los trabajos realizados notamos que la información con respecto a polvos de interés industrial en este caso el MgO es muy limitada y más propiamente a altas temperaturas que es donde el interés es mayor para poder así optar con aplicaciones como en disipadores de calor entre otros.

EL sistema usado en el desarrollo del presente trabajo de tesis se basa explícitamente en el Sistema de Flujo de Calor Radial con apoyo en el HotDisk, el primero a altas temperaturas los cuales está diseñado el sistema y el segundo a temperatura ambiente esto para poder ver las diferencias de ambos sistemas. Tanto el diseño del sistema de flujo de calor radial como su funcionamiento se explicara en los capítulos siguientes así como el procedimiento de montaje y preparación de muestras para proceder a las mediciones. También las consideraciones e inconvenientes presentes en las mediciones como así las ventajas y desventajas del sistema.

REFERENCIAS:

1. Franklin, B., "Meteorological Observation" (written in reply to Cadwallader Colden, Nov. 19, 1753 and read at the Royal Society of London, Nov. 4, 1756), in *The Writings of Benjamin Franklin* (Smyth, A. H., ed.), Vol. III (1750-59), The Macmillan Co., New York, 186-8, 1905.
2. Fordyce, G., "An Account of an Experiment on Heat," *Phil. Trans. Roy. Soc. (London)*, **77**, 310-7. 1787.
3. Ingen-Hausz, J., "On Metals as Conductors of Heat," *J. de physique*, **34**, 68, 380, 1789.
4. Despretz, C., "On the conductivity of several Solid Substances." *An. Chim. Phys.*, **19**, 97-106, 1822.
5. Wiedemann, G. and Franz, R., "The Thermal Conductivity of Metals," *Ann. Physik*, **89**, 497-531, 1853.
6. Forbes, J. D., "On the progress of Experiments on the conduction of Heat, Undertaken at the Meeting of the British Association at Edinburgh, in 1850," *Brit. Assoc. Adv. Sci., Rept. Ann. Meeting*, **21**, 7-8, 1851.
7. Forbes, J. D., "On experiments on the Laws of the conduction of Heat," *Brit. Assoc. Adv. Sci., Rept. Ann. Meeting*, **22**, 260-1, 1852.
8. Forbes, J. D., "Experimental Inquiry into the Laws of the conduction of Heat in Bars, and into the Conducting Power of Wrought Iron," *Trans. Roy. Soc. Edinburgh*, **23**, 133-46. 1864.
9. Forbes, J. D., "Experimental Inquiry into the Laws of the conduction of Heat in Bars. Part II. On the conductivity of Wrought Iron, Deduced from the experiments of 1851," *Trans. Roy. Soc. Edinburgh*, **24**, 73-110, 1865.
10. Ångström, A. J., "A new Method of determining the thermal conductivity of solids," *Ann. Physik*, **2**, **144**, 513-30, 1861.
11. McElroy, D. L. and Moore, J. P., "Radial Heat Flow Methods for the Measurement of the thermal conductivity of solids," in *Thermal conductivity* (Tye, R.P., ed.), Vol. 1, Chap 4, Academic Press, London, 185-239, 1969.
12. Callendar, H. L. and Nicolson, J. T., Experiments on the Condensation of Steam. Part I. A New Apparatus for Studying the Rate of condensation of Steam on a Metal Surface at Different Temperatures and Pressures," *Brit. Assoc. Adv. Sci., Rept. Ann. Meeting*, 418-22, 1897.

-
13. Niven, C., "On a Method of Finding the conductivity for Heat," *Proc. Roy. Soc. (London)*, **A76**, 34-48, 1905.
 14. Andrews, T., *Proc. Roy. Irish Acad.*, **1**, **465**, 1840.
 15. Schleiermacher, A., "On the Heat Conduction in Gases," *Ann. Physik chemie*, **34(8a)**, 623-46, 1888.
 16. Kannuluik, W. G. and Martin, L. H., "Conduction of Heat in Powders," *Proc. Roy. Soc.*, **A141**, 144-58, 1933.
 17. Kingery, W. D., "Thermal Conductivity. VI. Determination of Conductivity of Al₂O₃ by Spherical Envelope and Cylinder Methods," *J. Am. Ceram. Soc.*, **37**, 88-90, 1954.
 18. Feith, A. D., "A Radial Heat Flow Apparatus for High-Temperature Thermal Conductivity Measurements," USAEC Rept. GEMP-296, 1-29, 1964.
 19. Glassbrenner, C. J. and Slack, G. A., "Thermal conductivity of Silicon and Germanium from 3K to the Melting Point," *Phys. Rev.*, **134(4A)**, A1058-69, 1964.
 20. Banaev, A. M. and Chekhovskoi, V. Ya., "Experimental Determination of the Coefficient of thermal Conductivity of Solid Material in the temperature range 200-1000 C," *Teplofiz. Vysokikh temperature*, **3(1)**, 57-63, 1965; English translation: *High Temperature*, **3(1)**, 47-52, 1965.
 21. Powell, R. W., "Further Measurements of the thermal and Electrical Conductivity of Iron at High Temperatures," *Proc. Phys. Soc. (London)*, **51**, 407-18, 1939.
 22. Powell, R. W. and Hickman, M. J., "The Physical Properties of a series of Steels. Part II. Section IIIc. Thermal Conductivity of a 0.8 percent Carbon Steel (Steel 7)," *J. Iron Steel Inst. (London)*, **154**, 112-21, 1946.
 23. Razor, N. S. and McClelland, J. D., "Thermal Properties of Materials. Part I. Properties of Graphite, Molybdenum, and Tantalum to their Destruction Temperatures," WADC Tech. Rept. 56-400 Pt I, 1-53. 1957. [AD 118 114]
 24. Razor, N. S. and McClelland, J. D., "Thermal Property Measurements at Very High Temperatures," *Rev. Sci. Instr.*, **31(6)**, 595-604, 1960.
 25. McElroy, D. L., Godfrey, T. G., and Kollie, T. G., "The Thermal Conductivity of INOR-8 between 100 and 800C," *Trans. Am. Soc. Metals*, **55(3)**, 749-51, 1962.
 26. Fulkerson, W., Moore, J. P., and McElroy, D. L., "Comparison of the thermal Conductivity, Electrical Resistivity, and Seebeck Coefficient of a High-Purity Iron and an Armco Iron to 1000 C," *J. Appl. Phys.*, **37(7)**, 2639-53, 1966.

-
27. Hoch, M., Nitti, D. A., Gottschlich, C. F., and Blackburn, P. E., "New Method for the Determination of thermal Conductivities between 1000 C and 3000C," in *Progress in International Research on thermodynamic and Transport Properties* (Masi, J. F. and Tsai, D. H., eds.), ASME Second Symposium on Thermophysical Properties, Academic Press, New York, 512-8, 1962.
 28. Vardi, J. and Lemlich, R., "Theoretical Approach to a Technique for Measuring Thermal Conductivity at High Temperature," to be published in *J. Appl. Phys* in 1968.
 29. Laws, F. A., Bishop, F. L., and McJunkin, P., "A Method of Determining Thermal Conductivity," *Proc. Am. Acad. Arts Sci.*, **41**(22), 455-64, 1906.
 30. Adams, M. and Loeb, A. L., "Thermal Conductivity: II. Development of a thermal Conductivity Expression for the Special Case of Prolate Spheroids," *J. Am. Ceram. Soc.*, **37**(2), 73-4, 1954.
 31. Adams, M., "Thermal Conductivity: III. Prolate Spheroidal Envelope Method; Data for Al₂O₃, BeO, MgO, ThO₂, and ZrO₂," *J. Am. Ceram. Soc.*, **37**(2), 74-9, 1954.
 32. McQuarrie, M., "Thermal Conductivity: V. High Temperature Method and Results for Alumina, Magnesia, and Beryllia from 1000 to 1800 C," *J. Am. Ceram. Soc.*, **37**(2), p. 84, 1954.
 33. Péclet, E., *Traité de la Chaleur*, Vol. I, Paris, 1860.
 34. Nusselt, W., "Thermal Conductivity of Thermal Insulators," *VDI Zeitschrift*, **52**(23), 906-12, 1908.
 35. "Design Aspects of Plant for Production of Heavy Water by Distillation of Hydrogen," *USAEC Rep. NYO-2134*, 1957.
 36. Stefan, J., "Investigations on the thermal Conductivity of Gases," *Sitzber Akad-Wiss. Wien. Math-Naturw.*, K1. IIA, **65**, 45-69, 1872.
 37. Kropschot, R. H., Schrodt, J. E., Fulk, M. M., and Hunter, D. J., "Multiple-Layer Insulation," in *Advances in Cryogenic Engineering*, Vol. 5, Plenum Press, 189-97, 1960.
 38. Flynn, D. R. and Watson, T. W., "High Temperature Thermal Conductivity of Solids," in *Thermal Conductivity –Proceedings of the 8th conference* (Ho, C. Y and Taylor, R. E. eds.), Plenum Press, New York, 913-39, 1969.
 39. de Sénarmont, H., "Memoir on the Conductivity of Crystalline Substance for Heat," *Ann. Chin. Phys.*, 3, **21**, 457-70, 1847.

-
40. de Sénarmont, H., "Memoir on the Conductivity of Crystalline Substance for Heat," *Compt. Rend.*, 2, **25**, 459-61, 1847.
 41. de Sénarmont, H., "Memoir on the Conductivity of Crystalline Substance for Heat," *Ann. Chem. Phys.*, 3, **22**, 179-211, 1848.
 42. de Sénarmont, H., "Experiments on the Effects of Mechanical Agents on the Thermal Conductivity of Homogeneous Solids," *Ann. Chin. Phys.*, 3, **23**, 257-67, 1848.
 43. de Sénarmont, H., "Thermal Conductivity in Crystallized Substances," *Ann. Physik*, **73**, 191-2, 1848.
 44. Powell, R. W., "A Simple Test for Anisotropic Materials," *J. Sci. Instr.*, **30**, 210-1953.
 45. Cohen, I., Lustman, B., and Eichenberg, J. D., "Measurement of the Thermal Conductivity of Metal-Clad Uranium Oxide during Irradiation," *J. Nuclear Materials*, **3**(3), 331-53, 1961.
 46. Dumas, J. P., Mansard, B., and Rausset, P., "Uranium Monocarbide Shaping and Irradiation Study. Final United States – Euratom Joint Research and Development Program Rept. EURAEC-1179, 1-110, 1964. [English translation of the original French Report.]
 47. Clough, D. J. and Sayers, J. B., "The Measurement of the Thermal Conductivity of UO₂ under Irradiation in the Temperature Range 150-1600 C," UKAEA Rept. AERE-R-4690, 1-55, 1964.
 48. Robinson, H. E., "The conductive-Disk Method of Measuring the Thermal Conductivity of Insulations," *Bull. Intl. Inst. Refrig. Annexe 1962-1*, 43-50, 1962.
 49. Ronald. E. Cohen. Thermal Conductivity of MgO at High Pressures. *Rev High Pressure Sci Technol* 7:160-162. **1998**.
 50. A. J. Slifka, B. J. Filla, and J. M. Phleps. Thermal conductivity of Magnesium Oxide from Absolute, Steady-State Measurements. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. Vol. 103, Num 4, Jul-Ago, **1998**.
 51. N. de koker. Thermal conductivity of MgO periclase at high pressure: Implica for the D'' region. *Earth and Planetary Science Letters* 292, 392-398. **2010**.
 52. W. S. Willams. High-Temperature Thermal Conductivity of Transition Metal Carbides and Nitrides. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 49, Issue 3, pages 156-159, march **1966**.
 - 53.** Xiaoli Tang and jianjun Dong. Lattice Thermal Conductivity of MgO at conditions of Earth's interior. *PNAS*, vol. 107, No. 10, 4539-4543, March 9, **2010**.

-
54. N. de Koker. Thermal Conductivity of MgO Periclase from Equilibrium First Principles Molecular Dynamics. Phys. Rev. Lett. Vol. 103, Issue 12, **2009**.
 55. Gabriel Peña Rodríguez, Tesis de Doctorado, *Microestructura y caracterización térmica en sólidos y polvos de interés industrial*, CICATA-IPN, México D.F. Agosto de **2003**.
 56. Tang XL, Dong JJ. Pressure Dependence of Harmonic and Anharmonic lattice dynamics in MgO: A first-principles calculation and implications for lattice thermal conductivity. Phys Earth Planet Inter 174:33-38, **2009**.

CAPITULO 2

MARCO TEORICO

2.1. INTRODUCCION

Las soluciones de la Ley de Fourier en su formulación diferencial, empleando las condiciones de frontera adecuadas, permite resolver el problema de conducción de calor unidimensional y estacionario para geometrías planas, cilíndricas y esféricas.

Conocidas estas soluciones, pueden usarse dispositivos basados en alguna de las geometrías para determinar el coeficiente de conductividad térmica del medio que se requiera. Para ello, deberá tenerse la precaución de estar bajo un régimen de conducción estacionaria y unidimensional, lo cual en algunos casos constituye una aproximación a la realidad física, como se verá más adelante.

2.2. TRANSFERENCIA DE CALOR POR CONDUCCION

La transmisión de calor por conducción puede realizarse en cualquiera de los tres estados de la materia: sólido, líquido y gaseoso.

Para explicar el mecanismo físico de la conducción, pensemos en un gas en el que existe un gradiente de temperatura y no hay movimiento global. El gas ocupa todo el espacio entre las dos superficies como se muestra en la figura 2.2. Asociamos la temperatura del gas en cualquier punto con la energía que poseen sus moléculas en las proximidades de dicho punto. Cuando las moléculas vecinas chocan entre si ocurre una transferencia de energía desde las moléculas más energéticas a las menos energéticas en presencia de un gradiente de temperatura decreciente, esto es en la dirección positiva del eje de las x.

En los líquidos la situación es muy similar que en los gases, aunque las moléculas están menos espaciadas y las interacciones son más fuertes y frecuentes.

En los sólidos la conducción se produce por cesión de energía entre partículas contiguas (vibraciones reticulares). En un sólido no conductor la transferencia de energía ocurre solamente por estas vibraciones reticulares, en cambio en los sólidos conductores se debe también al movimiento de traslación de los electrones libres.

La conducción en un medio material, goza pues de un soporte, que son sus propias moléculas y se puede decir que macroscópicamente no involucra transporte de materia.

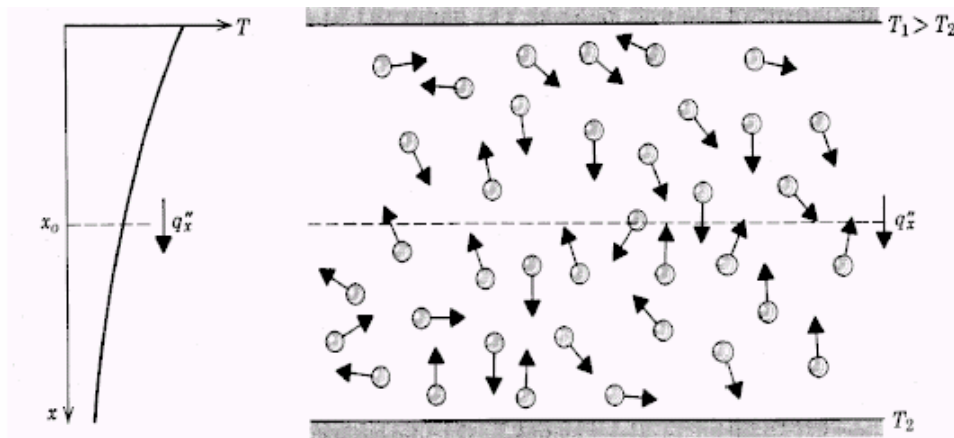


Figura 2.1 Asociación de la transferencia de calos por conducción con la difusión de energía debida a la actividad molecular

La conducción es el único mecanismo de transmisión de calor posible en los medios sólidos opacos. Cuando en estos cuerpos existe un gradiente de temperatura en la dirección x , el calor se transmite de la región de mayor temperatura a la de menor temperatura, siendo el calor transmitido por conducción Q_k , proporcional al gradiente de temperatura dT/dx , y a la superficie A , a través de la cual se transfiere, esto es:

$$Q_k \propto A \frac{dT}{dx}$$

en donde T es la temperatura y x la dirección del flujo de calor(no el sentido).

El flujo real de calor depende de la conductividad térmica k , que es una propiedad física del cuerpo, por lo que la ecuación anterior se puede expresar en la forma:

$$Q_k = -kA \frac{dT}{dx} \quad \text{Ec. 2.2}$$

en la que si la superficie A de intercambio térmico se expresa en m^2 , la temperatura en kelvin (K), la distancia x en metros y la transmisión de calor en W, las unidades de k serán W/mK .

La ecuación 2.2 se conoce como Ley de Fourier.

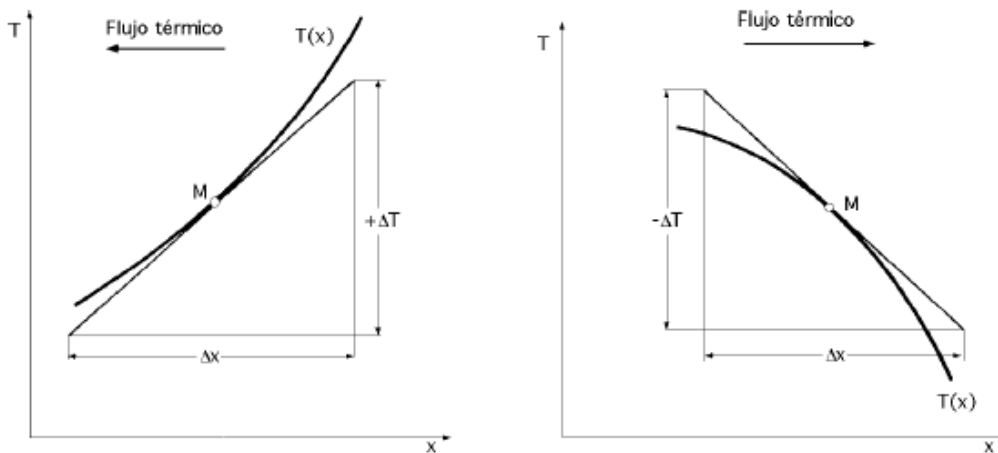


Figura 2.2. Convenio de signos para la transmisión del calor por conducción

El signo menos (-) es consecuencia del segundo principio de la termodinámica, según el cual, el calor debe fluir hacia la zona de temperatura más baja (figura 2.3).

2.3. SISTEMAS RADIALES

Los sistemas cilíndricos y esféricos a menudo experimentan gradientes de temperatura sólo en la dirección radial, y por consiguiente se tratan como unidireccionales. Además bajo condiciones de estado estacionario, sin generación de calor estos sistemas se pueden analizar usando la expresión de la Ley de Fourier en las coordenadas adecuadas.

Considere el cilindro hueco de la figura 2.4, cuyas superficie externa e interna se exponen a fluidos de diferentes temperaturas. Para condiciones de estado estacionario, sin generación interna de calor la ley de Fourier en coordenadas cilíndricas se expresa como:

$$Q_r = -kA_r \frac{dT}{dr} \quad \text{Ec. 2.3}$$

Siendo Q_r una constante en la dirección radial. Si consideramos también la forma del área de transferencia para esta geometría, nos queda:

$$Q_r = -k(2\pi rL) \frac{dT}{dr} \quad \text{Ec. 2.4}$$

Donde $A_r = 2\pi rL$ es el área normal a la dirección de transferencia de calor.

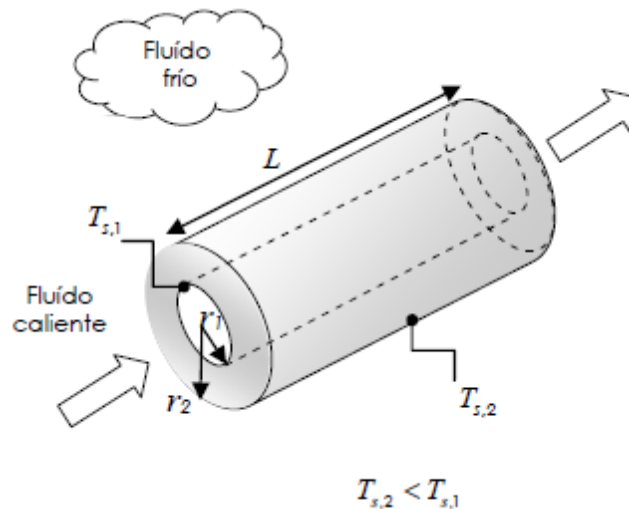


Figura 2.3 Cilindro hueco con condiciones convectivas en la superficie.

Escribiendo la ecuación anterior en término de integrales con las condiciones de frontera, $T(r_1) = T_{s,1}$ y $T(r_2) = T_{s,2}$, obtenemos:

$$\frac{Q_r}{2\pi L} \int_{r_1}^{r_2} \frac{dr}{r} = - \int_{T_{s,1}}^{T_{s,2}} k dT \quad \text{Ec. 2.5}$$

Si considerando $k = \text{constante}$ y resolvemos, nos queda:

$$Q_r = 2\pi Lk \frac{(T_{s,1} - T_{s,2})}{\ln(r_1 / r_2)} \quad \text{Ec. 2.6}$$

También es posible obtener la distribución de temperaturas en la dirección radial en el cilindro, esto es:

$$T(r) = \frac{(T_{s,1} - T_{s,2})}{\ln(r_1 / r_2)} \ln\left(\frac{r}{r_2}\right) + T_{s,2} \quad \text{Ec.2.7}$$

En el caso de la pared cilíndrica, la distribución de temperaturas ya no es lineal, sino logarítmica. De este resultado es evidente que la resistencia térmica para la conducción radial es de la forma:

$$R_{cond} = \frac{\ln(r_2 / r_1)}{2\pi Lk} \quad \text{Ec.2.8}$$

2.4. CONDUCTIVIDAD TERMICA

La conductividad térmica k es una propiedad de los materiales que, excepto en el caso de los gases a bajas temperaturas, no es posible predecir analíticamente. La información disponible está basada en medidas experimentales.

En general, la conductividad térmica de un material varía con la temperatura, pero en muchas situaciones prácticas, si el sistema tiene una temperatura media, se puede considerar con un valor medio constante, lo que proporciona resultados bastante satisfactorios.

En la tabla 1 se relacionan los valores típicos de la conductividad térmica de algunos metales, sólidos no metálicos, líquidos y gases, que nos dan una idea del orden de magnitud con que se presenta en la práctica, mientras que en la figura 2.5, se presenta una gráfica de conductividades térmicas, entre 0 y 450 W/mK para metales y aleaciones (buenos conductores térmicos).

Tabla 1. Conductividad térmica de algunos materiales

Material	k (W/mK), a 300 K
Cobre	386
Aluminio	204
Vidrio	0.75
Plástico	0.2-0.3
Agua	0.6
Aceite de motores	0.15
Freón (líquido)	0.07
Aire	0.026

En la figura 2.6, se muestra que el rango de conductividades térmicas para algunos gases y líquidos es entre 0 y 0.8 W/mK , observándose la gran diferencia existente entre sus coeficientes de conductividad k.

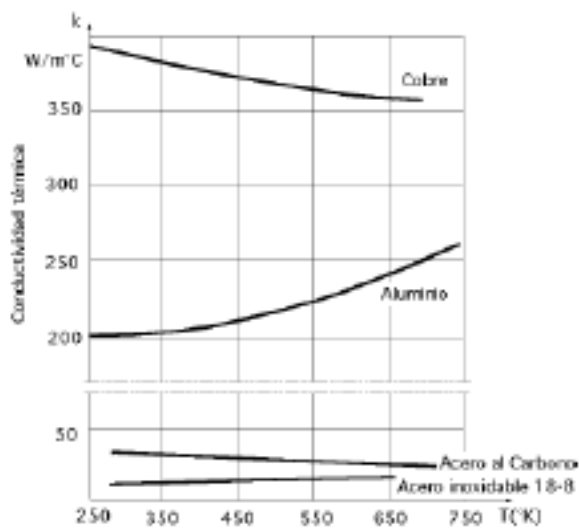


Figura 2.4 Conductividad térmica metales y aleaciones

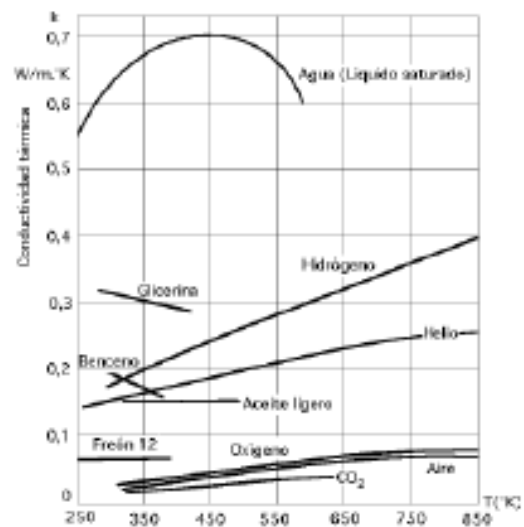


Figura 2.5 Conductividad térmica líquidos, gases y vapores

En los materiales conductores el mecanismo de la transmisión de calor por conducción está asociado a las vibraciones de la estructura reticular y al movimiento de los electrones libres (metales y aleaciones), al igual que en los conductores eléctricos, por lo que materiales buenos conductores de la electricidad son también, en general, buenos conductores del calor, (cobre, plata, aluminio, etc.).

Los aislantes térmicos (vidrio, plásticos, etc.) que requieren de una estructura porosa y un gas atrapado en la misma, son también buenos aislantes eléctricos. En estos materiales, la transferencia de calor puede tener lugar de diversas formas:

- a) Conducción a través de la estructura sólida porosa o fibrosa
- b) Conducción y/o convección a través del aire atrapado en los espacios vacíos
- c) Radiación entre porciones de la estructura sólida, la cual es especialmente importante a temperaturas elevadas o en recintos vacíos.

Se han desarrollado materiales superaislantes para aplicaciones criogénicas, que constan de varias capas de materiales altamente reflectantes separados por espacios vacíos, que minimizan la conducción y la convección, alcanzándose conductividades térmicas del orden de 0.02 W/mK.

En muchos materiales el valor de k no es constante, sino que varía con la temperatura y con la composición química de los mismos. Cuando sólo depende de la temperatura, se puede poner el valor de k de la forma:

$$k = k(T) = k_0(1 + \beta T)$$

Ec. 2.9

Siendo k_0 el valor de la conductividad a la temperatura de referencia, y β una constante (coeficiente de dilatación). En tal caso la integración de la ecuación de Fourier proporciona:

$$Q_k = \int_{r_1}^{r_2} Ak_0(1 + \beta T)dT = \frac{k_0 A}{L} \left\{ T_1 - T_2 + \frac{\beta}{2} (T_1^2 - T_2^2) \right\} = \frac{k_m A}{L} (T_1 - T_2) \quad \text{Ec. 2.10}$$

En la que k_m es el valor de k a la temperatura $(T_1+T_2)/2$.

2.5. RESISTENCIA DE CONTACTO

Cuando superficies a distintas temperaturas se ponen en contacto, aparece una resistencia térmica en la interface de los sólidos, que se conoce como resistencia de contacto, y que se desarrolla cuando los dos materiales no ajustan exactamente, por lo que entre ambos puede quedar atrapada una delgada capa de fluido. Una vista ampliada del contacto entre las dos superficies mostraría que los sólidos se tocan sólo en picos superficiales, mientras que los huecos estarían ocupados por un fluido, o el vacío. La resistencia de la interface depende de:

- La rugosidad superficial
- La presión que mantiene en contacto las dos superficies
- Del fluido de la interface
- De su temperatura

En la interface, el mecanismo de la transmisión del calor, y su determinación, es complejo, la conducción del calor tiene lugar a través de los puntos de contacto del sólido en forma tridimensional por cuanto el calor se transmite por las áreas de contacto a través del fluido de la interface por convección, y entre las superficies por radiación. Si el calor a través de las superficies sólidas en contacto es Q , la diferencia de temperaturas a través del fluido que separa los dos sólidos es ΔT , y la resistencia de contacto R_i se puede expresar en función de una conductancia interfacial h_i , W/m^2K , se tiene:

$$Q = h_i A \Delta T_i = \frac{\Delta T_i}{R_i} \quad \text{Ec. 2.11}$$

Cuando las dos superficies están en contacto térmico perfecto, la diferencia de temperaturas a través de la interface es nula, por lo que su resistencia térmica es cero. Un contacto térmico imperfecto tiene lugar cuando existe una diferencia de temperaturas en la interface. La resistencia por contacto depende de la presión con que se mantiene el contacto, y muestra un descenso notable cuando se alcanza el límite elástico de alguno de los materiales.

En los sólidos mecánicamente unidos no se suele considerar la resistencia de la interface, a pesar de que siempre está presente. Sin embargo hay que conocer la existencia de la resistencia de la interface y la diferencia de temperaturas resultante a través de la misma. En superficies rugosas y bajas presiones de unión, la caída de temperatura a través de la interface puede ser importante, incluso dominante, y hay que tenerla en cuenta. La problemática de la resistencia de la interface es compleja y no existe ninguna teoría, o base de datos empíricos, que la describa exactamente para situaciones de interés industrial.

Tabla 2 Conductancias interfaciales de algunos materiales a presiones moderadas

Interface	h_i W/(m ² K)
Cerámica – cerámica	500-3000
Cerámica – metal	1500-8500
Grafito – metal	3000-6000
Acero inoxidable – acero inoxidable	1700-3700
Aluminio – aluminio	2200-12000
Acero inoxidable – aluminio	3000-4500
Cobre – cobre	10000-25000
Hierro – aluminio	4000-40000

2.6. EFECTO JOULE

Toda resistencia eléctrica libera calor cuando una corriente eléctrica circula a través de ella, esto se debe a que parte de la energía cinética de los electrones se transforma en calor debido a los choques que sufren con los átomos del material del conductor por el que circulan, elevando la temperatura del mismo. Esta conversión de energía eléctrica es conocida como Efecto Joule.

2.6.1. CAUSAS DEL FENOMENO

Los sólidos tienen generalmente una estructura cristalina, ocupando los átomos o moléculas los vértices de las celdas unitarias, y a veces también el centro de la celda o de sus caras. Cuando el cristal es sometido a una diferencia de potencial, los electrones son impulsados por el campo eléctrico a través del sólido debiendo en su recorrido atravesar la intrincada red de átomos que lo forma. En su camino, los electrones chocan con estos átomos perdiendo parte de su energía cinética, que es cedida en forma de calor.

La ley de Joule establece que la potencia P o rapidez con que se disipa la energía eléctrica en forma de calor en el resistor esta dado por $P = dW/dt = VI$, siendo V la caída de potencial en la resistencia, I la corriente que circula por ella. La energía eléctrica cedida durante el tiempo t es:

$$W = \int P dt = VI(t_f - t_i) \quad \text{Ec. 2.12}$$

Este efecto también fue definido de la siguiente manera: “La cantidad de energía calorífica producida por una corriente eléctrica, depende directamente del cuadrado de la intensidad de la corriente, del tiempo que ésta circula por el conductor y de la resistencia que opone el mismo al paso de la corriente”. Matemáticamente se expresa como:

$$Q = I^2 \cdot R \cdot t \quad \text{Ec. 2.13}$$

Microscópicamente el efecto Joule se calcula a través de la integral de volumen del campo eléctrico E por la densidad de corriente J :

$$P = \iiint_V \vec{J} \cdot \vec{E} dV \quad \text{Ec. 2.14}$$

La resistencia es el componente que transforma la energía eléctrica en energía calorífica, (por ejemplo un hornillo eléctrico, una estufa eléctrica, una plancha, etc.).

Mediante la ley de Joule podemos determinar la cantidad de calor que es capaz de entregar una resistencia, esta cantidad de calor dependerá de la intensidad de corriente que por ella circule, del valor de la resistencia eléctrica y de la cantidad de tiempo que esté conectada, luego podemos enunciar la ley de Joule diciendo que la cantidad de calor desprendido por una resistencia es directamente proporcional al cuadrado de la intensidad de corriente al valor la resistencia y al tiempo.

CAPITULO 3

EFFECTO DE LA DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE GRANO E IMPUREZAS EN LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN POLVOS DE MgO A ALTA TEMPERATURA

3.1. Introducción

Óxido del magnesio, o magnesia, es un sólido blanco mineral que ocurre naturalmente como periclase y es una fuente de magnesio. Es formado por enlace iónico entre un magnesio y un oxígeno átomo. El óxido del magnesio es hecho fácilmente quemándose la cinta del magnesio que oxida en un brillante blanco luz, dando por resultado a polvo.

También de la dolomita calcinada se produce MgO el cual es usado en agricultura con el propósito de neutralizar la acidez del abono y agregar calcio y magnesio a éste, además este tipo de MgO es usado en la industria refractaria como material de relleno.

La característica del óxido de magnesio en polvo es su pobre conductividad eléctrica y buena conductividad térmica a altas temperaturas (200 °C a 1000 °C).

En cada aplicación industrial el MgO en polvo requiere características específicas, los parámetros críticos son: tamaño de partícula, densidad, actividad y pureza química.

En particular, para el caso de las propiedades termofísicas a temperaturas domésticas e industriales, los valores reportados son escasos, enfocados a una variedad de los materiales más comunes, y muy raros para materiales con características específicas como tamaño de grano, composición, pureza, etc. [1]

En el estudio de tanto teórico como experimental, los reportes existentes de conductividad térmica de algunos materiales en forma de polvo [1-7], hay gran diversidad de otros materiales para los cuales la información es muy escasa, y más aun el efecto de la temperatura y la distribución del tamaño de grano en este parámetro [8]

En cada Aplicación industrial el MgO en polvo requiere características específicas, los parámetros críticos son: Tamaño de partícula, densidad, actividad y pureza química [9].

3.2. Procedimiento Experimental

Muestras

Las muestras proceden de la marca comercial Muscle Should Minerals Inc. utilizadas para dispositivos disipadores de calor. Se procedió a separar muestras con diferentes tamaños de grano mediante el método de tamizado utilizando tamices de la marca U.S. Standar Sieve. En la Tabla 1 se muestran las muestras obtenidas para cada rango de tamizado. Posteriormente se llevaron al Microscopio Electrónico de Barrido para obtener un análisis de EDS-SEM

Tabla 3.1

Tamizado de Muestras de MgO					
Tipo de Muestra	Tamaño μm	Peso gr	Tipo de Muestra	Tamaño μm	Peso Gr
L01-(070)	>211	353.5	L04-(070)	>211	289.5
L01-(070-140)	104-211	143.2	L04-(070-140)	104-211	214.4
L01-(140-200)	74-104	106.5	L04-(140-200)	74-104	180.7
L01-(200-300)	53-74	135.4	L04-(200-300)	53-74	146.3
L01-(300-325)	43-53	85.4	L04-(300-325)	43-53	96.4



Fig. 3.1. Tamices marca U.S. Estándar Sieve

Preparación de muestras para medición

Mediante la norma ASTM D2772-90 se realizó el llenado de los tubos de incoloy 800 (longitud: 155 mm, diámetro: 11 mm) de forma vertical, previo taponeado de el extremo inferior con tapón cerámico con ayuda de una pasta térmica cerámica. El llenado tomo alrededor de 15 minutos esto con ayuda de un vibrador para que al ser introducida la muestra pueda compactarse y así reducir los espacios vacíos presentes en la celda.

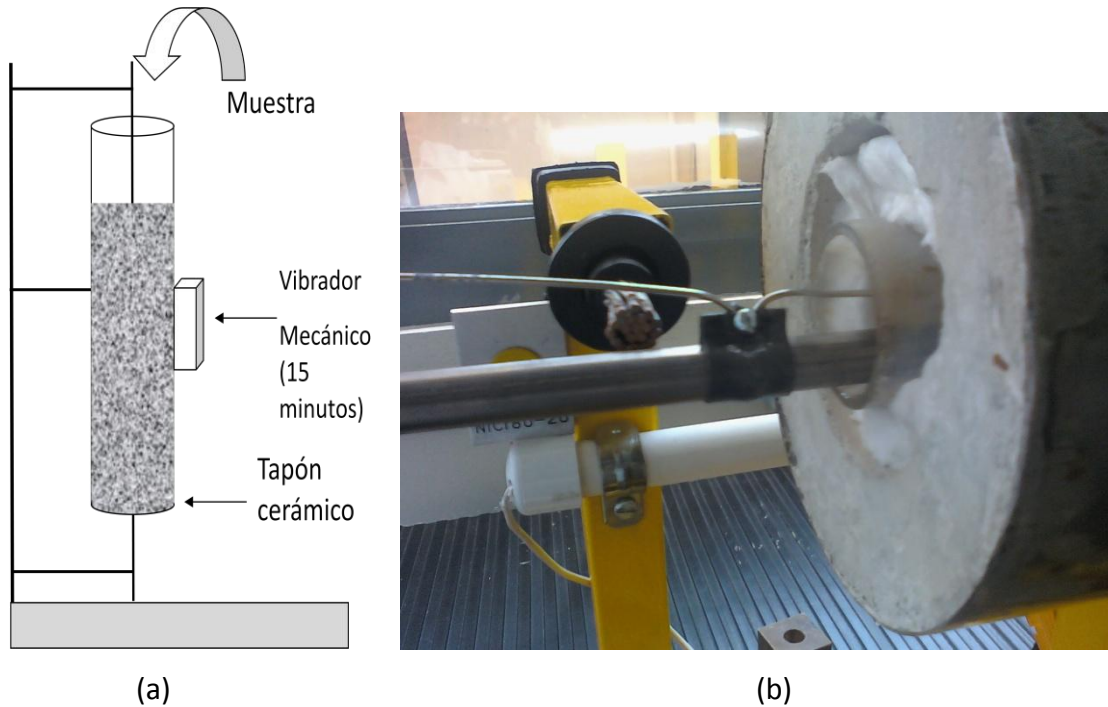


Figura 3.2. (a) colocado de muestra en celda de incoloy. (b) Colocado de celda en la mufla.

Modelo teórico

Aplicando coordenadas cilíndricas en la configuración que se muestra en la figura 1, el flujo a través de un elemento de área dA de la superficie cilíndrica en la dirección radial está dada por [11]:

$$dQ = -2\pi LK \frac{dT}{dr} \quad (A)$$

Donde L es la longitud del cilindro de radio r , y K es la conductividad térmica del medio a la temperatura T .

Las mediciones de K se realizan en condiciones estacionarias además consideraremos que para cada medición el rango de variación de T es limitado, de esta manera consideramos

que la conductividad térmica K varía linealmente con respecto a la temperatura T de acuerdo a [12]:

$$k = k_a + \beta(T - T_a) \quad (B)$$

Donde K_a = es la conductividad térmica a una temperatura de referencia T_a y β es una constante de proporcionalidad.

Tomando las ecuaciones (A) y (B) después de in integrar se obtiene:

$$QLn[d / d_1] = 2\pi L [T_1 - T] \{K_a + \beta[(T_1 + T)/2 - T_a]\} \quad (3)$$

La expresión entre llaves representa la conductividad térmica K_m a la temperatura promedio $(T_1+T)/2$. Tomando en cuenta que la potencia promedio suministrada por la fuente a la resistencia se disipa como calor por efecto joule, entonces el flujo de calor Q puede ser considerado como la potencia promedio, que para el caso de corriente alterna esta dado por:

$$Q = \bar{P} = VI / 2 \quad (4)$$

Donde I y V corresponden a la intensidad de corriente y al voltaje medidos experimentalmente, respectivamente. Sustituyendo (4) en (3) y ordenando, se obtiene:

$$K_m = \frac{VILn[d / d_1]}{4\pi L(T_1 - T)} \quad (5)$$

En el cálculo de la conductividad térmica se presentan errores debido a efectos de borde en el cascarón cilíndrico, estos pueden ser despreciados si $L/d > 12$, y es aproximadamente un 5% si $L/d > 4$. En base a lo mencionado, utilizamos una longitud del tubo cilíndrico de 155 mm con un diámetro interno de 11 mm teniendo una relación L/d de 14.1. El diámetro de la resistencia es de 4 mm con una longitud de 565 mm y se dispuso de

termopares tipo k para los registros de temperaturas tanto en la superficie del incoloy 800 como en la resistencia de NiCr 80-20.

Esquema experimental

En la figura 2 se muestra el sistema de medición utilizado en base a la técnica de flujo de calor radial según la norma ASTM2858-90.

Este sistema consta de un varilla de calentamiento de NiCr (longitud: 496 mm , diámetro 4 mm.) colocada en forma horizontal y centrada en el interior del tubo de incoloy 800 el cual a su vez se encuentra en el interior de un cilindro de material aislante térmico (longitud: 400 mm, diámetro: 150 mm) para asegurar que las mediciones se realizan en condiciones aproximadamente estacionarias y a su vez proteger el sistema, los extremos de la varilla de NiCr están sujetos con gruesos y seguros bornes de Cu los cuales incluyen entradas para sujetar los cables del No. 4 (4 mm^2) para alta corriente.

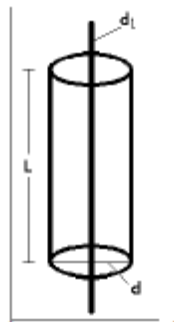


Figura 3.3 Configuración de cilindros concéntricos, usada en el modelo teórico, d_1 diámetro de la resistencia y L longitud del tubo.

Colocamos termopares tipo K en la superficie del incoloy 800 y en la superficie de la resistencia NiCr los cuales están ubicados en la parte central del sistema, estos termopares están conectados a un termómetro el cual registra las temperaturas.

Mediante un reóstato empezamos a variar el paso de corriente el cual fluye por la resistencia de NiCr 80-20 esta irradia calor a través de la muestra llegando al tubo hueco de incoloy 800 por efecto Joule.

Una vez alcanzada la temperatura aproximada de 860 °C tomamos el tiempo para que se estabilice y empezamos a bajar el paso de corriente para disminuir la temperatura y estabilizándola en intervalos de 50°C, medimos ambas temperaturas en la resistencia y en el incoloy y con ayuda de un amperímetro de Gancho y un voltímetro tomamos el valor de la corriente y de la diferencia de potencial respectivamente.

Cabe recalcar que la operación del sistema desde su puesta en marcha hasta finalizar todas las lecturas se llevo a cabo en un tiempo aproximado de 15 hrs.

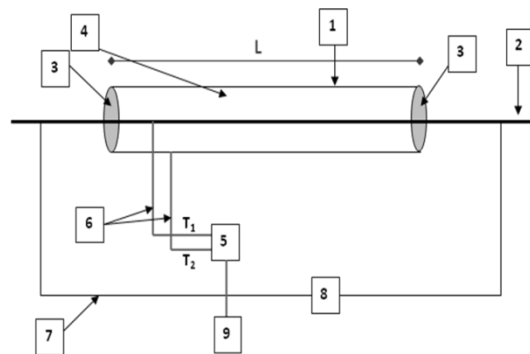


Figura 3.4. 1.Tubo hueco (incoloy 800), 2. Varilla resistiva (NiCr 80-20), 3. Tapones cerámicos, 4. Muestra, 5. Termómetro, 6.Termopares tipo K, 7. Conductor, 8.Fuente variable (7V-300amp), 9.PC

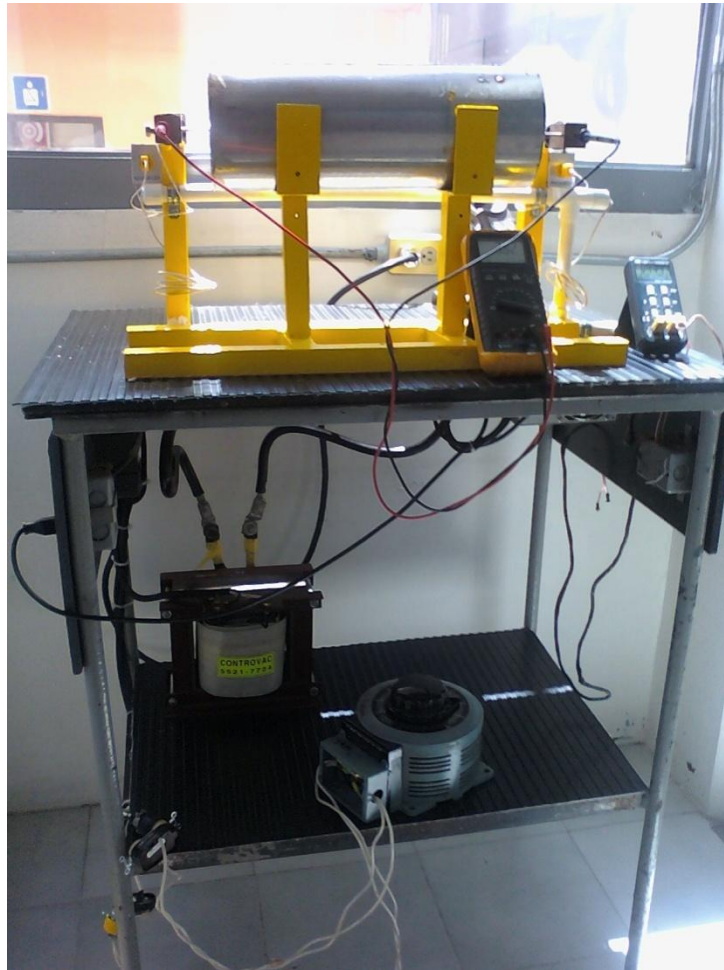


Figura 3.5. Sistema de Flujo de Calor Radial
ASTM 2858-70(90)

Procedemos a tomar los datos manualmente la cual registramos valores de voltaje V y a medir corriente I que son suministrados a la resistencia por la fuente, las cuales fueron medidas con el amperímetro digital de gancho (PROAM-MUL-100) y el voltímetro digital (PROAM-MUL-280) respectivamente.

Este proceso se realizó repetidamente haciendo un barrido de mayor a menor temperatura, una vez terminado el proceso anterior, usando un vernier tipo "CM" se miden los diámetros tanto del tubo cilíndrico (d), como de la resistencia de NiCr (d_1) y la longitud L del tubo cilíndrico ocupada por la muestra con una regla.

Esquema de la conexión Eléctrica del Sistema de Flujo de Calor Radial

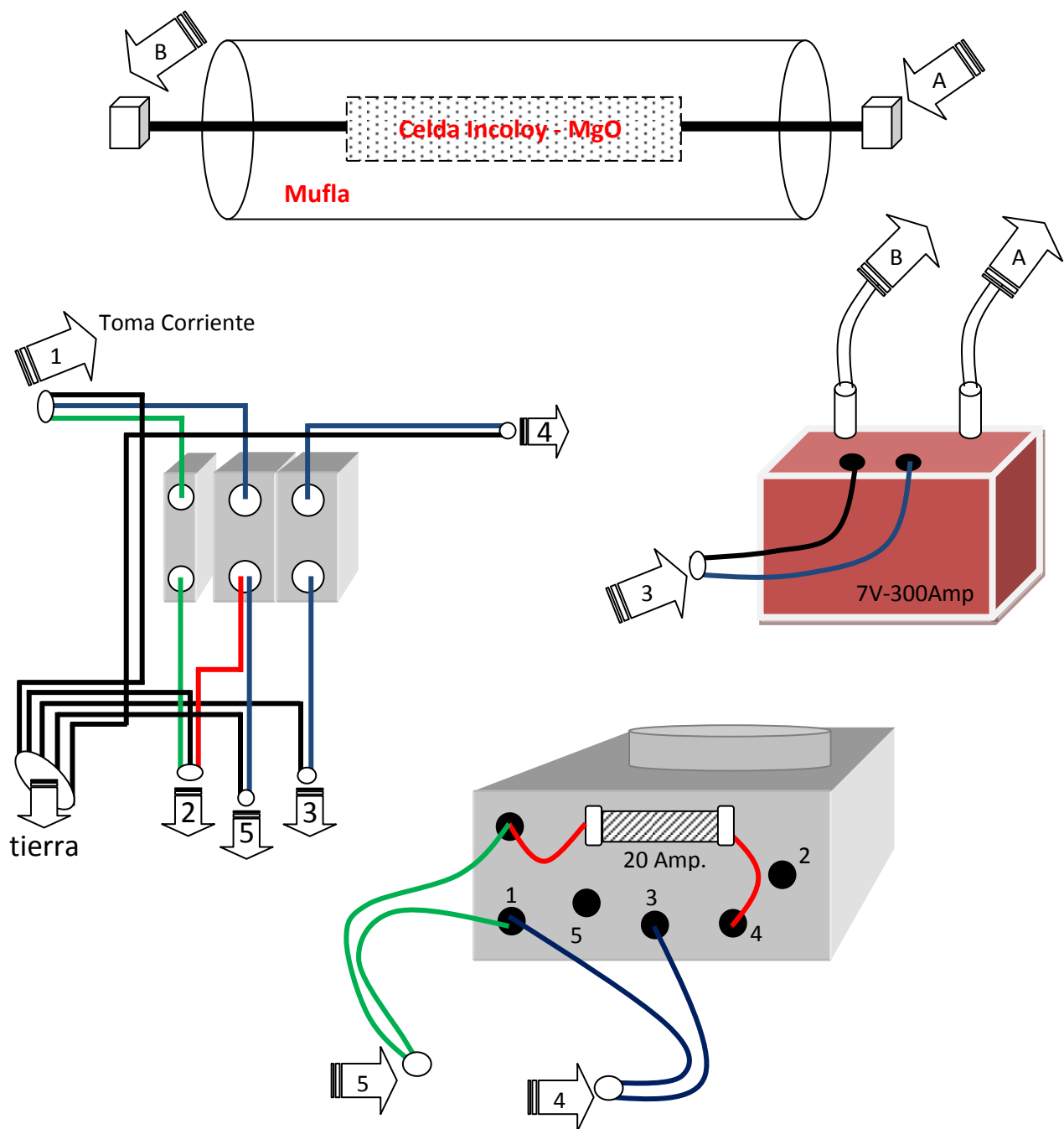


Figura 3.6. Esquema de Conexión del SFCR. a) Mufila y Muestra (NiCr-Incoloy), b) Reostato, c) Cuadros de distribución) elevador de corriente (7V-300Amp)

3.3. Resultados

Las mediciones realizadas en las pruebas de conductividad térmica en polvos de óxido de magnesio en el sistema de flujo de calor radial fueron tomadas en condiciones estacionarias como indica el modelo. Se realizaron mediciones de muestras con diferente tamaño de partícula, diferente composición y pureza química que se aprecia mediante EDS-SEM y DRX.

En EDS-SEM se tienen dos tipos de muestras con características químicas distintas donde se muestran las impurezas presentes en cada una de ellas. Las muestras se muestran en la siguiente tabla con sus respectivos tamaños de grano.

Con respecto a las muestras L01 tienen pocas impurezas y en cantidades menores al 2% de porcentaje en peso exceptuando el carbono ya que este tiene presencia en peso no superando el 13%, no ocurre lo mismo con las muestras L04 que presentan impurezas apreciables, lo que influirá en el comportamiento térmico del material.

Tabla. 3.2. Análisis Cuantitativo de fases para las muestras L01, Porcentaje en peso, usando EDS-SEM

Muestra L01	Tamaño (μm)	O	Mg	Ca	Si	C
L01-070	>211	41.05	44.83	0.86	0.46	12.81
L01-070/140	104-211	41.69	49.74	0.74	0.41	7.42
L01-200/300	53-74	41.46	45.72	0.53	0.27	12.02
L01-300/325	43-53	41.55	47.86	0.80	0.87	7.42

Tabla. 3.3. Análisis Cuantitativo de fases para las muestras L04,
Porcentaje en peso, usando EDS-SEM

Muestra L04	Tamaño (μm)	O	Mg	Al	Ca	Si	Cu	Pt	Zn	Zr	C
L04-140/170		42.67	34.90	0.32	0.50	3.39	-	-	-	9.34	8.87
L04-170/200	104-53	42.22	42.26	0.22	0.64	1.30	-	-	-	3.16	10.10
L04-200/300	53-74	39.01	43.31	0.82	0.56	1.43	0.78	2.95	0.82	-	10.33
L04-300/325	43-53	39.28	46.68	0.56	0.64	1.11	0.87	1.92	0.70	-	10.16

Difracción de Rayos X

Una vez realizado el EDS-SEM se procedió a hacer un análisis en el Difractómetro de RX para poder determinar los compuestos y las fases presentes en el material. La determinación en muestras L01 no fueron tan complejas ya que se trataba del MgO con una fase cristalina, en las muestras L04 fue más complejo determinar los compuestos ya que en primer lugar se trataba de MgO pero en el análisis se observaba un corrimiento muy ligero en la fase del MgO, esto debido a que el Zr (zircón) interactuó junto con el oxígeno formando ZrO (óxido de zirconio) que se puede apreciar en los difractogramas correspondientes a estas muestras. Cabe recalcar que el material fue adquirido y no se realizó la sinterización, esto análisis de DRX se realizó antes y después de haber realizado las pruebas en el sistema de flujo de calor radial para determinar la conductividad térmica del MgO con respecto a su distribución de tamaño de partícula.

También se observa que la fase con respecto al incremento temperatura realizado con el sistema de flujo de calor radial no hizo ningún cambio en la fase original del material, ya que se alcanzaron temperaturas de 860 grados Celsius.

En el análisis de DRX es muy aconsejable contar con el análisis previo de EDS-SEM ya que el tener conocimiento de los elementos presentes en el material es de gran ayuda en la determinación de los compuestos formados en el material esto haciendo uso de las cartas de difracción que tiene el software del difractómetro.

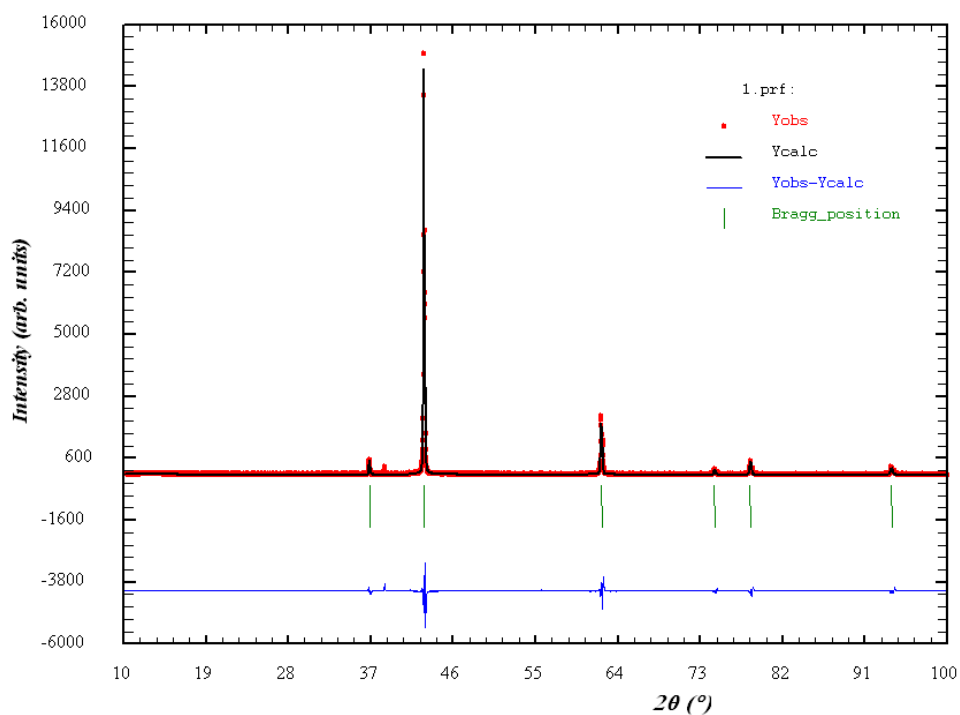


Fig.3.7. Análisis de DRX de la muestra L01 antes de las mediciones del SFCR

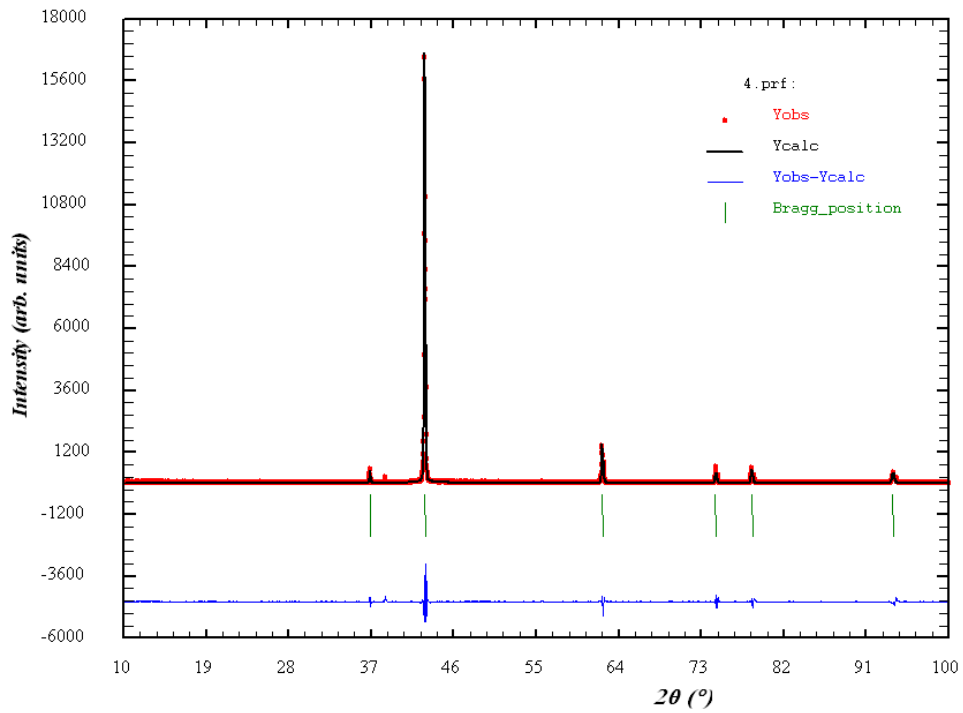


Fig.3.8 Análisis de DRX de la muestra L01 Después de las mediciones del SFCR

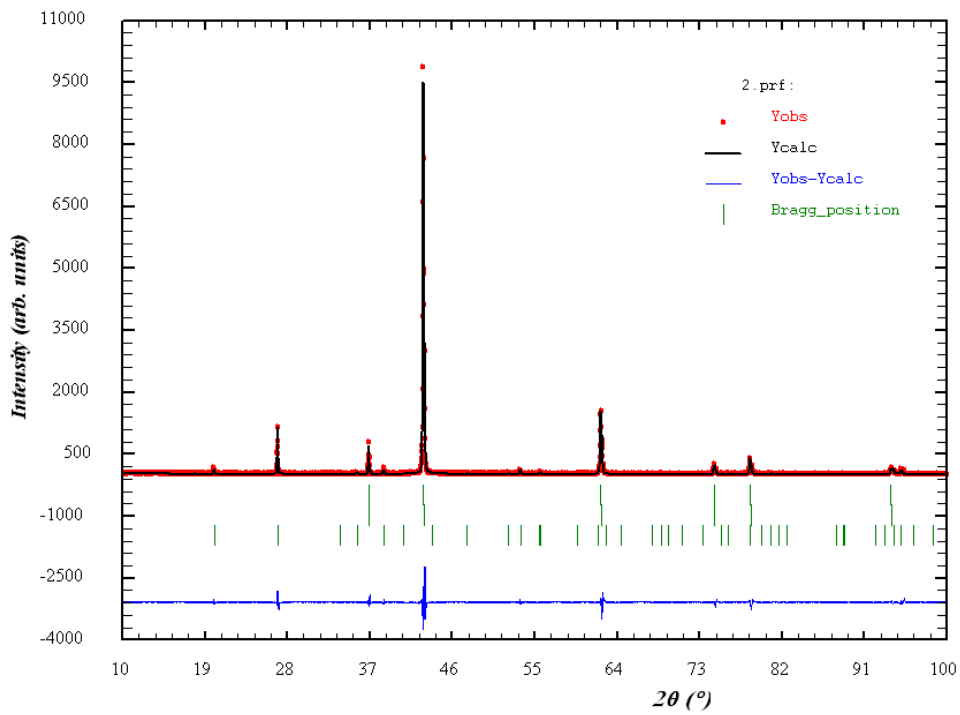


Fig.3.9. Análisis de DRX de la muestra L04 Antes de las mediciones del SFCR

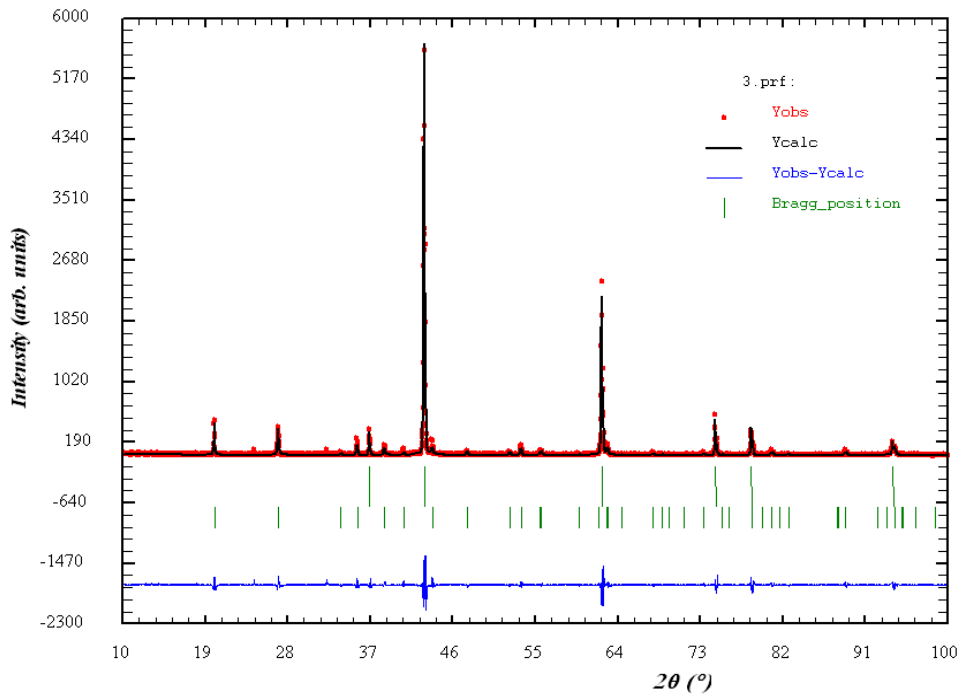


Fig.3.10. Análisis de DRX de la muestra L04 Después de las mediciones del SFCR

Posteriormente Se procedieron a medir las muestras que se indicaron en las tablas 3.2 y 3.3 haciendo el barrido de temperatura de mayor a menor esto para que las impurezas queden eliminadas y no alteren en la medición de la muestra.

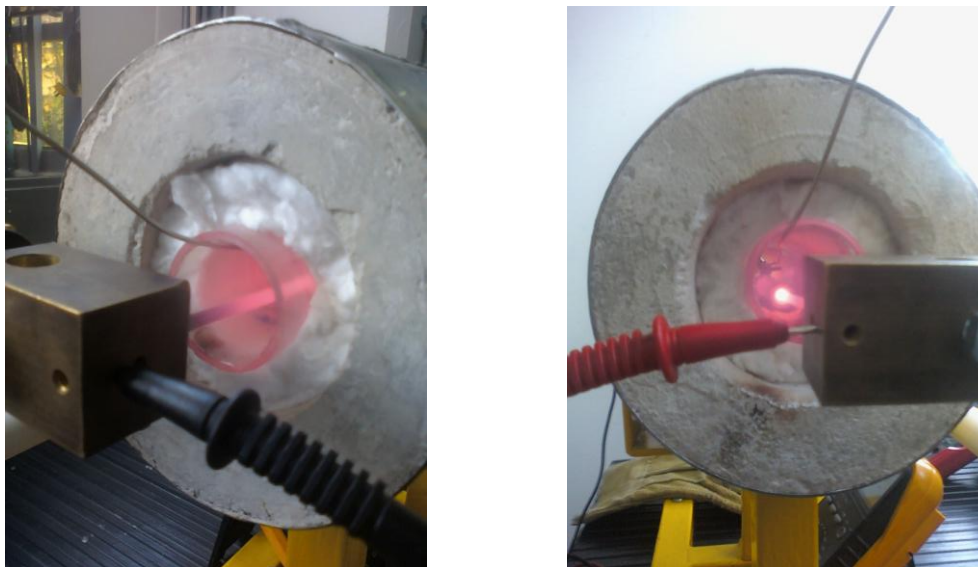


Figura 3.11. Funcionamiento del sistema.

Cuando sólidos, gases y fluidos van a ser calentados por energía eléctrica, el proceso es generalmente llevado a cabo por medio de la conducción. Sólo es posible transmitir calor rápidamente por conducción si el productor de calor (resistencia) está en contacto directo con el receptor del calor (cualquier sólido, gas o fluido).

Cuando el calentamiento es llevado a cabo las moléculas se expanden y se mueven más rápido, produciendo una distribución de calor hacia la parte más fría hasta que sus temperaturas aumenten. Si en el caso de que la resistencia no está en contacto directo con la resistencia, entonces la transmisión de calor por conducción no ocurrirá. Las moléculas de aire no pueden transmitir la energía calorífica requerida para calentar el molde y el calor no será distribuido.

Las propiedades del resistor de Ni-Cr 80/20 son las indicadas en la tabla siguiente.

Tabla 3.4. Propiedades NiCr 80/20

Peso específico	8.3	Composición	Ni 80 Cr 20
Conductividad térmica 20°C	0.35-0.0031	Densidad g/cm ³	835
Calor específico a 20 °C	11.3 Wm ⁻¹ °C ⁻¹	Expansión térmica	14x10 ⁻⁶ °C ⁻¹
Punto de fusión	1400 °C	Resistividad	1.0x10 ⁻⁶ a 1.5x10 ⁻⁶ Ωm
Temperatura máxima de trabajo continuo	1200 °C	eléctrica temperatura ambiente	

Con respecto al Incoloy 800, 800H y 800HT son de Niquel-cromo aleaciones hierro con una buena resistencia a la oxidación y carburización en la exposición a altas temperaturas.

Estas aleaciones de acero níquel son idénticos salvo por el mayor nivel de carbono en 800H de aleación, y la adición de hasta un 1.20 porciento de aluminio y titanio en aleación 800HT. Incoloy 800 fue la primera de estas aleaciones, y se modifico ligeramente en incoloy 800H. Esta modificación fue el control de carbono (0.05-0.10%) y tamaño de grano para optimizarlas propiedades de ruptura por tensión. Incoloy 800HT tiene más

modificaciones para el titanio combinados y los niveles de aluminio (0.85-1.20%) para asegurar óptimas propiedades a altas temperaturas. Incoloy 800 se utiliza principalmente en aplicaciones con temperaturas de hasta 1100°F en donde las aleaciones 800H y 800HT se utilizan normalmente en temperaturas por encima de 1100°F, donde la resistencia a la fluencia y ruptura es necesaria. A continuación se mostrara la composición química de estas aleaciones.

Tabla 3.5 Aleación 800 (UNS N08800) Composición Química,%

Ni	Fe	Cr	Cu	Ti	Al	C	Minnesota	S	Si
30.0-35.0	39.5 min	19.0-23.0	0.75 max	.15 -.60	.15 -.60	0.1 max	1.5 max	0.015 max	1.0 max

Tabla 3.6 Aleación 800H (UNS N08810) Composición Química,%

Ni	Fe	Cr	Cu	Ti	Al	C	Minnesota	S	Si
30.0-35.0	39.5 min	19.0-23.0	0.75 max	.15 -.60	.15 -.60	.05 -.10 max	1.5 max	0.015 max	1.0 max

Tabla 3.7 Aleación 800HT (UNS N08811) Composición Química,%

Ni	Fe	Cr	Cu	Ti	Al	C	Minnesota	S	Si
30.0-35.0	39.5 min	19.0-23.0	0.75 max	.25 -.60	0.85-1.20	.06 -.10 max	1.5 max	0.015 max	1.0 max

* Tenga en cuenta que la composición química del Incoloy 800HT siempre estará dentro de los límites del Incoloy 800H.

* Tenga en cuenta los límites de Incoloy 800H puede o no estar dentro de los límites del Incoloy 800HT.

Las aplicaciones del Incoloy 800H/HT son muy diversas donde estas aplicaciones implican exposición a la corrosión a altas temperaturas:

- Hidrocarburos grietas
- Válvulas, accesorios y otros componentes expuestos a ataques corrosivos de 1100-1800 ° F
- Hornos industriales
- Tratamiento térmico de equipos
- Procesos químicos y petroquímicos
- Super-calentador y recalentadores en plantas de energía
- Recipientes a presión
- Intercambiadores de calor

Los termopares son dispositivos para la medición de temperatura, basado en efectos termoeléctricos. Es un circuito formado por dos conductores de metales diferentes o aleaciones de metales diferentes, unidos en sus extremos y entre cuyas uniones existe una diferencia de temperatura, que origina una fuerza electromotriz efecto Seebeck. La fuerza electromotriz generada por el termopar está en función de la diferencia de temperatura entre la unión fría y caliente, pero más específicamente, ésta es generada como un resultado de los gradientes de temperatura los cuales existen a lo largo de la longitud de los conductores. Con el tiempo y el uso, la degradación del termopar es inevitable, por lo que un esquema de calibración inicial, verificaciones regulares y reemplazo eventual, debe ser establecido. Si por razones prácticas la longitud de los termopares se incrementa, ésta será hecha por el empleo de la extensión correcta. El cable de extensión consiste de conductores hechos nominalmente del mismo material de los conductores del termopar. Con el fin de dar un mayor tiempo de vida al termopar, su alcance de medición debe respetarse, éste depende del grosor de los alambres (calibre AWG). En nuestro caso el tipo de termopar empleado es del tipo K con características mostradas en la siguiente tabla.

Tabla 3.8 Tipos de termopares

Tipo	Alcance Temperatura °C	Materiales y Aleaciones (+) Vs. (-)
Metal – Base		
E	-270 a 1000	Níquel – Cromo Vs. Cobre – Níquel
J	-210 a 1200	Hierro Vs. Cobre - Níquel
T	-270 a 400	Cobre Vs. Cobre – Níquel
K	-270 a 1372	Níquel – Cromo Vs. Níquel – Aluminio
N	-270 a 1300	Níquel – Cromo – Silicio Vs. Níquel – Silicio- Magnesio
Metal – Noble		
R	-50 a 1768	Platino – 13% rodio Vs. Platino
S	-50 a 1768	Platino – 10% rodio Vs. Platino
B	0 a 1820	Platino – 30% rodio Vs. Platino – 6%rodio

Para considerar también existen otros tipos de termopares que podrían ayudar en la implementación y lectura de la temperatura, están fabricados con brazos sin aleación, con el fin de eliminar los efectos de inestabilidad y gradientes de temperatura debidos a cambios no uniformes en la composición de la aleación, causados por la exposición a altas temperaturas. Algunos de estos termopares son: El termopar de “platino – oro” que tiene magníficas características termoeléctricas, gran estabilidad, exactitud y alta reproducibilidad. Así como el termopar de “platino - paladio” con gran estabilidad. Los termopares de “tungsteno – renio” y aleaciones con otros materiales como: molibdeno, indio y rodio, han mostrado un buen desempeño a temperaturas tan altas como 2750 °C y pueden ser utilizados, por cortos periodos a 3000 °C en atmósferas no oxidantes, algunos han sido como termopares: A, B, C, D, G y W.

3.4. Conclusiones

En el funcionamiento del Sistema de Flujo de Calor se muestran las curvas de conductividad térmica K versus la temperatura tomada de la resistencia NiCr 80-20 a diferentes tamaños de partícula y composición química, tomadas en forma estacionaria.

En los dos grupos de muestras se observan una diferencia apreciable en la pendiente de conductividad térmica K con la temperatura de la resistencia T , producto de las impurezas presentes en dichas muestras.

Figura 3.12 Conductividad Térmica vs Temperatura
Muestra L04

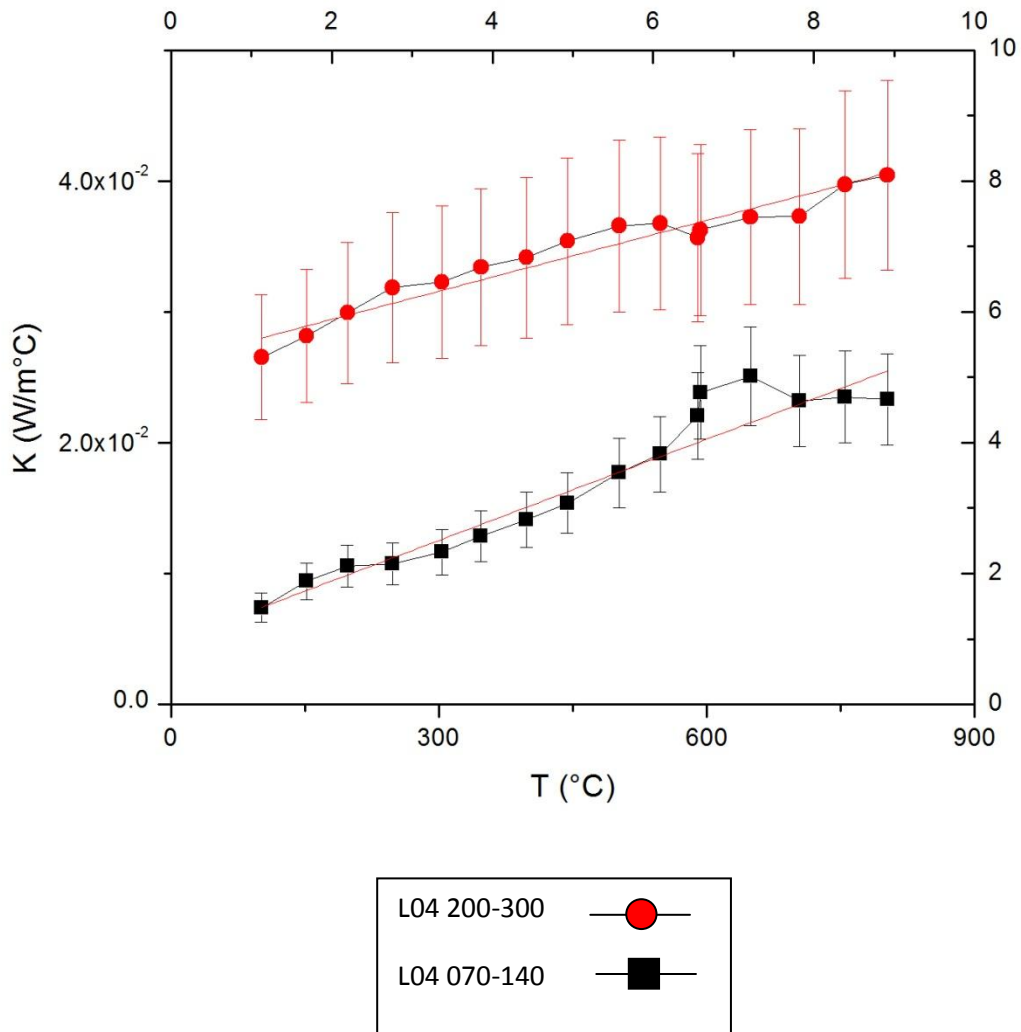


Tabla 3.9 Conductividades térmicas de la Muestra L04 070-140 con respecto a T.

T [°C]	101.1 ± 1.3	150.2 ± 2.1	200.6 ± 3.1	251.3 ± 3.2	299.2 ± 2.2	353.7 ± 2.3
x10 ⁻³ [W/m °C]	7.4 ± 1.1	9.4 ± 1.4	10.6 ± 1.6	10.7 ± 1.6	11.6 ± 1.8	12.9 ± 1.9
T [°C]	400.6 ± 2.3	450.7 ± 2.0	506.3 ± 1.5	553.2 ± 1.6	598.9 ± 2.2	650.6 ± 2.2
x10 ⁻³ [W/m °C]	14.1 ± 2.1	15.4 ± 2.3	17.7 ± 2.7	19.1 ± 2.9	22.1 ± 3.3	23.8 ± 3.6
T [°C]	698.2 ± 3.0	753.7 ± 3.4	800.7 ± 3.6	835.3 ± 3.9		
x10 ⁻³ [W/m °C]	25.2 ± 3.8	23.2 ± 2.5	23.5 ± 3.5	23.3 ± 3.5		

Tabla 3.10 Conductividades térmicas de la Muestra L04 200-300 con respecto a T.

T [°C]	101.3 ± 1.1	151.8 ± 2.1	197.8 ± 3.1	248.3 ± 3.2	303.4 ± 2.2	347.2 ± 2.3
x10 ⁻³ [W/m °C]	26.5 ± 4.7	28.2 ± 5.1	29.9 ± 5.4	31.9 ± 5.7	32.3 ± 5.8	33.4 ± 6.0
T [°C]	398.1 ± 2.3	444 ± 2.0	502 ± 2	548 ± 3	593 ± 3	649 ± 3
x10 ⁻³ [W/m °C]	34.1 ± 6.2	35.4 ± 6.4	36.6 ± 6.6	36.8 ± 6.6	36.2 ± 6.5	37.2 ± 6.7
T [°C]	704 ± 4	755 ± 4	802.5 ± 3.6			
x10 ⁻³ [W/m °C]	37.3 ± 6.7	39.7 ± 7.2	40.4 ± 7.3			

Tabla 3.11 Conductividades térmicas de la Muestra L01 300-325 con respecto a T.

T [°C]	102.1 ± 1.1	157.3 ± 2.1	202.8 ± 3.1	249.2 ± 3.2	287.2 ± 2.2	340.3 ± 2.3
x10 ⁻³ [W/m °C]	25.8 ± 4.6	26.9 ± 4.8	29.9 ± 5.4	31.9 ± 5.7	33.1 ± 5.9	34.2 ± 6.2
T [°C]	401.4 ± 2.3	447 ± 2.0	498.4 ± 2.3	554.8 ± 3	596.1 ± 3.1	649 ± 3
x10 ⁻³ [W/m °C]	35.3 ± 6.4	36.3 ± 6.5	40.8 ± 7.4	43.7 ± 7.9	44.1 ± 7.9	44.8 ± 8.1
T [°C]	704.2 ± 3.5	756.1 ± 4.2	807 ± 4	857.9 ± 4.1		
x10 ⁻³ [W/m °C]	46.7 ± 8.4	47.7 ± 8.6	49.2 ± 8.8	50.9 ± 9.2		

Tabla 3.12 Conductividades térmicas de la Muestra L01 140-200 con respecto a T.

T [°C]	103.1 ± 1.1	151.2 ± 2.1	201.5 ± 3.1	250.2 ± 3.2	303.3 ± 2.2	348.8 ± 2.3
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	8.5 ± 1.5	9.4 ± 1.7	10.4 ± 1.9	10.4 ± 1.9	11 ± 2	12 ± 2
T [°C]	410 ± 2	460.1 ± 2.0	506.1 ± 2.4	548.8 ± 3.2	595.5 ± 3.4	641.6 ± 3.3
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	12.5 ± 2.2	12.9 ± 2.3	13.6 ± 2.5	14 ± 3	14.6 ± 2.6	15.2 ± 2.7
T [°C]	699.5 ± 3.5	751 ± 4	804.5 ± 4.1	848.5 ± 4.1	898.4 ± 5.5	
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	15.1 ± 2.7	15.8 ± 2.9	16 ± 3	17.1 ± 3.1	18.4 ± 3.3	

Figura 3.13 Conductividad Térmica vs Temperatura
Muestra L01

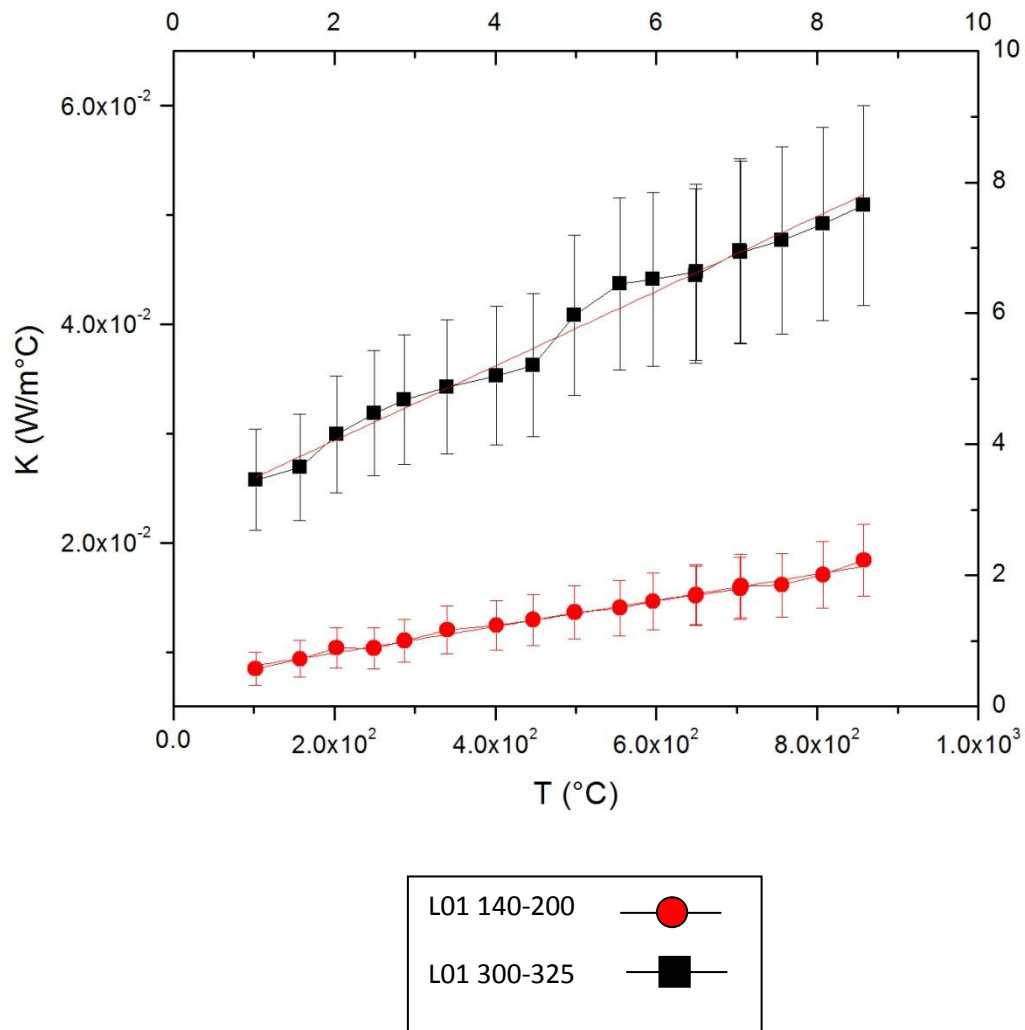


Figura 3.14 Conductividad Térmica vs Temperatura
Muestra L01

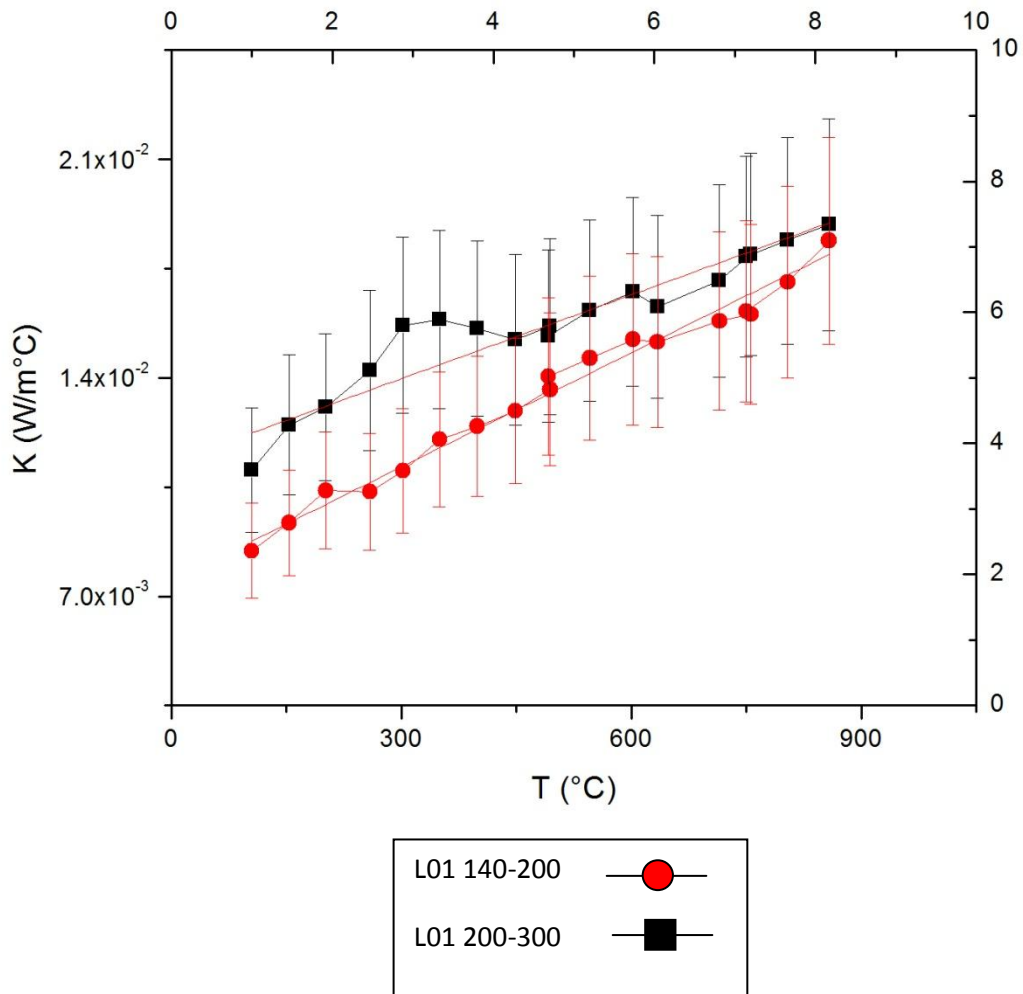


Tabla 3.13 Conductividades térmicas de la Muestra L01 200-300 con respecto a T.

T [°C]	104.8 ± 2.3	153.7 ± 3.0	201.4 ± 3.2	259 ± 3	302 ± 4	350 ± 4
x10 ⁻³ [W/m °C]	11.1 ± 2.0	12.5 ± 2.3	13.1 ± 2.4	14.2 ± 2.6	15.7 ± 2.8	15.9 ± 2.9
T [°C]	399 ± 3	449 ± 4	494 ± 2.4	546 ± 3.8	602 ± 3	634 ± 3
x10 ⁻³ [W/m °C]	15.6 ± 2.8	15.2 ± 2.7	15.7 ± 2.8	16.2 ± 2.9	16.8 ± 3.0	16.3 ± 2.9
T [°C]	715 ± 4	756 ± 4	804 ± 5	858 ± 4		
x10 ⁻³ [W/m °C]	17.1 ± 3.1	18 ± 3	18.4 ± 3.3	18.9 ± 3.4		

Figura 3.15 Conductividad Térmica vs Temperatura
Muestra L01

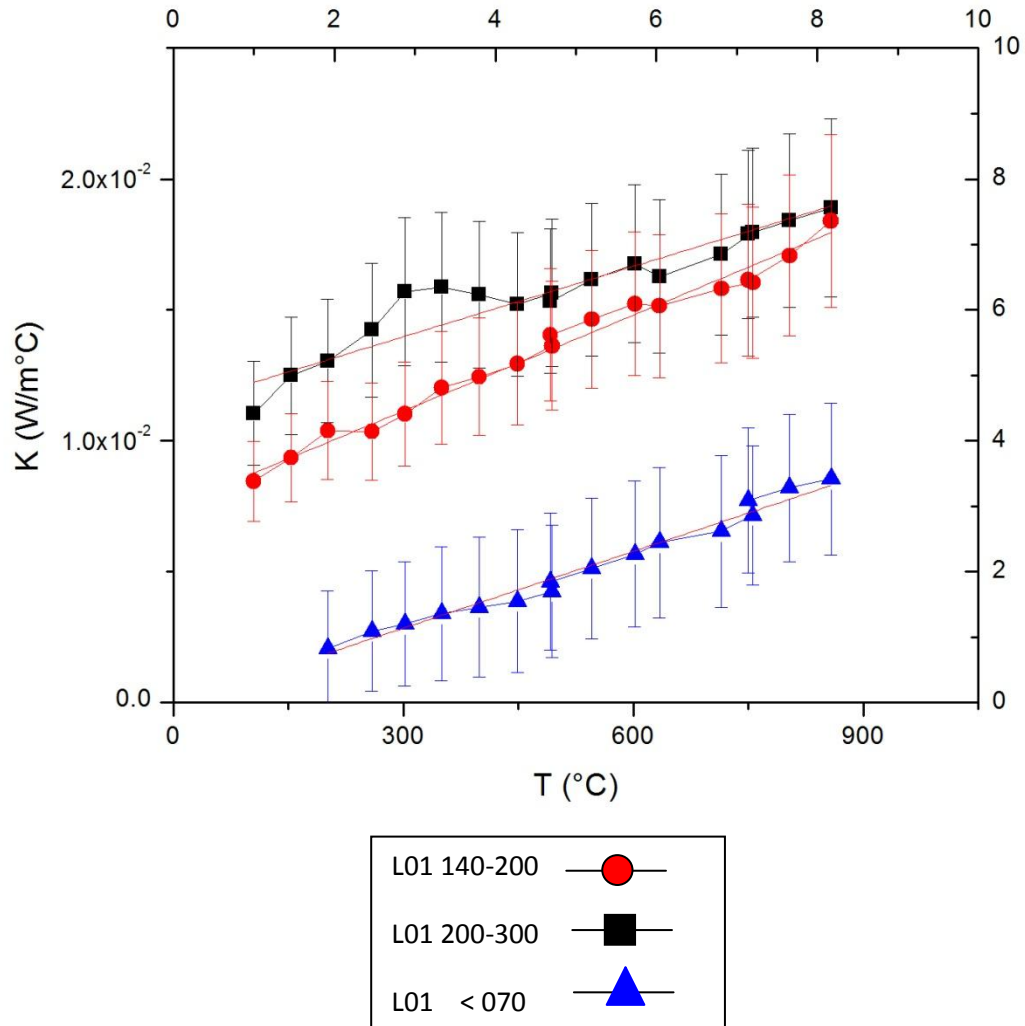
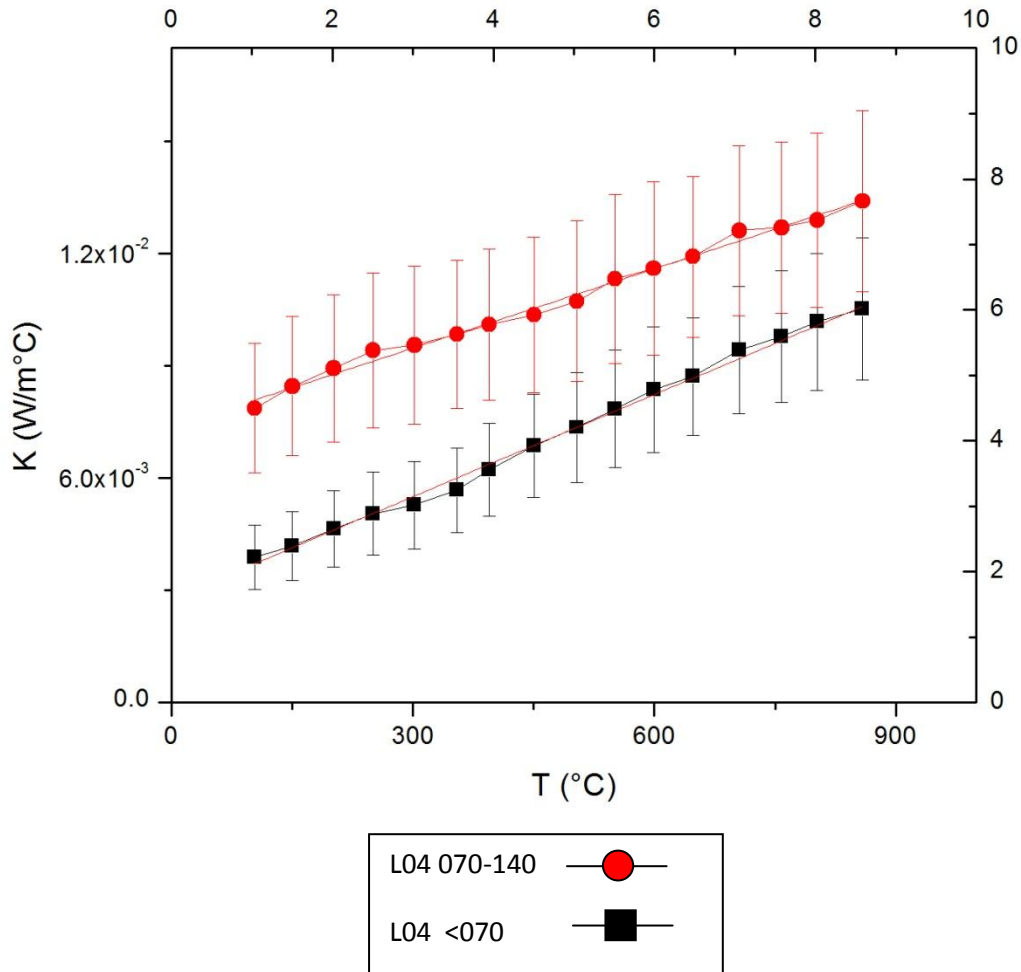


Tabla 3.14 Conductividades térmicas de la Muestra L01 <070 con respecto a T.

T [°C]	102.1 ± 2.1	152.6 ± 2.8	203.7 ± 3.1	303.6 ± 3.4	350.6 ± 4.0	401.2 ± 3.6
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	2.1 ± 2.0	2.7 ± 2.3	3 ± 2.4	3.4 ± 2.6	3.7 ± 2.7	3.9 ± 2.7
T [°C]	449.8 ± 3.4	551 ± 4	602.1 ± 3.4	650 ± 4	703.5 ± 3.5	748.1 ± 3.7
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	4.6 ± 2.6	5.7 ± 2.8	6.1 ± 2.9	6.5 ± 2.9	7.2 ± 2.7	7.7 ± 2.8
T [°C]	799.4 ± 4.4	830.5 ± 4				
$\times 10^{-3}$ [W/m °C]	8.2 ± 2.8	8.5 ± 2.9				

Figura 3.16 Conductividad Térmica vs Temperatura
Muestra L04



Como se van apreciando las graficas acompañando las tablas la conductividad térmica del polvo aislante del MgO con respecto a la temperatura tomada de la resistencia NiCr 80-20 va incrementándose siguiendo una pendiente particular dependiendo de su composición química o en su defecto las impurezas presentes en la muestra.

La pruebas realizadas en un equipo a temperatura ambiente, el Hot Disk, nos reporta unas medidas de ciertas muestras, pero el reporte se queda corto por que el sistema cuenta con un sensor y en nuestro caso necesariamente la muestra se debe encontrar compactada, caso que solo se hizo manualmente con ayuda de una pesa pero se debe

tener cierta desconfianza. Más adelante pudimos se logro obtener una pastilla la cual estaba muy bien compactada para realizar pruebas eléctricas pero también se pueden usar para pruebas térmicas.

Tabla 3.15 T = 21°C (Temperatura Ambiente) Mediciones Hot Disk.

		L01--/070	L01-070/140	L04-200/300
Potencia W = 0.05 w.	Conductividad termica(w/m°K)	0.2554	0.2655	0.2205
	Difusividad Termica(mm2/s)	0.2085	0.1728	0.1988
	Calor especifico(MJ/m3°K)	1.225	1.536	1.109
	Incremento de Temperatura(°K)	2.61	2.58	-
Potencia W = 0.1 w.	Conductividad termica(w/m°K)	0.2562	0.2608	0.2174
	Difusividad Termica(mm2/s)	0.2064	0.175	0.1989
	Calor especifico(MJ/m3°K)	1.241	1.49	1.093
	Incremento de Temperatura(°K)	5.7	5.36	6.33
Potencia W = 0.2 w.	Conductividad termica(w/m°K)	0.2502	0.2582	0.2131
	Difusividad Termica(mm2/s)	0.217	0.184	0.211
	Calor especifico(MJ/m3°K)	1.153	1.404	1.01
	Incremento de Temperatura(°K)	11.7	11.4	13.7



Figura 3.17 Sensor y porta muestra Hot disk.

No se realizó mas muestras por la limitada cantidad de material que para poder llenar el recipiente donde se realizó las pruebas.

Figura 3.18 Distribución del tamaño de Partícula vs K a diferentes A diferentes temperaturas para muestras L04

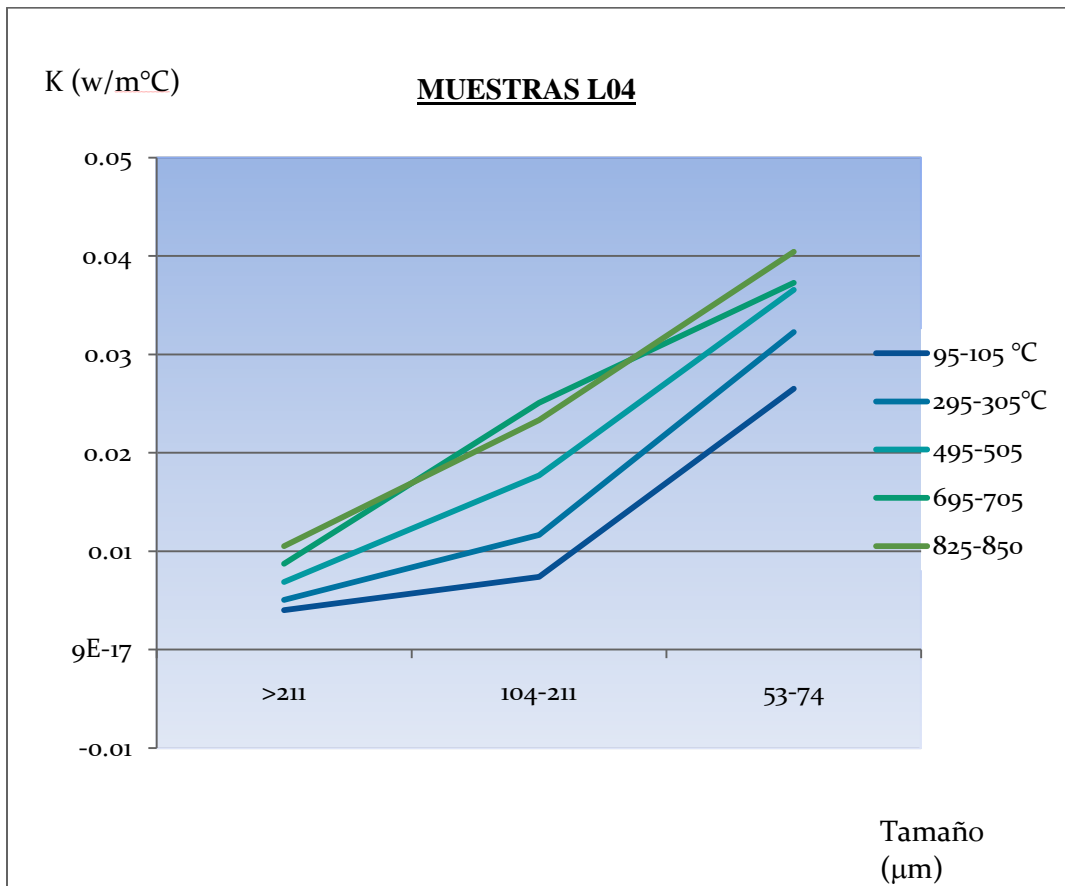
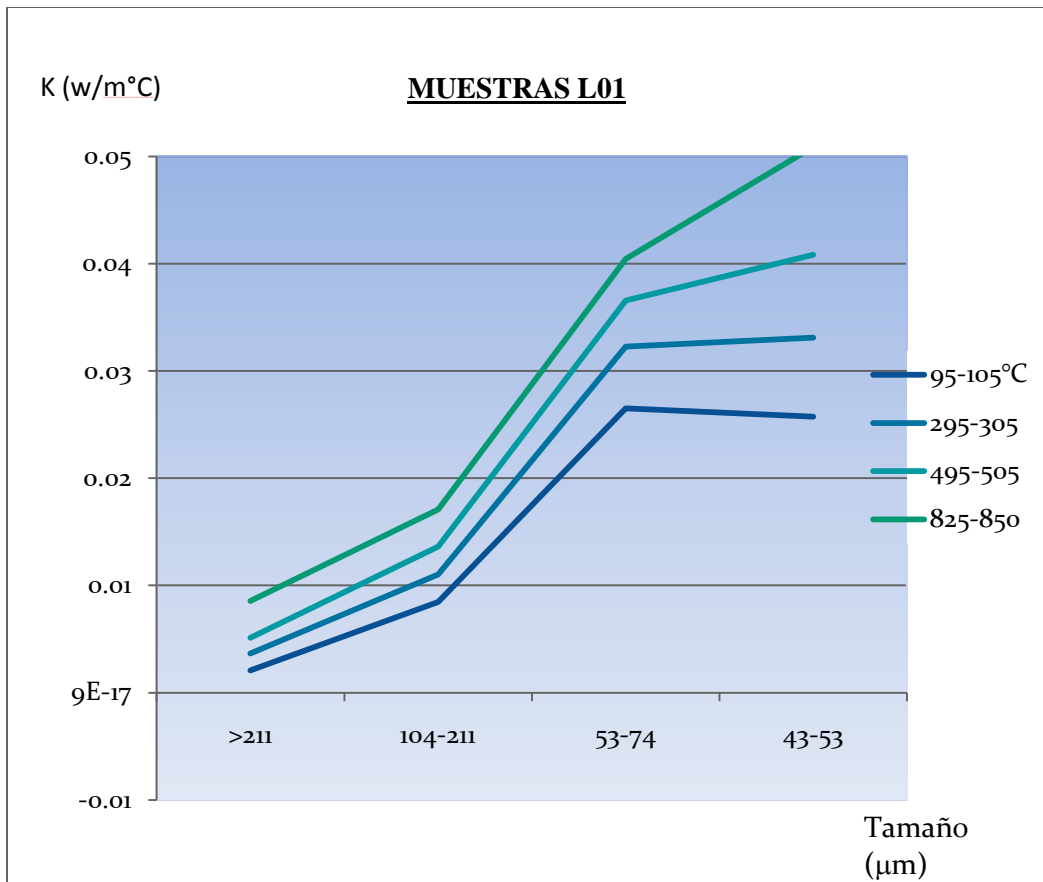


Figura 3.19 Distribución del tamaño de Partícula vs K a diferentes

A diferentes temperaturas para muestras L01



Se observa que la conductividad térmica del polvo aislante (MgO) se incrementa con respecto al aumento de temperatura y a su vez por el tamaño de partícula, el incremento es mas pronunciado para muestras con menos impurezas como se observan las pendientes en las gráficas mostradas de conductividad térmica (K) en cada material.

CAPITULO 4

CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

4.1. Conclusiones

En el análisis de DRX se utilizó un Difractómetro Brucker D8 ADVANCE, con intervalos angulares 10° - 100° con tamaños de paso de 0.025° con tiempos de paso de 2 segundos con una potencia de 40 KV – 40 mA usando estos parámetros experimentales requeridos se obtuvieron los patrones de difracción de las muestras A1, A2, B3 y B4 los cuales con el análisis de EDS-SEM se identificaron los compuestos presentes en las muestras.

Se observa que las muestras A1 y A2 presentan en su patrón de difracción del MgO el cual las impurezas que son en poca proporción no forman otro compuesto que altere dicho patrón, en las muestras B3 y B4 aparte que está presente el patrón de MgO se observa que la poca presencia de Zr en muy poca proporción y Si, formando un compuesto de $ZrSiO_4$. A su vez la presencia de Cu en las muestras hacen que el patrón de difracción del MgO se corra hacia la derecha, mostrando la presencia del compuesto Mg 95% Cu0.05% O.

De acuerdo a los resultados de DRX que se realizó a las muestras ya mencionadas, podemos observar que el cambio de pendiente en las rectas de las conductividades térmicas de dichas muestras esto debido a la presencia de impurezas detectada por EDS-SEM.

Los resultados de la TFCR muestran una notable dependencia de k con la distribución de tamaño de grano en todo el rango de T en estudio. Esta diferencia en k alcanza valores superiores al 100% para las muestras tipo L04 a $100^{\circ}C$ y decrece con T hasta el 30% a $875^{\circ}C$. Sin embargo, para las muestras tipo L01 la diferencia en k es de solo el 4% a $100^{\circ}C$ y se

incrementa con T hasta un 23% a 700 °C. Estas diferencias en Dk para las muestras tipo L01 y L04 se asocian a las distribuciones de tamaño de partícula y la composición de impurezas en las muestras.

Este sistema como se observo presenta en sus resultados más óptimos un error de aproximadamente el 20% de los reportes dados por el modelo implementado. Se debe a que el sistema es de contacto.

Se logró obtener una pastilla del polvo aislante mediante el uso de una solución de alcohol polivinílico mas agua destilada, usado como aglomerante y mediante esto poder hacer que las partículas puedan acomodarse y que las fronteras grano a grano tengan mejor contacto para poder tener una mejor respuesta en los equipos de impedancia.

4.2. Perspectivas

En el sistema de flujo de calor radial los datos proporcionados fueron tomados manualmente, lo que nos lleva a implementar dentro del sistema un dispositivo que permita realizar la lectura tanto de la diferencia de temperaturas como las de voltaje e intensidad de corriente, esto ya que, como se indico la lectura de datos tomo un tiempo aproximado de 13 hrs, desde la puesta en marcha del equipo hasta la lectura de la ultima temperatura.

Con respecto a la información proporcionada de las muestras, el haber logrado hacer una pastilla con el polvo aislante, se pueden proceder a realizar estudios tanto en propiedades térmicas como eléctricas, el error se reduciría ya que las fronteras grano a grano tienen mejor contacto y esto nos proporciona mejor respuesta por parte del material que cuando se encuentra compactado solamente acomodando los granos de manera vibracional.

En dispositivos disipadores de calor, el conocimiento de las propiedades térmicas con respecto a su distribución de tamaño de grano es de suma importancia ya que la contribución mejorará el funcionamiento del material con respecto a la función a

desempeñar. Además de las impurezas presentes nos muestran un comportamiento distinto que afectaría dicho dispositivo.

El uso de dopantes es una opción en la continuación de esta investigación, ya que con los parámetros ya establecidos podremos ir ampliando el rango de respuestas del material y a su vez darle a nuestra conveniencia propiedades que cumplan cierta característica térmica tanto para disipar o contener el calor que se le es suministrado.

REFERENCIAS

- [1] G.D. Ladiwala, K. Bala, N. S. Savena and M.P. Saksena. Preceeding of the twety-second Internationalconferenceon thermal conductivity. Vol. 22. (Edited by Timothy W. Tong. Technomic Publishing CO. INC. Pensilvania 1994).
- [2] Y. Benveniste, T. Chen, and G. J. Dvorak. J. Appl. Phys., 67, 2878-2884 (1990).
- [3] D.P.H. Hasselman and K. Y. Donaldson. Proceeding of the Twenty-second. International conference on thermal conductivity. Vol. 22. (Edited by Timothy W. Tong. Technomic Publishing CO. INC. Pensilvania 1994.
- [4] N. S. Saxena, P. R. Pradhan, Kanan Bala and M. P. Saksena. High Temperature-High Presures. 23, 421-429 (1991).
- [5] X. O. Lu, Nilson and J. Fricke, High Temperatures-High Presures. 23, 149-155 (1991).
- [6] Kanan Bala, P.R. Pradhan, N.S. Saxena and M.P. Saksena. Journal of Physics D. Applied Physics, 22, 1068-1072, (1989).
- [7] Jie Luo and Ron Stevens. J. Am. Ceram. Soc, 80, 699-704 (1997)
- [8] G. A. Slack and C. Glassbrenner, Phys. Rev. 120, 782 (1960).
- [9] Y.S. Touloukian, Thermophysical Properties of Mather. Vol. 2, Thermal Conductivity – Nonmetallic Solids, New York – IFI/Plenum (1970)
- [10] F.P. Incropera. Fundamentals of Heat and Mass Transfer, 4th ed, Jhon Wiley and Sons, 90, (1996).
- [11] H.S. Carslaw and J. C. Jeaper, Conduction of Heat in Solids. Second edition, Clarendon press-Oxford, New York, 200.

APENDICE A

TABLA DE FIGURAS

Figura 1.1	Dependencia de la conductividad térmica con la temperatura para varios materiales cerámicos
Figura 2.1	Asociación de la transferencia de calos por conducción con la difusión de energía debida a la actividad molecular
Figura 2.2	Convenio de signos para la transmisión del calor por conducción
Figura 2.3	Cilindro hueco con condiciones convectivas en la superficie
Figura 2.4	Conductividad térmica metales y aleaciones
Figura 2.5	Conductividad térmica líquidos, gases y vapores
Figura 3.1	Tamices marca U.S. Estándar Sieve
Figura 3.2	(a) colocado de muestra en celda de incoloy. (b) Colocado de celda en la mufla.
Figura 3.3	Configuración de cilindros concéntricos, usada en el modelo teórico, d_1 diámetro de la resistencia y L longitud del tubo.
Figura 3.4	1.Tubo hueco (incoloy 800), 2. Varilla resistiva (NiCr 80-20), 3. Tapones cerámicos, 4. Muestra, 5. Termómetro, 6.Termopares tipo K, 7. Conductor, 8.Fuente variable (7V-300amp), 9.PC
Figura 3.5	Sistema de Flujo de Calor Radial ASTM 2858-70(90)
Figura 3.6	Esquema de Conección del SFCR. a) Mufla y Muestra (NiCr-Incoloy), b) Reostato, c) Cuadros de distribución) elevador de corriente (7V-300Amp)
Figura 3.7	Análisis de DRX de la muestra L01 antes de las mediciones del SFCR
Figura 3.8	Análisis de DRX de la muestra L01 Después de las mediciones del SFCR
Figura 3.9	Análisis de DRX de la muestra L04 Antes de las mediciones del SFCR
Figura 3.10	Análisis de DRX de la muestra L04 Después de las mediciones del SFCR
Figura 3.11	Funcionamiento del Sistema
Figura 3.12	Conductividad Térmica vs Temperatura Muestra L04

-
- Figura 3.13 Conductividad Térmica vs Temperatura Muestra L01
- Figura 3.14 Conductividad Térmica vs Temperatura Muestra L01
- Figura 3.15 Conductividad Térmica vs Temperatura Muestra L01
- Figura 3.16 Conductividad Térmica vs Temperatura Muestra L04
- Figura 3.17 Sensor y porta muestra Hot disk
- Figura 3.18 Distribución del tamaño de Partícula vs K a diferentes A diferentes temperaturas para muestras L04
- Figura 3.19 Distribución del tamaño de Partícula vs K a diferentes A diferentes temperaturas para muestras L01